



MANUAL OPERATIVO BÁSICO (MOB)

ANÁLISIS CUANTITATIVO DE PLOMO EN AGUAS RESIDUALES



DETERMINACIÓN DE PLOMO TOTAL

Método de Espectrofotometría de Absorción Atómica por Llama

1. OBJETIVO

Definir los lineamientos para la recepción, manipulación, análisis y almacenamiento de muestras para la determinación de Plomo.

2. ALCANCE

Aplica a muestras de agua residuales reunidas al departamento de química de la Pontificia Universidad Javeriana para la determinación de plomo en el equipo Varian AA 140.

3. FUNDAMENTO

La muestra es digerida para reducir la interferencia por materia orgánica y convertir todo el metal a una forma libre determinable por Espectrofotometría de Absorción Atómica con llama a 217,0 nm. El contenido de plomo se determina mediante una curva de calibración.

4. CONDICIONES GENERALES

El empleo de este método está limitado al uso por personal bajo control o supervisión adecuada de personal experimentado y capacitado. Cada analista debe demostrar su capacidad para generar resultados aceptables con este método.

5. MATERIALES, REACTIVOS Y EQUIPOS

5.1 MATERIALES

- Balón aforado de diferentes volúmenes
- Erlenmeyer o vaso de precipitados (Beaker) de 100 – 120 mL
- Puntas para micropipetas
- Guates de nitrilo
- Papel filtro Watman #1

5.2 REACTIVOS

- HNO_3 65 % (v/v), grado analítico
- HCl 37 % (v/v) grado analítico



- Solución estándar de Plomo de 1000 mg/L
- Agua ultra pura Tipo I

5.3 EQUIPOS

- Espectrofotómetro Varian AA 140
- Micropipetas (calibradas)

NOTA: Todo el material de vidrio utilizado deberá ser lavado con agua y jabón, luego se enjuaga con abundante agua, se agrega agua tipo 1 con ácido nítrico al 10 % v/v y finalmente se enjuaga 3 veces con agua Tipo 1.

6. DESCRIPCIÓN DEL PROCEDIMIENTO

6.1 CONDICIONES GENERALES

6.1.1 Reglas generales

Antes de comenzar a trabajar con el equipo, es necesario eliminar cualquier contaminación procedente de polvo ambiental o de las muestras, limpiando el equipo. Es especialmente importante seguir esta recomendación cuando se trabaja a bajas concentraciones.

6.1.2 Control

Si hay más de 5 muestras en cada análisis, la curva patrón de trabajo debe ser verificada midiendo de manera satisfactoria un estándar de referencia. Esto, se realizará cada 5 muestras junto con la medición del blanco.

6.1.3 Blanco

El blanco es una muestra que contiene agua Tipo 1. Se realiza un blanco de digestión sustituyendo la muestra por agua Tipo 1.

6.1.4 Réplicas

Las réplicas son analizadas para revisar la estabilidad y rendimiento del método. Cada medición debe tener 3 réplicas.



6.2 PREPARACIÓN DE SOLUCIONES

Los estándares diluidos (o estándares de trabajo), serán preparados diluyendo 1000 ppm o 100 ppm de plomo de una solución stock. Utilice la siguiente ecuación:

$$\text{Volumen solución stock (mL)} = \frac{\text{Volumen total (mL)} * \text{Estándar de trabajo (ppm)}}{\text{Solución stock (ppm)}}$$

Siendo el volumen total el volumen de la solución de trabajo.

Para calibrar el instrumento en un rango completo, prepare estándares de trabajo desde 1 ppm hasta 10 ppm de Pb, utilizando agua Tipo 1 y dependiendo las concentraciones de las muestras a evaluar. Tenga en cuenta lo siguiente:

- No exponer los estándares al aire por un largo periodo de tiempo
- Agite las muestras antes del análisis
- A medida que la muestra es pipeteada, cierre el contenedor
- Refrigere entre 5 y 10°C

Recuerde:

1ppm = 1.000 ppb = 1'000.000 ppt = 1 mg/L = 1 mg/kg = 1 µg/mL = 1 µg/g

1ppb = 0,001 ppm = 1.000 ppt = 1 µg/L = 1 µg/kg = 1 ng/mL = 1ng/g

1ppt = 0,000001 ppm = 0,001 ppb = 1 pg/g

6.2.1 Estándares de Calibración a Altas Concentraciones

- Para preparar **1 mg/L** (1 ppm) de estándar de trabajo, tome 100 µL de una solución stock de 1000 ppm y diluya a 100 mL.
- Para preparar **2 mg/L** (2 ppm) de estándar de trabajo, tome 200 µL de una solución stock de 1000 ppm y diluya a 100 mL.
- Para preparar **5 mg/L** (5 ppm) de estándar de trabajo, tome 500 µL de una solución stock de 1000 ppm y diluya a 100 mL.
- Para preparar **7 mg/L** (7 ppm) de estándar de trabajo, tome 700 µL de una solución stock de 1000 ppm y diluya a 100 mL.
- Para preparar **10 mg/L** (10 ppm) de estándar de trabajo, tome 1000 µL de una solución stock de 1000 ppm y diluya a 100 mL.

6.2.2 Criterios de aceptación en la estandarización

- La curva de linealidad debe tener un valor mínimo de $r^2 > 0,995$.
- Los estándares deben estar en el intervalo apropiado para cada matriz.



6.3 DIGESTIÓN DE LA MUESTRA

- a. Homogeneizar la muestra. Si se dispone de una estimación del contenido de plomo en la muestra, realizar una toma con pipeta aforada tal que la solución final esté en el rango de medida. En el caso de muestras muy concentradas diluirlas luego de la digestión. En el caso de estimar un contenido de plomo menor a 1 mg/L, y de ser necesario, concentrar la muestra durante la digestión. La concentración se realiza por evaporación y se calcula el porcentaje teórico de recuperación para efectos de corrección al final de la determinación. Transferir la toma a un Erlenmeyer o Beaker de 100 - 125 mL.
- b. A 15 mL de la muestra, agregar 10 mL de HNO_3 y 10 mL de HCL. Calentar en una plancha calefactora tal que se obtenga una ebullición leve, concentrar al menor volumen tal que no ocurra precipitación. Si es necesario agregar más ácido y seguir calentando hasta obtener una solución clara. No permitir que la solución se seque durante el calentamiento. Puede quedar un pequeño precipitado no soluble en agua que es luego filtrado.

* Paralelamente se realiza un blanco de digestión sustituyendo la muestra por agua Tipo I.

- c. Lavar el Erlenmeyer con agua Tipo 1, si es necesario filtrar con papel de filtro lavando abundantemente el precipitado, y recoger el filtrado en un matraz aforado. Dejar enfriar a temperatura ambiente y llevar a volumen de 25 mL con agua Tipo I.

6.4 DETERMINACIÓN DIRECTA

- a. Parámetros instrumentales:
 - Lámpara de cátodo hueco de Plomo
 - Longitud de onda: 217,0 nm
 - Combustible: acetileno
 - Oxidante: aire
 - Tipo de llama: oxidante
- b. Realizar la curva de calibración con los estándares de 1 a 10 mg/L.
- c. Medir las muestras y blancos.

7. CÁLCULOS Y EXPRESIÓN DE RESULTADOS

7.1 Límites De Cuantificación (LOQ) Y Límites De Detección (LOD)

- a. Para hallar el límite de detección, se realiza la lectura de 10 o más blancos, a partir de estas mediciones se calcula la absorbancia promedio y esta se suma al producto de 3 veces la desviación estándar. Al valor resultante se resta la absorbancia promedio y se divide entre la pendiente de la curva de calibración, obteniendo el límite de detección en mg/L.



- b. Para determinar el límite de cuantificación, se realiza la lectura de 10 o más blancos, a partir de estas mediciones se calcula la absorbancia promedio y esta se suma al producto de 5 veces la desviación estándar. Al valor resultante se resta la absorbancia promedio y se divide entre la pendiente de la curva de calibración, obteniendo el límite de detección en mg/L.

7.2 Determinación de Cr total en la muestra

- a. Se determina la concentración de Plomo en la digestión de la muestra (C_m) y blanco (C_b) a partir de la curva de calibración obtenida en 6.2.
- b. Si C_m es menor a LOD se informa: No detectable.
- c. Si C_m es mayor a LOQ informar el valor obtenido según:

$$\text{Plomo (mg/L)} = (C_m - C_b) * FC$$

Donde:

C_m = concentración de Cr en la digestión de la muestra en mg/L.

C_b = concentración de Cr en la digestión del blanco en mg/L.

FC = factor de concentración de la muestra.

* En caso de haber diluido la muestra es necesario incluirla dentro de la ecuación de la siguiente forma:

$$\text{Plomo (mg/L)} = (C_m * FDM - C_b * FDB) * FC$$

Donde:

C_m = concentración de Cr en la digestión de la muestra en mg/L.

C_b = concentración de Cr en la digestión del blanco en mg/L.

FC = factor de concentración de la muestra.

FDM = factor de dilución de la muestra

FDB = factor de dilución del blanco.

8. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

American Public Health Association (1992) Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. WA, USA, pp 3.9 - 3.12.



Universidad de Buenos Aires – UBA (2012) Facultad de Ciencias Exactas y Naturales. Guía de Laboratorio para la Calibración y Límite de Detección en Técnicas Instrumentales. <http://www.qi.fcen.uba.ar/materias/ai/laboratorio/calibracion.pdf>. Consultado Mayo 6 2015

Varian (1989) Flame Atomic Absorption Spectrometry –Analytical Methods. Mulgrave Victoria, AUS