CCT0216
T2200B
PO

FONDONORMA

NORMA VENEZOLANA

AGUAS NATURALES, INDUSTRIALES Y RESIDUALES. DETERMINACIÓN DE METALES POR ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

FONDONORMA 2769:2005
(1ra Revisión)

BIBLIOTECA NACIONAL
PUBLICACIONES OFICIALES
CARACAS - VENEZUELA

BIBLIOTECA NACIONAL
DEPOSITO LEGAL

DECLARADA COMO NORMA VENEZOLANA COVENIN

FONDO PARA LA NORMALIZACIÓN Y CERTIFICACIÓN DE LA CALIDAD

© FONDONORMA 2005

Biblioteca Nacional

PRÓLOGO

La presente norma sustituye totalmente a la Norma **2769:1991 Aguas naturales, industriales y residuales. Determinación de metales por espectrofotometría de absorción atómica,** fue revisada de acuerdo a las directrices del Comité Técnico de Normalización FONDONORMA **CT44 Calidad Ambiental**, por el Subcomité Técnico **SC1 Calidad de Agua** y siendo aprobada por FONDONORMA en la reunión del Consejo Superior **Nº 2005-06** de fecha **14/12/2005.**

En la revisión de esta norma participaron las siguientes entidades: M.A.R.N.R; M.S.D.S. (Dirección Ing. Sanitaria); PDVSA-INTEVEP; USB; Funsein; U.C.V; Consultoría Global de Sistemas, Gestión Integral del Ambiente, C. A.; CIEPE.

NORMA VENEZOLANA AGUAS NATURALES, INDUSTRIALES Y RESIDUALES. DETERMINACIÓN DE METALES POR ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

FONDONORMA 2769:2005 (1ra Revisión)

0 INTRODUCCIÓN

Los metales se pueden determinar de forma satisfactoria utilizando métodos de absorción atómica, de plasma acoplado inductivamente o colorimétricos, aunque estos últimos son de menor precisión y sensibilidad. Los métodos de absorción incluyen técnicas electrotérmicas y de llama. En general, los métodos de llama se aplican en el caso de concentraciones moderadas en sistemas de matrices simples o complejas. Los métodos electrotérmicos tienen mayor sensibilidad si los efectos de la matriz no son demasiado intensos. Las técnicas de plasma acoplado inductivamente (ICP) son aplicables dentro de un amplio intervalo lineal y resultan especialmente sensibles en el caso de los elementos refractarios. En general, los límites de detección de los métodos ICPI son superiores a los métodos electrotérmicos.

1 OBJETO

Esta norma Venezolana establece los métodos de ensayo para la determinación cuantitativa de elementos metálicos en aguas por espectrometría de absorción atómica. Esta técnica es simple, rápida y aplicable a una gran cantidad de elementos presentes en aguas naturales, industriales y residuales.

2 REFERENCIAS NORMATIVAS

Las siguientes normas contienen disposiciones que al ser citadas en este texto, constituyen requisitos de esta Norma Venezolana. Las ediciones indicadas estaban en vigencia en el momento de esta publicación. Como toda norma está sujeta a revisión, se recomienda a aquellos que realicen acuerdos con base en ellas, que analicen la conveniencia de usar las ediciones más recientes de las normas citadas seguidamente.

COVENIN 2634:2002 Aguas naturales, industriales y residuales. Definiciones.

COVENIN 2709:2002 Aguas naturales, industriales y residuales. Procedimientos para el muestreo.

3 DEFINICIONES

Para los propósitos de esta Norma Venezolana se aplican las definiciones contenidas en la Norma Venezolana 2634 y las siguientes:

3.1 Sensibilidad

Es la concentración del analito que produce una absorbancia de 0,0044 unidades (1% de absorción).

3.2 Límite de detección

Se define como la concentración de analito que produce una absorción equivalente al doble de la magnitud de la señal de ruido del instrumento.

3.3 Rango de concentración óptimo

El rango de concentración óptimo usualmente comienza a una concentración que es unas cuantas veces el límite de detección y se extiende hasta una concentración a la cual la curva de calibración empieza a desviarse del comportamiento lineal.

3.4 Interferencia

Es cualquier efecto de naturaleza química o física que altera el valor normal de la señal de respuesta del instrumento para una concentración definida de un analito específico. Estos efectos pueden ser positivos o negativos y suceden frecuentemente cuando el analito se determina en una matriz compleja.

© FONDONORMA 2005

4 GENERALIDADES

4.1 Determinación de metales por espectrometría de absorción atómica de llama.

4.1.1 Principio

En espectrometría de absorción atómica una muestra en solución, o una dilución de ésta, es aspirada como una fina dispersión de gotas (rocío) en una llama en la cual se convierte en vapor atómico en su estado fundamental. La llama suministra la energía necesaria para que los átomos en ese estado absorban la radiación electromagnética a longitudes de onda definidas. Un haz de luz, proveniente de una lámpara de cátodo hueco u otra fuente, que genera la radiación electromagnética característica del elemento de interés para el análisis se hace pasar a través de la llama, luego pasa por un monocromador y es medido con un fotodetector, el cual cuantifica la cantidad de luz absorbida por el elemento atomizado en la llama.

4.1.2 Interferencias

4.1.2.1 Muchos metales se pueden determinar por aspiración directa de la muestra en una llama. La interferencia química es la más problemática y es originada por la ausencia de absorción de átomos unidos en combinación molecular en llama. Tal dificultad puede aparecer cuando la llama no es lo bastante caliente para disociar las moléculas o cuando el átomo disociado se oxida de inmediato, dando un compuesto que no se disocia a la temperatura de la llama. Estas interferencias pueden reducirse o eliminarse añadiendo elementos o compuesto específicos a la muestra También puede observarse ionización del elemento debido a la temperatura de la llama, empleando una llama de óxido nitroso-acetileno o por extracciones con metil isobutil cetona que emplean pirrolidin ditiocarbamato de amonio. En todos estos casos se determina un contenido menor del elemento que el realmente existente en la muestra.

4.1.2.2 Las salmueras y agua de mar se pueden analizar por aspiración directa, pero se recomienda una dilución de la muestra.

4.1.2.3 Para las muestras con concentraciones elevadas (por encima del 1%) de sólidos disueltos se debe realizar una corrección de fondo, especialmente cuando la línea de resonancia primaria del elemento que se desea medir se encuentre por debajo de 240 nm.

4.1.2.4 El bario y otros metales se ionizan a la llama, reduciéndose de esta forma la población (potencialmente absorbente) del estado fundamental para lo cual se debe adicionar un exceso de catión (sodio, potasio o litio) con ionización similar o inferior.

4.1.3 Aparatos y materiales

4.1.3.1 Espectrómetro de absorción atómica: compuesto por una fuente de luz que emite el espectro de líneas de un elemento (lámpara de cátodo hueco o de descarga sin electrodos), un dispositivo para vaporizar la muestra (generalmente una llama), un sistema para aislar una línea de absorción (monocromador o filtro y ranura ajustable) y un detector fotoeléctrico con un sistema de amplificación-medición asociado. Para soluciones con n contenido de sales elevado o para determinaciones elementales entre 200 y 350 nm, es preferible emplear un sistema corrector de fondo de fuente continua. También en este caso es posible emplear un instrumento de doble haz que permita la medición simultánea de la absorción a dos longitudes de onda diferentes. Para este equipo también son importantes los siguientes dispositivos

4.1.3.1.1 Un quemador: el tipo más común consiste en una premezcla que introduce el chorro pulverizado en una cámara de condensación para eliminar las gotas grandes. El quemador puede estar unido a un cabezal simple de una sola ranura; un cabezal de tres ranuras, el cual es preferido para la aspiración directa con llama de aire-acetileno, o un cabezal especial para utilizar con óxido nitroso-acetileno.

4.1.3.1.2 Equipo de lectura de salida: la mayoría de los instrumentos modernos están equipados con microprocesadores o computadores locales capaces de integrar las señales de absorción y linealizar la curva de calibración a altas concentraciones.

4.1.3.1.3 Lámparas: utilizar una lámpara de cátodo hueco o de descarga sin electrodos. Emplear una lámpara para cada elemento que se mide. Las lámparas de cátodo hueco para varios elementos dan por lo general una menor sensibilidad que las lámparas de un solo elemento. Las lámparas de descarga sin electrodos tardan un cierto tiempo en calentarse y estabilizarse.

4.1.3.1.4 Sistema de válvulas para el control de gases: necesario para controlar el suministro de diversos gases al mechero.

© FONDONORMA – Todos los derechos reservados

4.1.3.1.5 Sistema de ventilación de gases: apropiado para eliminar los gases producidos durante la atomización de muestras.

4.1.4 Preparación de muestras

Se deben seguir las instrucciones dadas en la Norma Venezolana 2768.

4.1.5 Preparación de patrones

4.1.5.1 Preparar soluciones patrones de concentraciones conocidas del metal en agua libre de metales, con una matriz similar a la muestra. Utilizar patrones que cubran la concentración esperada de la muestra y que estén dentro del intervalo de trabajo del método. Si se necesitan patrones muy diluidos durante un período de más de un día, se deben preparar soluciones patrón en concentraciones mayores de 500 mg/l, conservar estas soluciones en refrigeración y a partir de las mismas preparar diariamente las diluciones necesarias.

4.1.5.2 En el caso de muestras cuyas matrices contienen cantidades altas y variables de especies iónicas, nivelar el contenido de los iones principales de la muestra en el patrón. Si la matriz de la muestra es compleja y los componentes no se pueden hacer coincidir con precisión con los patrones, utilizar el método de adición de estándar para corregir los efectos de la matriz.

4.1.5.3 Es importante asegurarse que la curva de calibración sea lineal con respecto al rango de concentraciones de interés y que no se detecte absorción no atómica debida a la presencia de moléculas en la línea óptica del instrumento. Como cada molécula absorbe a una banda característica, se produce absorción no atómica cuando esta banda característica coincide con la línea de absorción atómica del elemento que se está determinando. En general el grado de absorción no atómica aumenta a longitudes de onda menores y disminuye en soluciones diluidas.

4.1.5.4 Preparar un blanco de matriz similar a la muestra y medir la respuesta de cada solución, usando el blanco para fijar el cero.

4.1.5.5 Someter los patrones al mismo procedimiento de digestión usado para las muestras.

4.1.5.6 Para obtener mejores resultados, se deben usar concentraciones de muestras y patrones que estén dentro del rango de concentración óptimo del espectrómetro (véase tabla 1). En muchos casos el rango concentración mostrado en la Tabla 1 se puede ampliar con la expansión de la escala usando una longitud de onda menos sensible.

5 MÉTODOS DE ENSAYO

5.1 Método directo de llama aire-acetileno

Aplica para la determinación de los siguientes elementos: antimonio, bismuto, cadmio, calcio, cesio, cromo, cobalto, cobre, oro, iridio, hierro, plomo, litio, magnesio, manganeso, níquel, platino, potasio, rodio, rutenio, plata, sodio, estroncio, talio, estaño y zinc por aspiración directa en llama de aire/acetileno.

5.1.1 Aparatos y materiales

Espectrómetro de absorción atómica y equipo asociado. Véase 4.1.3.1.

5.1.2 Reactivos

5.1.2.1 Aire, purificado y secado a través de un filtro apropiado para eliminar aceite, agua y otras sustancias contaminantes. La fuente puede ser un compresor o aire sintético comercial en cilindro.

5.1.2.2 Acetileno, de grado comercial estándar. Para evitar que la acetona presente en los cilindros de acetileno, entre y dañe el cabezal del mechero, reemplazar el cilindro cuando su presión desciende a 689 Kpa (100 psi) de acetileno.

5.1.2.3 Agua libre de metales.

5.1.2.4 Solución de calcio, disolver 630 mg de $CaCO_3$ en 50 ml de HCl 1 + 5. Llevar a ebullición suave si es necesario para obtener una disolución completa. Dejar enfriar y diluir con agua hasta 1000 ml.

5.1.2.5 Ácido clorhídrico, (HCl) al 1 %, 10 %, 20 %, 1 + 5, 1 + 1 y concentrado.

© FONDONORMA – Todos los derechos reservados

5.1.2.6 Solución de lantano, disolver 58,65 g de óxido de Lantano, (La_2O_3) en 250 ml de HCl concentrado. Agregar lentamente el ácido hasta disolver el material y diluir a 1000 ml con agua.

5.1.2.7 Agua oxigenada, (H_2O_2) 30 % en volumen.

5.1.2.8 Ácido nítrico. (HNO_3) 2%, 1+1 y concentrado.

5.1.2.9 Agua regia.

5.1.2.10 Soluciones patrones de metales, preparar una serie de soluciones patrón de metales en un rango de concentración óptimo por dilución apropiada, con agua que contenga 1,5 ml de HNO_3/l de soluciones de metales de estándares comerciales o preparados como se describe a continuación:

5.1.2.10.1 Antimonio (1,00 ml = 100 µg Sb). Disolver 0,2669 g de $K(SbO)C_4H_4O_6$ en agua, añadir 10 ml de HCl 1+1 y diluir con agua hasta 1000 ml.

5.1.2.10.2 Bismuto. (1,00 ml = 100 µg Bi). Disolver 0,100 g de bismuto metálico en un volumen mínimo de HNO_3 1+1. Diluir a 1000 ml con HNO_3 al 2% (v/v).

5.1.2.10.3 Cadmio. (1,00 ml = 100 µg Cd). Disolver 0,100 g de cadmio metálico en 4 ml de HNO_3 concentrado. Añadir 8,0 ml de HNO_3 concentrado y diluir con agua hasta 1000 ml.

5.1.2.10.4 Calcio. (1,00 ml = 100 µg Ca) Suspender 0,2497 g de $CaCO_3$ (secado previamente a 180 °C durante 1 hora antes de pesar) en agua y diluir con precaución utilizando una cantidad mínima de HNO_3 1+1. Añadir 10 ml de HNO_3 concentrado y diluir con agua hasta 1000 ml.

5.1.2.10.5 Cesio. (1,00 ml = 100 µg Cs) Diluir 0,1267 g de cloruro de cesio, CsCl, en 1000 ml de agua.

5.1.2.10.6 Cobalto. (1,00 ml = 100 µg Co). Disolver 0,1000 g de metal cobalto en una cantidad mínima de HNO_3 1+1. Añadir 10 ml de HCl 1+1 y diluir con agua hasta 1000 ml.

5.1.2.10.7 Cobre. (1,00 ml = 100 µg Co) Disolver 0,100 g de metal cobre en 2 ml de HNO_3 concentrado, añadir 10,0 ml de HNO_3 concentrado y diluir con agua hasta 1000 ml.

5.1.2.10.8 Cromo. (1,00 ml = 100 µg Cr) Disolver 0,1923 g de CrO_3 en agua. Cuando la solución es completa, acidular con 10 ml de HNO_3 concentrado y diluir con agua hasta 1000 ml.

5.1.2.10.9 Estaño. (1,00 ml = 100 µg Sn) Diluir 1,000 g de estaño metálico en 100 ml de HCl concentrado y diluir con agua hasta 1000 ml.

5.1.2.10.10 Estroncio. (1,00 ml = 100 µg Sr). Suspender 0,1685 g de $SrCO_3$ en agua y disolver con precaución con una cantidad mínima de HNO_3 1+1. Añadir 10 ml de HNO_3 concentrado y diluir con agua hasta 1000 ml.

5.1.2.10.11 Hierro. (1,00 ml = 100 µg Fe) Disolver 0,100 g de alambre de hierro en una mezcla de 10 ml de HCl 1+1 y 3 ml de HNO_3 concentrado. Añadir 5 ml de HNO_3 concentrado y diluir con agua hasta 1000 ml.

5.1.2.10.12 Iridio. (1,00 ml = 500 µg Ir) Disolver 0,1147 g de cloroiridato de amonio, $(NH_4)IrCl_6$, en un volumen mínimo de HCl al 1% (v/v) y diluir con HCl al 1% (v/v) hasta 100 ml.

5.1.2.10.13 Litio (1,00 ml = 100 µg Li) Disolver 0,5323 g de carbonato de litio, Li_2CO_3, en un volumen mínimo de HNO_3 1+1. Añadir 10 ml de HNO_3 concentrado y diluir con agua hasta 1000 ml.

5.1.2.10.14 Magnesio. (1,00 ml = 100 µg Mg) Disolver 0,1658 g de MgO en una cantidad mínima de HNO_3 1+1. Añadir 10 ml de HNO_3 concentrado y diluir con agua hasta 1000 ml.

5.1.2.10.15 Manganeso. (1,00 ml = 100 µg Mn) Disolver 0,1000 g de metal de manganeso en 10 ml de HCl concentrado mezclado con 1 ml de HNO_3 concentrado. Diluir con agua hasta 1000 ml.

5.1.2.10.16 Níquel. (1,00 ml = 100 □g Ni) Disolver 0,1000 g de níquel metálico en 10 ml de HNO_3 concentrado caliente, enfriar y diluir con agua hasta 1000 ml.

5.1.2.10.17 Oro. (1,00 ml = 100 µg Au) Disolver 0,100 g de oro metálico en un volumen mínimo de agua regia. Evaporar hasta sequedad, disolver el residuo en 5 ml de HCl concentrado, enfriar y diluir con agua hasta 1000 ml.

© FONDONORMA – Todos los derechos reservados

5.1.2.10.18 Paladio. (1,00 ml = 100 µg Pd) Disolver 0,100 g de alambre de paladio en un volumen mínimo de agua regia y evaporar hasta sequedad. Añadir 5 ml de HCl concentrado y 25 ml de agua, y calentar hasta completar la disolución. Diluir con agua hasta 1000 ml.

5.1.2.10.19 Plata. (1,00 ml = 100 µg Ag) Disolver 0,1575 g de nitrato de plata, $AgNO_3$, en 100 ml de agua, añadir 10 ml de HNO_3 concentrado y diluir con agua hasta 1000 ml.

5.1.2.10.20 Platino (1,00 ml = 100 µg Pt) Disolver 0,100 g de platino metálico en un volumen mínimo de agua regia y evaporar a sequedad. Añadir 5 ml de HCl concentrado y 0,1g de NaCl y evaporar nuevamente a sequedad. Disolver el residuo en 20 ml de HCl 1+1 y diluir con agua hasta 1000 ml.

5.1.2.10.21 Plomo. (1,00 ml = 100 µg Pb) Disolver 0,1598 g de nitrato de plomo, $Pb(NO_3)_2$, en una cantidad mínima de HNO_3 1+1, añadir 10 ml de HNO_3 concentrado y diluir con agua hasta 1000 ml.

5.1.2.10.22 Potasio. (1,00 ml = 100 µg K) Diluir 0,1907 g de cloruro de potasio, KCl (secado previamente a 110°C), en agua y llevar hasta 1000 ml.

5.1.2.10.23 Rodio. (1,00 ml = 100 µg Rh) Disolver 0,386 g de hexaclororodato de amonio, $(NH_4)RhCl_6 \cdot 1,5H_2O$, en un volumen mínimo de HCl al 10% (v/v) y diluir con HCl al 10% (v/v) hasta 1000 ml.

5.1.2.10.24 Rutenio. (1,00 = 100 µg Ru) Disolver 0,205 g de cloruro de rutenio, $RuCl_3$, en un volumen mínimo de HCl al 20% (v/v) y diluir con HCl al 20% (v/v) hasta 1000 ml.

5.1.2.10.25 Sodio. (1,00 = 100 µg Na) Disolver 0,2542 de cloruro de sodio, NaCl, secado previamente a 140°C, en agua. Añadir 10 ml de HNO_3 concentrado y diluir con agua hasta 1000 ml.

5.1.2.10.26 Talio. (1,00 = 100 µg Tl) Disolver 0,1303 g de nitrato de talio, $TlNO_3$, en agua. Añadir 10 ml de HNO_3 concentrado y diluir con agua hasta 1000 ml.

5.1.2.10.27 Zinc. (1,00 = 100 µg Zn) Disolver 0,100 g de zinc metálico en 20 ml de HCl 1+1 y diluir con agua hasta 1000 ml.

NOTA 1: Todos los reactivos que se emplean para la preparación de las soluciones patrón, deben ser previamente secados y de alta pureza. En el caso de hidratos se recomienda usar reactivos frescos.

5.1.3 Procedimiento

En general, se debe proceder de acuerdo a los siguientes lineamientos:

5.1.3.1 Para la preparación de las muestras véase 4.1.4. Para determinar Ca y Mg, agregar 10 ml de la solución de lantano a 100 ml de patrón o muestra antes de aspirar. Igualmente, para la determinación de Fe y Mg agregar 25 ml de solución de calcio a 100 ml de patrón o muestra antes de atomizar. Para la determinación de cromo agregar 1 ml de H_2O_2 30 % por cada 100 ml de patrón o muestra de cromo antes de aspirar.

5.1.3.2 Instalar una lámpara de cátodo hueco para el metal deseado, en el instrumento y establecer el dial de longitud de onda de acuerdo a la Tabla 1 y fijar el ancho de ranura de entrada del haz de luz, de acuerdo a las recomendaciones del fabricante para el elemento que se va a determinar.

5.1.3.3 Encender el instrumento, aplicar a la lámpara de cátodo hueco la corriente sugerida por el fabricante y dejar calentar el instrumento hasta estabilizar la fuente de energía, generalmente entre 10 a 20 min.

5.1.3.4 Optimizar la longitud de onda ajustando el dial de longitudes de onda hasta obtener la ganancia óptima de energía y alinear la lámpara siguiendo las instrucciones del fabricante.

5.1.3.5 Instalar el mechero adecuado y regular su posición

5.1.3.6 Conectar el aire y ajustar la velocidad del flujo del mismo a lo especificado por el fabricante para obtener la máxima sensibilidad en relación con el metal que se mide. Luego conectar el acetileno y ajustar la velocidad de flujo al valor especificado y encender la llama. Dejar estabilizar la misma unos minutos.

5.1.3.7 Aspirar un blanco o solución ácida de agua libre de metales conteniendo la misma concentración de ácido presente en los patrones y las muestras para ajustar el cero del instrumento.

© FONDONORMA - Todos los derechos reservados

5.1.3.8 Aspirar una solución patrón y regular la velocidad de aspiración del nebulizador para obtener la sensibilidad máxima. También ajustar vertical y horizontalmente el mechero para obtener una respuesta máxima.

5.1.3.9 Aspirar nuevamente un blanco y ajustar el cero del instrumento.

5.1.3.10 Atomizar un patrón (generalmente uno cercano a la mitad del intervalo de trabajo lineal) registrar la absorbancia del mismo e identificar la lámpara usada. Para determinaciones subsiguientes del mismo elemento consultar este dato para verificar la consistencia en la respuesta del instrumento y el desgaste de la lámpara de cátodo hueco y el patrón.

5.1.3.11 El instrumento está ahora en condiciones de operación. Una vez terminado los análisis, apagar la llama, cerrando primero el paso de acetileno y luego el de aire.

5.1.3.12 Seleccionar al menos tres niveles de calibración comprendida en el rango de concentración esperado. Hacer aspirar un blanco y ajustar el cero del instrumento. Luego aspirar cada patrón sucesivamente en la llama y registrar la absorbancia.

5.1.3.13 Trazar una curva de calibración trasladando a un papel de gráfica lineal la absorbancia de los patrones en función de sus concentraciones. Este paso no es necesario en instrumentos equipados con lectura directa de las concentraciones.

NOTA: Para la determinación de Ca y Mg, y Fe y Mn trazar curvas con la concentración original de los patrones antes de ser diluidos. Para la determinación de cromo trazar curvas con la concentración original de los patrones antes de añadir el H_2O_2.

5.1.3.14 En los instrumentos equipados con lectura directa de concentración el apartado anterior no es necesario. En algunos instrumentos es necesario convertir el porcentaje de absorción en absorbancia, usando una tabla generalmente suministrada por el fabricante.

5.1.3.15 Para el análisis de las muestras, enjuagar el nebulizador aspirando agua conteniendo 1.5 ml de HNO_3/l concentrado. Aspirar un blanco y ajustar el cero del instrumento. Aspirar las muestras y determinar su absorbancia.

5.1.4 Expresión de los resultados

Calcular la concentración de cada elemento metálico y expresar en miligramos por litro, en base a la curva de calibración elaborada de acuerdo a lo establecido en el apartado 5.1.3.13.

5.1.5 Informe

El informe debe contener lo siguiente:

5.1.5.1 Fecha de realización del ensayo.

5.1.5.2 Número y titulo de la Norma Venezolana consultada.

5.1.5.3 Identificación completa de la muestra.

5.1.5.4 Resultados obtenidos.

5.1.5.5 Nombre del analista.

5.1.5.6 Observaciones.

5.2 Método de extracción/llama de aire-acetileno para la determinación de concentraciones bajas de cadmio, cromo, cobalto, cobre, hierro, plomo, manganeso, níquel, plata y zinc.

5.2.1 Principio

El método consiste en la quelación con pirrolidina ditiocarbamato de amonio (PDCA) y extracción con metil isobutil cetona (MIBC), seguido de aspiración en una llama de aire-acetileno.

5.2.2 Aparatos y materiales

Espectrómetro de absorción atómica y equipo asociado. Véase 4.1.3.

© FONDONORMA – Todos los derechos reservados

5.2.3 Reactivos

5.2.3.1 Aire. Véase 5.1.2.1.

5.2.3.2 Acetileno. Véase 5.1.2.2.

5.2.3.3 Agua libre de metales.

5.2.3.4 Metil isobutil cetona (MIBC) de grado analítico.

5.2.3.5 Solución de pirrolidina ditiocarbamato de amonio (PDCA). Disolver 4 g de PDCA en 100 ml de agua. De ser necesario, purificar el PDCA con igual volumen de MIBC, en un embudo de separación agitar durante 30 s, permitir la separación y recoger la porción inferior, descartar la capa de MIBC.

5.2.3.6 Ácido nítrico (HNO_3) concentrado ultrapuro.

5.2.3.7 Soluciones patrones de metales. Véase 5.1.2.10.

5.2.3.8 Solución de permanganato de potasio, $KMnO_4$ 5 % (p/v).

5.2.3.9 Sulfato de sodio ($NaSO_4$), anhidro.

5.2.3.10 Agua saturada de MIBC: Mezclar una parte de MIBC purificada con una parte de agua en un embudo de separación, agitar durante 30 s y permitir la separación de las fases.

5.2.3.11 Solución de cloruro de hidroxilamina, 10% (p/v).

5.2.4 Procedimiento

5.2.4.1 Consultar el manual de operación del fabricante correspondiente al instrumento disponible para su manejo apropiado y seguro.

5.2.4.2 Después del ajuste final de la posición del quemador, aspirar agua saturada de MIBC en la llama y reducir gradualmente el flujo de acetileno hasta que la llama sea similar a la de antes de aspirar el agua saturada de MIBC.

5.2.4.3 Preparar una serie de soluciones patrones de metal a partir de lo establecido en el apartado 5.1.2.10 (al menos tres (3)) en un rango de concentración adecuado a la concentración esperada del metal en la muestra, después de la extracción.

5.2.4.4 Ajustar 100 ml de cada patrón y 100 ml de un blanco de agua libre de metales a pH 3, por adición de HNO_3 1N o NaOH 1N.

NOTA: Para la extracción de un elemento en particular, se recomienda el uso de los intervalos de pH de la siguiente tabla, para lograr una eficiencia de extracción óptima.

Elemento	Intervalo de pH para extracción óptima
Ag	2-5 (complejo inestable)
Cd	1-6
Co	2-10
Cr	3-9
Cu	0,1-8
Fe	2-5
Mn	2-4 (complejo inestable)
Ni	2-4
Pb	0,1-6
Zn	2-6

© FONDONORMA – Todos los derechos reservados

NOTA. Para la extracción de Ag y Pb el valor óptimo de pH es 2,3 ± 0,2. El complejo de Mn se deteriora rápidamente a la temperatura ambiente, dando lugar a una respuesta inferior del instrumento. Enfriando el extracto a 0 ^{0}C se puede conservar el complejo durante unas cuantas horas. Si no es posible analizar el Mn inmediatamente, se recomienda utilizar otro procedimiento analítico.

5.2.4.5 Traspasar cada solución patrón y cada blanco a matraces volumétricos individuales de 200 ml y añadir 1 ml de solución de PDCA, agitar para que se mezcle.

5.2.4.6 Añadir 10 ml de MIBC y agitar fuertemente durante 30 segundos (la relación máxima de volumen de muestra a MIBC es 40).

5.2.4.7 Dejar separar en fases los contenidos de cada matraz, añadir agua cuidadosamente (ajustada al mismo pH al que se realiza la extracción) haciéndola caer por el costado de cada matraz, para que la fase orgánica quede en el cuello y resulte accesible al tubo de aspiración.

5.2.4.8 Aspirar directamente en la llama cada uno de los extractos orgánicos recolectados en el apartado anterior (llevando el instrumento a cero con un blanco de MIBC saturado de agua) y registrar la absorbancia.

5.2.4.9 Trazar una curva de calibración llevando a un papel de gráficos lineales las absorbancias de los patrones extraídos, en función de sus concentraciones antes de la extracción.

5.2.4.10 Para el análisis de las muestras, enjuagar el nebulizador aspirando agua saturada de MIBC.

5.2.4.11 Aspirar directamente en la llama los extractos orgánicos tratados como se ha indicado antes y registrar las absorbancias.

NOTA: Con el procedimiento anterior de extracción únicamente se mide cromo hexavalente. Para determinar el cromo total se debe oxidar el cromo trivalente a cromo hexavalente, llevando la muestra a ebullición y añadiendo gota a gota suficiente solución de $KMnO_4$ hasta dar a la solución un color rosa persistente, mientras se hierve la solución durante 10 minutos. Añadir una o dos gotas de cloruro de hidroxilamina a la solución en ebullición para eliminar el exceso de $KMnO_4$, dejar que la reacción continúe 2 minutos más. Si persiste el color rosa repetir el paso anterior. Calentar por 5 minutos más, dejar enfriar, extraer con MIBC y aspirar.

Precauciones: Si durante la extracción se forma una emulsión en la interfase agua-MIBC, se debe añadir Na_2SO_4 anhidro para obtener una fase orgánica homogénea. En este caso, se debe añadir Na_2SO_4 anhidro a todos los patrones y blancos.

NOTA: Para evitar los problemas asociados a inestabilidad de los complejos metálicos extraídos, se recomienda determinar los metales inmediatamente después de la extracción.

5.2.5 Expresión de los resultados

Calcular la concentración de cada ión metálico en microgramos por litro en base a la curva de calibración apropiada, elaborada en 5.2.4.9.

5.2.6 Informe

Véase apartado 5.1.5.

5.3 Método directo de llama óxido nitroso - acetileno para la determinación de aluminio, bario, berilo, molibdeno, silicio, titanio y vanadio por aspiración directa en llama de oxido nitroso/acetileno.

5.3.1 Aparatos y materiales

5.3.1.1 Espectrómetro de absorción atómica y equipos asociado Véase 4.1.3.1.

5.3.1.2 Cabezal del mechero para óxido nitroso. Emplear el cuerpo del mechero especial, recomendado por el fabricante. Cada 20 minutos de funcionamiento puede ser necesario quitar la capa de carbón formada en la superficie de la ranura con una varilla de carbono o similar.

5.3.2 Reactivos

5.3.2.1 Aire. Véase 5.1.2.1.

5.3.2.2 Acetileno. Véase 5.1.2.2.

5.3.2.3 Agua libre de metales.

© FONDONORMA – Todos los derechos reservados

5.3.2.4 Ácido Clorhídrico, (HCl), 1N, 1+1 y concentrado.

5.3.2.5 Ácido Nítrico, (HNO_3), concentrado.

5.3.2.6 Ácido Fluorhídrico, (HF), 1N.

5.3.2.7 Oxido Nitroso, disponible comercialmente en cilindros. Se debe conectar el cilindro de óxido nitroso a un regulador específico no congelable a un regulador ordinario envuelto en un espiral de calentamiento, para evitar el retorno de la llama en el mechero, producido por la reducción del flujo de óxido nitroso a través de un regulador congelado.

NOTA: La mayoría de los espectrómetros de absorción atómica cuenta con sistemas automáticos de control de gas que por seguridad apagan la llama de óxido nitroso-acetileno en caso de que exista una reducción en el flujo del óxido nitroso.

5.3.2.8 Solución de Cloruro de Potasio. Disolver 250 g de KCl en agua y diluir a 1000 ml.

5.3.2.9 Solución de Nitrato de Aluminio. Disolver 139 g de $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ en 150 ml agua libre de metales. Acidificar ligeramente con HNO_3 concentrado para prevenir la posible hidrólisis y precipitación. Calentar hasta disolver completamente, enfriar y diluir a 200 ml.

5.3.2.10 Soluciones Patrón de Metales. Preparar una serie de soluciones patrón de metales en un rango de concentración óptimo por dilución apropiada, con agua que contenga 1,5 ml de HNO_3/l, de soluciones de metales de estándar comercial o preparada como se describe a continuación:

5.3.2.10.1 Aluminio (1,00 ml = 100 µg Al). Disolver 0,100 g de aluminio metálico en una mezcla ácida de 4 ml de HCl 1+1 y 1 ml de HNO_3 concentrado en un beaker. Calentar suavemente para efectuar la dilución. Traspasar a un matraz de 1l, añadir 10 ml de HCl 1+1 y diluir con agua libre de metales hasta 1000 ml.

5.3.2.10.2 Bario (1,00 ml = 100 µg Ba). Disolver 0,1516 g de $BaCl_2$ (secado a 250° C durante 2 h), en aproximadamente 10 ml de agua con 1 ml de HCl 1+1. Añadir 10 ml de HCl 1+1 y diluir a 1000 ml con agua.

5.3.2.10.3 Berilio (No secar, 1,00 ml = 100 µg Be). Disolver 1,966 g de $BeSO_4 \cdot 4H_20$ en agua. Añadir 10,0 ml de HNO_3 concentrado y diluir con agua hasta 1000 ml.

5.3.2.10.4 Calcio. Véase 5.1.2.14.

5.3.2.10.5 Molibdeno (1,00 ml = 100 µg Mo). Disolver 0,2043 g de $(NH_4)_2MoO_4$ en agua y diluir hasta 1000 ml.

5.3.2.10.6 Osmio (1,00 ml = 19,02 mg Os). Obtener una solución patrón 0,1 M de tetróxido de osmio y conservar en un frasco de vidrio. Realizar diluciones diarias a medida que se necesitan, utilizando H_2SO_4 al 1% (v/v).

Precaución: El tetróxido de osmio es extremadamente tóxico y altamente volátil.

5.3.2.10.7 Renio (1,00 ml = 100 µg Re). Disolver 0,1554 g de perrenato de potasio, $KReO_4$, en 200 ml de agua. Diluir hasta 1000 ml utilizando H_2S0_4 al 1% (v/v).

5.3.2.10.8 Sílice (No secar, 1,00 ml = 100 □g Si). Disolver 0,4730 g de $Na_2SiO_3 \cdot 9H_2O$ en agua. Añadir 10 ml de HNO_3 concentrado y diluir con agua hasta 1000 ml. Conservar en polietileno.

5.3.2.10.9 Torio (1,00 ml = 100 µg Th). Disolver 0,238 g de nitrato de torio, $Th(N0_3)_4 \cdot 4H_20$, en 1000 ml de agua.

5.3.2.10.10 Titanio (1,00 ml = 100 µg Ti). Disolver 0,3960 g de cloruro de titanio, $TiCl_4$, puro (99,8 o 99,9%) en una mezcla de volúmenes iguales de HCl 1N y HF 1N. Llevar hasta 1000 ml con esta mezcla ácida.

5.3.2.10.11 Vanadio (1,00 ml = 100 µg V). Disolver 0,2297 g de metavanadato de amonio, NH_4V0_3, en una cantidad mínima de HNO_3 concentrado. Calentar para disolver. Añadir 10 ml de HNO_3 concentrado y diluir con agua hasta 1000 ml.

© FONDONORMA – Todos los derechos reservados

5.3.3 Procedimiento

5.3.3.1 Realizar la preparación de las muestras de acuerdo a lo establecido en los apartados 4.1.4 y 5.1.3.1. Para el funcionamiento del instrumento véase las instrucciones del fabricante y los apartados desde 5.1.3.2 hasta 5.1.3.12. En la determinación de Al, Ba o Ti, mezclar 2 ml de la solución de KCl en 100 ml de muestra o patrón antes de aspirar. En la determinación de Mo y V, mezclar 2 ml de la solución de $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ en 100 ml de muestra o patrón antes de aspirar.

5.3.3.2 Después de ajustar la longitud de onda, instalar el cabezal del mechero para oxido nitroso. Dejar fluir el acetileno (sin encender la llama) y ajustar la velocidad de flujo al valor especificado por el fabricante para una llama de óxido nitroso/acetileno. Cerrar el acetileno.

5.3.3.3 Con ambos suministros abiertos, aire y óxido nitroso, girar la válvula de conexión hacia el óxido nitroso y ajustar la velocidad de flujo siguiendo las especificaciones del fabricante. Conectar la válvula a la posición de aire y comprobar que la velocidad del flujo es la misma. Abrir el acetileno y encender hasta obtener una llama amarilla brillante. Con un rápido movimiento, girar la válvula al óxido nitroso. La llama tendrá un cono rojo sobre el mechero. Si no fuera así, se debe ajustar el flujo de combustible hasta obtener el cono rojo. Luego de que la llama de óxido nitroso es encendida, dejar que el mechero alcance su equilibrio térmico antes de empezar el análisis.

5.3.3.4 Aspirar un blanco de agua libre de metales que contenga 1,5 ml de $HN0_3$ concentrado/l y comprobar la velocidad de aspiración. De ser necesario, ajustar a una velocidad entre 3 y 5 ml/minuto.

5.3.3.5 Aspirar un patrón del metal deseado con una concentración próxima al apartado medio del rango de concentración optimo y ajustar el mechero (tanto horizontal como verticalmente) al trayecto luminoso para obtener la máxima respuesta.

5.3.3.6 Aspirar el blanco nuevamente y reajustar el cero del instrumento. El instrumento esta preparado ahora para trabajar con los patrones y muestras.

5.3.3.7 Para apagar la llama, girar la válvula de conexión desde el óxido nitroso al aire y cerrar el acetileno.

NOTA: Este procedimiento elimina el peligro del retorno de la llama que puede ocurrir en el encendido directo o al cerrar el óxido nitroso y acetileno.

5.3.3.8 Preparar una serie de soluciones patrones del metal a partir de lo establecido en el apartado 5.3.2.10 (al menos tres (3)) en un rango de concentración adecuado a la concentración esperada del metal en la muestra.

5.3.3.9 La mayoría de los instrumentos modernos están equipados con microprocesadores y lectura de salida digital lo cual permite la calibración en términos directos de concentración. Si el instrumento no esta equipado de esta forma, preparar una curva de calibración trazando en un papel de gráficas lineales la absorbancia registrada de los patrones en función de la concentración. Las curvas de calibración trazadas para Al, Ba y Ti deben estar basadas en la concentración original del patrón antes de añadir la solución de KCl. Las curvas de calibración trazadas para Mo y V deben estar basadas en la concentración original de los patrones antes de añadir la solución de $Al(NO_3)_3$.

5.3.3.10 Para el análisis de las muestras, enjuagar el nebulizador aspirando agua que contenga 1,5 ml HNO_3/l concentrado. Aspirar un blanco y ajustar el cero del instrumento. Aspirar las muestras y determinar su absorbancia.

5.3.4 Expresión de los resultados

Calcular la concentración de cada ión metálico en microgramos por litro en base a la curva de calibración apropiada, elaborada en el apartado 5.3.3.9.

5.3.5 Informe

Véase apartado 5.1.5.

© FONDONORMA – Todos los derechos reservados

5.4 Método de extracción/llama de óxido nitroso/acetileno para determinación de concentraciones bajas de aluminio y berilio.

5.4.1 Principio

El método consiste en la quelación con 8-hidroxiquinoleína y extracción con metil isobutil cetona (MIBC) seguido de aspiración en una llama de óxido nitroso/acetileno.

5.4.2 Interferencias

5.4.2.1 El Hierro (Fe) en concentraciones superiores a 10 mg/l puede causar interferencia, suprimiendo la absorción de aluminio. A fin de enmascarar dicha interferencia se debe añadir clorhidrato de hidroxilamina/1,10-fenantrolina.

5.4.2.2 El Manganeso (Mn) en concentraciones hasta 80 mg/l no causa interferencia, si la turbidez del extracto se deja sedimentar.

5.4.2.3 El Magnesio (Mg) forma un quelato insoluble con 8-hidroxiquinoleína a pH 8.0 y tiende a remover al complejo de Al como un coprecipitado. Sin embargo, el complejo de Mg se forma lentamente entre los 4 y 6 minutos, por lo que esta interferencia puede evitarse si la solución es extraída inmediatamente, luego de añadir la solución amortiguadora.

5.4.3 Aparatos y materiales

Espectrómetro de absorción atómica y equipos asociado Véase 4.1.3.

5.4.4 Reactivos

5.4.4.1 Aire. Véase 5.1.2.1.

5.4.4.2 Acetileno. Véase 5.1.2.2.

5.4.4.3 Hidróxido de amonio, NH_4OH concentrado.

5.4.4.4 Solución amortiguadora (Buffer). Disolver 300 g de acetato de amonio, $NH_4C_2H_3O_2$, en agua. Añadir 105 ml de NH_4OH concentrado y diluir a 1000 ml.

5.4.4.5 Agua libre de metales.

5.4.4.6 Ácido clorhídrico (HCl) concentrado.

5.4.4.7 Solución de 8-hidroxiquinoleína. Disolver 20 g de 8-hidroxiquinoleína en aproximadamente 200 ml de agua. Añadir 60 ml de ácido acético glacial y diluir con agua hasta 1000 ml.

5.4.4.8 Metil isobutil cetona. Véase 5.2.3.4.

5.4.4.9 Ácido nítrico, (HNO_3), concentrado.

5.4.4.10 Óxido nitroso. Véase 5.3.2.7

5.4.4.11 Soluciones patrón de metales. Preparar una serie de soluciones patrón de metales que contenga de 5 a 1000 µg/l, por dilución apropiada de las soluciones de metal de reserva preparadas según el apartado 5.3.2.10.

5.4.4.12 Solución supresora del hierro. Disolver 1,3 g de clorhidrato de hidroxilamina y 6,58 g de monohidrato de 1,10-fenantrolina en aproximadamente 500 ml de agua. Finalmente diluir a 1000 ml.

5.4.5 Procedimiento

5.4.5.1 Véase los apartados desde 5.1.3.2 hasta 5.1.3.12, 5.2.4.2 y desde 5.3.3.3 a 5.3.3.8. Después del ajuste final de la posición del mechero, aspirar MIBC en la llama y reducir gradualmente el flujo de combustible hasta que la llama sea similar a antes de la aspiración del solvente. Ajustar la longitud de onda según lo indicado en la tabla 1.

5.4.5.2 Preparar una serie de soluciones patrones del metal a partir de lo establecido en 5.3.2.10.1 y 5.3.2.10.3 (al menos 3) en un rango de concentración adecuado a la concentración esperada del metal en la

© FONDONORMA – Todos los derechos reservados

muestra, transferir 100 ml de cada una de ellas (y 100 ml de un blanco de agua) a cuatro matraces volumétricos de 200 ml.

5.4.5.3 Añadir 2 ml de solución de 8-hidroxiquinoleína, 2 ml de solución supresora del hierro (de ser necesario) y 10 ml de solución amortiguadora a cada matraz.

5.4.5.4 Añadir inmediatamente 10 ml de MIBC y agitar vigorosamente. La duración de la agitación influye en la formación del complejo de aluminio. Una agitación rápida, de 10 segundos, favorece al aluminio monomerico, mientras que una agitación de 5 a 10 minutos dará también especies poliméricas. El ajuste de la relación 8-hidroxiquinoleína a muestra puede mejorar las recuperaciones de concentraciones extremadamente altas o bajas de aluminio.

5.4.5.5 Se debe tratar cada blanco, patrón y muestra de manera similar. Continuar como se indica en el apartado 5.2.4.9.

5.4.5.6 Enjuagar el atomizador aspirando agua saturada de MIBC. Aspirar directamente en la llama los extractos orgánicos tratados como se ha indicado antes y registrar las absorbancias.

5.4.6 Expresión de los resultados

Calcular la concentración de cada ion metálico en microgramos por litro en base a la curva de calibración apropiada, elaborada en 5.4.5.5.

5.4.7 Informe

Véase apartado 5.1.5.

5.4.8 Precisión

Los datos de precisión y exactitud del método son muy dependientes del tipo de muestras analizadas y del equipo empleado. En la tabla 2 se dan algunos valores típicos obtenidos para elementos a las concentraciones indicadas.

5.5 Determinación de metales por espectrometría de absorción atómica electrotérmica.

5.5.1 Introducción

La absorción atómica electrotérmica permite la valoración de la mayoría de elementos metálicos con sensibilidades y límites de detección de 20 a 1000 veces mejor a los de las técnicas de llama convencionales, sin extracción o concentración de la muestra. Este aumento de sensibilidad tiene su origen en el incremento del tiempo de permanencia de los átomos del estado base en el trayecto óptico, que es varias veces mayor que el de absorción atómica con llama convencional. Numerosos elementos pueden determinarse a concentraciones del orden de 1,0 µg/l. Otras de las ventajas de la absorción atómica electrotérmica es que únicamente se necesita un pequeñísimo volumen de muestra.

La técnica electrotérmica es empleada sólo en el caso de niveles de concentración por debajo del rango de concentración óptimo de absorción atómica directa de llama, ya que está sometido a más interferencias que el procedimiento de llama y requiere un mayor gasto de tiempo en el análisis. Frecuentemente puede ser necesario emplear el método de adiciones de estándar para asegurarse de la validez de los resultados. Debido a la elevada sensibilidad de esta técnica, la muestra es demasiado susceptible a la contaminación; lo cual obliga a mantener máximo cuidado en la manipulación y el análisis de las mismas.

5.5.2 Principio

La espectroscopia de absorción atómica electrotérmica se basa en el mismo principio que la atomización directa a la llama, con la diferencia de que en este caso se emplea un atomizador calentado eléctricamente o un horno de grafito en lugar de un cabezal de quemador estándar. Se introduce un volumen discreto de muestra en el tubo de muestras de grafito (o cubilete). Normalmente, la determinación se realiza por calefacción de la muestra en tres o más etapas. Primero, una corriente de baja intensidad calienta el tubo para secar la muestra. La segunda etapa, o carbonización destruye la materia orgánica y se volatilizan otros componentes de la matriz a una temperatura intermedia. Por ultimo, una corriente de elevada intensidad calienta el tubo hasta la incandescencia y atomiza el elemento cuya concentración se determina en una atmósfera inerte. Se suelen incluir otras etapas auxiliares en el secado, la carbonización, para limpiar y enfriar el tubo entre las muestras. El vapor atómico elemental resultante absorbe la radiación monocromática de la

© FONDONORMA – Todos los derechos reservados

fuente. Un detector fotoeléctrico mide la intensidad de la radiación transmitida, que es inversamente proporcional a la cantidad de átomos elementales en el trayecto óptico en un intervalo limitado.

5.5.3 Interferencias

5.5.3.1 Las determinaciones mediante atomización electrotérmica están sometidas a significativas interferencias derivadas de la absorción molecular, de efectos químicos y de la matriz. Cuando los componentes de la matriz de la muestra se volatilizan durante la atomización puede tener lugar una absorción molecular resultando una absorción de banda ancha. Para compensar esta interferencia existen diversas técnicas de corrección de fondo que se pueden encontrar en el mercado (empleo de fuente continua, correctores de fondo de efecto Zeeman).

5.5.3.2 Para muestras que contienen concentraciones elevadas de ácido o sólidos disueltos y elementos con los que se utilizan líneas de absorción por debajo de 350 nm, se deben emplear técnicas de corrección de fondo.

5.5.3.3 Para reducir al mínimo las interferencias puede acudirse a la modificación de la matriz. Esto se logra añadiendo diversos productos químicos a la muestra. Alternativamente, se puede programar un dispositivo automático de obtención de muestras que añada modificadores de la matriz directamente a la muestra en la cámara del horno. Algunos modificadores de matriz reducen la volatilidad del elemento que se determina o aumentan su eficacia de atomización por cambio de su composición química. Esto permite emplear temperaturas de carbonización mas elevadas para volatilizar las sustancias que interfieren aumentando al mismo tiempo la sensibilidad. Otros modificadores de la matriz aumentan la volatilidad de la misma. En la tabla 3 se da una lista de modificadores de matriz.

5.5.3.4 Para muestras que contengan mezclas de disolventes o muestras con elevado contenido en sal, se debe emplear un calentamiento gradual (para evitar salpicaduras). También, aquellas muestras que contienen una mezcla compleja de componentes de la matriz requieren en ocasiones de una carbonización gradual, para que tenga lugar una descomposición térmica completa y controlada. Además, la atomización gradual puede reducir la absorción de fondo por permitir la volatilización del elemento que se determina antes que la matriz. Este método tiene especial aplicación en la determinación de elementos volátiles tales como el cadmio y el plomo.

5.5.3.5 Para compensar interferencias de la matriz se deben realizar adiciones de estándar teniendo en cuenta que la especie añadida como estándar tenga un comportamiento similar al elemento que se desea determinar.

5.5.3.6 A temperaturas elevadas de carbonización y atomización, tiene lugar una interacción química del tubo de grafito con varios elementos formando carburos refractarios. Los elementos que forman carburos son bario, molibdeno, níquel, titanio, vanadio y silicio. Esta formación de carburos se caracteriza por la aparición de picos de atomización anchos, de amortiguación prolongada y de sensibilidad reducida. La utilización de tubos con recubrimiento pirolítico para estos metales reduce el problema.

5.5.4 Sensibilidad, límites de detección y rango óptimo de concentración

La sensibilidad de la espectrometría de absorción atómica de llama es definida como la concentración del metal que produce una absorción de 1% (una absorbancia de aproximadamente 0,0044). El límite de detección del instrumento es definido como la concentración que produce una absorción equivalente a 2 veces la magnitud de la fluctuación de fondo. La sensibilidad y los límites de detección varían con el instrumento, el elemento a determinar, la complejidad de la matriz, y la técnica seleccionada. Usualmente, el rango de concentración óptimo empieza desde varias veces la concentración del límite de detección extendiéndose hasta la concentración a la cual la curva de calibración empieza a alcanzar un límite superior o aplanarse. Para alcanzar mejores resultados, se deben emplear estándares y muestras cuyas concentraciones se encuentren dentro del rango óptimo de concentración del espectrómetro. Véase la tabla 4, la cual indica los rangos de concentración medidos con una atomización convencional. En muchas ocasiones, el rango de concentración mostrado en la tabla 4 puede ser extendido hacia abajo o por una expansión de la escala o por la integración de la señal de absorción por un largo tiempo. El rango puede ser extendido hacia arriba por dilución, usando una longitud de onda menos sensible, rotando la cabeza del mechero, o utilizando un microprocesador que linealice la curva de calibración a altas concentraciones.

© FONDONORMA – Todos los derechos reservados

5.5.5 Determinación de microcantidades de aluminio, antimonio, arsénico, bario, berilio, cadmio, cromo, cobalto, cobre, hierro, plomo, manganeso, molibdeno, níquel, selenio, plata y estaño.

5.5.5.1 Aparatos y materiales

5.5.5.1.1 Espectrómetro de absorción atómica. Véase 4.1.3.1. (El instrumento debe tener capacidad de corrección de fondo).

5.5.5.1.2 Lámparas fuente. Véase 4.1.3.13.

5.5.5.1.3 Horno de grafito. Utilizar un dispositivo calentado eléctricamente con un circuito de control electrónico, diseñado para llevar el tubo de grafito a través de un programa de calentamiento que proporcione suficiente energía térmica para atomizar los elementos que interesan. Los controles de calor de un horno con sólo tres etapas de calentamiento son adecuados para agua dulce con bajo contenido en sólidos disueltos. En el caso de aguas saladas, salmueras y otras matrices complejas, se debe utilizar un controlador de horno que tenga hasta siete etapas de calentamiento programado individualmente. Instalar el horno en el compartimiento de muestras del espectrómetro en lugar de la instalación del mechero convencional. Utilizar argón como gas de purgado para reducir al mínimo la oxidación del tubo del horno y para evitar la formación de óxidos metálicos. Se deben utilizar tubos de grafito con plataformas para reducir al mínimo las interferencias y mejorar la sensibilidad.

5.5.5.1.4 Salida de lectura. Véase 4.1.3.1.2.

5.5.5.1.5 Dispensadores de muestras. Emplear pipetas (5 a 100 µl) o un muestreador automático diseñado para el instrumento específico.

5.5.5.1.6 Ventilación. Véase 4.1.3.1.5.

5.5.5.1.7 Sistema de suministro de agua de refrigeración. Emplear un dispositivo de refrigeración recirculante o con agua de grifo que fluya entre 1 y 4 l/minuto.

5.5.5.1.8 Dispositivo de filtro de membrana. Utilizar un dispositivo filtrante de vidrio y filtros de membrana de 0,45 µm. Para el análisis de trazas de aluminio, se debe emplear un dispositivo de polipropileno o de Tetrafluoro-etileno (TFE).

5.5.5.2 Reactivos

5.5.5.2.1 Agua libre de metales.

5.5.5.2.2 Ácido Clorhídrico, (HCl), 1+1 y concentrado

5.5.5.2.3 Ácido nítrico, (HNO_3), 1+1 y concentrado.

5.5.5.2.4 Modificadores de matriz. Para su preparación, seguir las siguientes instrucciones.

- Nitrato de magnesio, 10000 mg Mg/l. Disolver 10,5 g de $Mg(N0_3)_2{\cdot}6H_20$ en agua y diluir hasta 100 ml.
- Nitrato de níquel, 10000 mg Ni/l. Disolver 4,96 g de $Ni(NO_3)_2{\cdot}6H_2O$ en agua y diluir hasta 100 ml.
- Ácido fosfórico, a 10% (v/v). Disolver 10 ml de H_3P0_4 concentrado en agua y diluir hasta 100 ml.
- Nitrato de Paladio, 4000 mg Pd/l. Disolver 8,89 g de $Pd(NO_3)_2{\cdot}H_2O$ en agua y diluir a 1000 ml.
- Ácido cítrico, 4%. Disolver 40 g de ácido cítrico en agua y diluir a 1000 ml.

NOTA: Todas las soluciones modificadoras recomendadas en la tabla 3 pueden ser preparadas por dilución de las soluciones anteriores en agua. Para la preparación de otros modificadores de matriz siga las instrucciones del fabricante del equipo.

5.5.5.2.5 Soluciones patrón de metales. Véase 5.1.2.10.

5.5.5.2.6 Resina quelante. Tamaño de grano entre 0,074 y 0,149 mm (200 a 100 mesh) purificada por calentamiento a 60 °C en NaOH 10N durante 24 horas. Dejar enfriar la misma y enjuagar 10 veces con porciones alternativas de HCl 1N, agua libre de metales, NaOH 1N y agua libre de metales.

© FONDONORMA – Todos los derechos reservados

5.5.5.2.7 Agua de mar libre de metales (o salmuera). Llenar una columna de vidrio de borosilicato de 1,4 cm de diámetro interno x 20 cm de largo con resina quelante hasta 2 cm del extremo superior. eluir la resina con porciones sucesivas de 50 ml de HCl 1N, agua libre de metales, NaOH 1N y agua libre de metates a una velocidad de 5 ml/minuto para extraer las trazas de metales presentes. Descartar los primeros 10 volúmenes de lecho (300 ml) de eluato.

5.5.5.3 Procedimiento

5.5.5.3.1 Previo a la preparación de las muestras se debe enjuagar todo el material de vidrio con HNO_3 1+1 y agua. Los procedimientos de digestión se deben realizar en un área del laboratorio limpia y sin polvo para evitar la contaminación de la muestra. Para la digestión de trazas de aluminio, se deben emplear utensilios de polipropileno o Tetrafluoro-etileno para evitar que se arrastre aluminio con el material de vidrio.

5.5.5.3.2 Para la determinación de metales disueltos: Véase Norma Venezolana 2768. Adicionalmente, para aquellas muestras que requieren el análisis de arsénico y selenio se deben añadir 3 ml de peróxido de hidrógeno al 30 %/100 ml de muestra y un volumen apropiado de la solución de Nitrato de Níquel antes del análisis. Para los demás metales no se necesitan tratamientos previos, sino la adición de un modificador de matriz opcional (véase tabla 3).

5.5.5.3.3 Para la determinación de metales recuperables totales (Al, Sb, Ba, Be, Cd, Cr, Co, Cu, Fe, Pb, Mn, Mo, Ni, Ag y Sn). Traspasar cuantitativamente a un matraz volumétrico de 100 ml la muestra digerida, añadir una cantidad apropiada de modificador de matriz (Véase tabla 3) y diluir con agua a un volumen determinado.

NOTA: Sb y Sn se recuperan siempre que no se utilice HCl en la digestión. (Véase Norma Venezolana 2768).

5.5.5.3.4 Para la determinación de metales recuperables totales (As, Se). Añadir a 100 ml de muestra agitada previamente, 1 ml de HNO_3 concentrado y 2 ml de H_2O_2 al 30% a un vaso precipitado de 250 ml limpio y lavado con ácido. Calentar sobre placa de calentamiento, sin dejar que hierva la solución, hasta que el volumen se haya reducido a 50 ml aproximadamente. Retirar de la placa de calentamiento y dejar enfriar hasta temperatura ambiente. Añadir una concentración apropiada de níquel (véase tabla 3), y diluir con agua hasta un volumen de 100 ml. Preparar un blanco digerido sustituyendo la muestra por agua y realizando la digestión tal como se describió con anterioridad.

5.5.5.3.5 En cuanto al instrumento montar y alinear el dispositivo del horno siguiendo las instrucciones del fabricante. Encender el instrumento y los sistemas de recolección de data. Seleccionar la fuente luminosa apropiada y ajustar a la regulación eléctrica recomendada. Seleccionar la longitud de onda apropiada y establecer todas las condiciones de acuerdo a las instrucciones del fabricante, incluyendo la corrección de fondo.

NOTA: La corrección de fondo es importante cuando se determinan elementos a longitudes de onda cortas o cuando la muestra tiene un elevado nivel de sólidos disueltos.

5.5.5.3.6 Seleccionar un flujo apropiado de gas inerte o de protección. En algunos casos conviene interrumpir el flujo de gas inerte durante la atomización. Tal interrupción da lugar a un aumento de sensibilidad al incrementarse el tiempo de residencia del vapor atómico en el trayecto óptico. La interrupción del gas también aumenta a absorción de fondo e intensifica los efectos de interferencia.

5.5.5.3.7 Para hacer óptimas las condiciones del horno de grafito, ajustar cuidadosamente las regulaciones de la temperatura del horno para hacer máximas la sensibilidad y precisión y mínimas las interferencias. Se deben seguir las instrucciones del fabricante.

5.5.5.3.8 Se deben emplear temperaturas de secado ligeramente superiores al apartado de ebullición del disolvente, a fin de proporcionar el tiempo y la temperatura suficiente para una evaporación completa sin ebullición y salpicaduras.

5.5.5.3.9 Seleccionar la temperatura de atomización determinando la más baja temperatura que proporcione máxima sensibilidad sin detrimento de la precisión. Optimizar con una serie de determinaciones sucesivas a diversas temperaturas de atomización utilizando una solución patrón que de una absorbancia de 0,2 a 0,5.

5.5.5.3.10 La temperatura de carbonización debe ser lo suficientemente alta para maximizar la volatilización de los componentes de la matriz que interfieren, y al mismo tiempo baja para volatilizar el elemento de interés. Con las temperaturas de secado y atomización fijadas a sus valores óptimos, analizar un patrón a una serie de temperaturas de carbonización con incrementos crecientes de 50 a 100 ° C. Cuando se sobrepasa la

© FONDONORMA – Todos los derechos reservados

temperatura óptima de carbonización, se produce una caída significativa de la sensibilidad. Trazar una curva de temperatura de carbonización frente a absorbancia de la muestra y determinar la temperatura de carbonización óptima que es la temperatura más alta sin reducción de la sensibilidad. (Verificar esta optimización a mayores cambios en la matriz de la muestra).

5.5.5.3.11 Para la calibración del instrumento se deben preparar diariamente patrones diluyendo las soluciones patrón de reserva del metal. Preparar un blanco y al menos tres patrones de calibración en el intervalo apropiado de concentración (Véase tabla 4) a fin de correlacionar la concentración del elemento y la respuesta del instrumento. Es importante adaptar la matriz de las soluciones patrón a las de las muestras lo más cercano posible. En la mayoría de los casos, esto se reduce simplemente a igualar el fondo ácido de las muestras. Sin embargo, para muestras de aguas marinas o salmueras, se debe utilizar la matriz libre de metales (apartado 5.5.5.2.7) como diluyente de la solución patrón y añadir también una concentración igual de modificador de la matriz (en caso de que lo requiera el análisis de la muestra) a las soluciones patrón.

5.5.5.3.12 Inyectar una porción adecuada de cada solución patrón, en orden creciente de concentración. Se debe analizar cada solución patrón por triplicado para verificar la precisión del método.

5.5.5.3.13 Trazar una curva de calibración graficando las absorbancias medias o áreas de los picos de la solución patrón en función de la concentración en papel de gráficos lineal. Alternativamente, si el instrumento tiene la capacidad se puede emplear un instrumento electrónico de calibración.

5.5.5.3.14 Analizar todas las muestras, excepto aquellas que demuestren estar libres de interferencias de matriz (basando en recuperaciones de 85 a 115 % para adiciones conocidas) utilizando el método de adiciones de estándar. Analizar todas las muestras por duplicado o hasta obtener resultados reproducibles. Para una variación menor o igual del 10 %, es considerada una reproducibilidad aceptable. Determinar la media de los valores de las replicas.

5.5.5.3.15 Determinación directa. Inyectar una porción medida de la muestra previamente tratada en un horno de grafito. Es recomendable utilizar el mismo volumen que se emplea para preparar la curva de calibración.

5.5.5.3.16 Dejar secar, carbonizar y atomizar según el programa prefijado y repetir hasta obtener resultados reproducibles.

5.5.5.3.17 Comparar el valor medio de la absorbancia o área de pico con la curva de calibración para determinar la concentración del elemento de interés. Alternativamente, si el instrumento tiene la capacidad, leer los resultados directamente.

5.5.5.3.18 Si la absorbancia (o concentración) o área de pico de la muestra más concentrada es mayor a la absorbancia (concentración) o área de pico del patrón más concentrado, diluir y volver a analizar. Si las diluciones necesarias son muy grandes, puede ser más adecuado aplicar otra técnica (por ejemplo, AA o ICP) para esta muestra. Los factores de dilución grandes aumentan los errores pequeños en los cálculos finales. Se debe mantener un fondo ácido y una concentración de modificador de matriz constante (cuando se requiera).

5.5.5.3.19 Método de adición de estándar. El método de adición estándar solo es válido cuando se trabaja dentro de una porción lineal de la curva de calibración. Una vez que la sensibilidad del instrumento ha sido optimizada para el elemento de estudio y que se ha establecido el intervalo lineal para el elemento, proceder al análisis de la muestra.

5.5.5.3.20 Inyectar un volumen medido de muestra en el dispositivo del horno.

5.5.5.3.21 Dejar secar, carbonizar y atomizar las muestras de acuerdo al programa prefijado y repetir hasta obtener resultados reproducibles.

5.5.5.3.22 Registrar la respuesta del instrumento en absorbancia o concentración según lo apropiado.

5.5.5.3.23 Añadir una concentración conocida del elemento de interés a una porción de muestra separada de manera que no cambie significativamente el volumen de la muestra. Repetir la determinación.

5.5.5.3.24 Añadir una concentración conocida (preferiblemente el doble de la utilizada en la primera adición) a una porción separada de muestra. Mezclar bien y repetir la determinación

5.5.5.3.25 En un papel de gráfico lineal, graficar la absorbancia o respuesta del instrumento para la muestra y las adiciones en función de las concentraciones del elemento añadido, usando como cero la concentración

© FONDONORMA – Todos los derechos reservados

de la muestra. Dibujar una línea recta conectando los tres apartados y extrapolar a cero la absorbancia. El intercepto con el eje horizontal es el negativo de la concentración del elemento en la muestra.

5.5.5.4 Expresión de resultados

a) Determinación directa

$$\mu g metal/l = CxF$$

Donde:

C: Concentración de metal leída directamente en el instrumento o en la curva de calibración, en µg/l

F: Factor de dilución

b) Método de adiciones

$$\mu g metal/l = CxF$$

Donde:

C: Concentración de metal deducida por el método del gráfico de adiciones, en µg/l

F: Factor de dilución.

5.5.5.5 Informe

Véase apartado 5.1.5

5.5.5.6 Precisión

En las Tablas 5, 6 y 7 se reportan los valores típicos de la precisión y sesgo obtenibles por este método.

BIBLIOGRAFÍA

AWWA-WEF-APHA "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater". 20th, 1998.

Participaron en la primera revisión de esta Norma: Alberdi, Rosario; Farkas, María Elena; Figuera, Juan; Gómez, Eumelia; Latouche, María; Plaza, Dorania; Sánchez, Cesar; Torrealba, Hely; Zabala, Yosmary.

© FONDONORMA – Todos los derechos reservados

Tabla 1. Intervalos de concentración determinables por espectrometría de absorción atómica con atomización en llama (valores aproximados).

Elemento	Longitud de onda (mm)	Gases de llama*	Límite de detección (mg/l)	Sensibilidad, (mg/l)	Rango de concentración óptimo (mg/l)
Ag	328,1	A-Ac	0,01	0,06	0,1-4
Al	309,3	N-Ac	0,1	1	5-100
Au	242,8	A-Ac	0,01	0,25	0,5-20
Ba	553,6	N-Ac	0,03	0,4	1-20
Be	234,9	N-Ac	0,005	0,03	0,05-2
Bi	223,1	A-Ac	0,06	0,4	1-50
Ca	422,7	A-Ac	0,003	0,08	0,2-20
Cd	228,8	A-Ac	0,002	0,025	0,05-2
Co	240,7	A-Ac	0,03	0,2	0,5-10
Cr	357,9	A-Ac	0,02	0,1	0,2-10
Cs	852,1	A-Ac	0,02	0,3	0,5-15
Cu	324,7	A-Ac	0,01	0,1	0,2-10
Fe	248,3	A-Ac	0,02	0,12	0,3-10
Ir	264,0	A-Ac	0,6	8	--
K	766,5	A-Ac	0,005	0,04	0,1-2
Li	670,8	A-Ac	0,002	0,04	0,1-2
Mg	285,2	A-Ac	0,0005	0,007	0,02-2
Mn	279,5	A-Ac	0,01	0,05	0,1-10
Mo	313,3	N-Ac	0,1	0,5	1-20
Na	589,0	A-Ac	0,002	0,015	0,03-1
Ni	232,0	A-Ac	0,02	0,15	0,3-10
O_3	290,9	N-Ac.	0,08	1,0	--
Pb	283,3	A-Ac	0,05	0,5	1-20
Pt	265,9	A-Ac	0,1	2	5-75
Rh	343,5	A-Ac	0,5	0,3	--
Ru	349,9	A-Ac	0,07	0,5	--
Sb	217,6	A-Ac	0,07	0,5	1-40
Si	251,6	N-Ac	0,3	2	5-150
Sn	224,6	A-Ac	0,8	4	10-200
Sr	460,7	A-Ac	0,03	0,15	0,3-5
Ti	365,3	N-Ac	0,3	2	5-100
V	318,4	N-Ac	0,2	1,5	2-100
Zn	213,9	A-Ac	0,005	0,02	0,05-2

*A-Ac = Aire-acetileno; N-Ac = Óxido Nitroso-acetileno.

© FONDONORMA – Todos los derechos reservados

Tabla 2. Datos de precisión y exactitud para métodos de absorción atómica

Metal Determinación directa:	Concentración de metal Mg/l	Desviación normal %	Error relativo %
Cobalto	4,0	6,1	0,5
Berilo	0,46	4,6	23,0
Sodio	2,70	4,5	4,1
Estroncio	1,00	5,0	0,2
Plomo	6,00	4,7	0,2
Aluminio	4,50	4,2	8,4
Níquel	3,93	9,8	2,0
Calcio	5,00	4,2	0,4

Tabla 3. Modificadores de matrices potenciales para espectrometría de absorción atómica electrotérmica*

Modificador de matriz	Análisis para los cuales puede ser utilizado
1500 mgPd/l + 1000 mg $Mg(NO_3)_2$/l	Ag, As, Au, Bi, Cu, Ge, Mn, Hg, In, Sb, Se, Sn, Te, Tl
500-2000 mg Pd/l + agente reductor**	Ag, As, Bi, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Hg, Mn, Ni, Pb, Sb
5000 mg $Mg(NO_3)_2$/l	Be, Co, Cr, Fe, Mn, V
100-500 mg Pd/l	As, Ga, Ge, Sn
50 mg Ni/l	As, Se, Sb
2% PO_4^{-3} + 1000 mg $Mg(NO_3)_2$/l	Cd, Pb

* Asumiendo 10 µl de modificador por cada 10 µl de muestra.

** Preferiblemente ácido cítrico (1 -2 %); aceptable ácido ascórbico o H_2.

© FONDONORMA – Todos los derechos reservados

Tabla 4. Niveles de detección y rangos de concentración para espectrometría de absorción atómica de atomización electrotérmica.

Elemento	Longitud de onda *nm*	Límite de detección estimado *µg/l*	Rango de Concentración Optimo µg/l
Al	309,3	3	20-200
Sb	217,6	3	20-300
As*	193,7	1	5-100
Ba*	553,6	2	10-200
Be	234,9	0,2	1-30
Cd	228,8	0,1	0,5-10
Cr	357,9	2	5-100
Co	240,7	1	5-100
Cu	324,7	1	5-100
Fe	248,3	1	5-100
Pb*	283,3	1	5-100
Mn	279,5	0,2	1-30
Mo*	313,3	1	3-60
Ni *	232,0	1	5-100
Se*	196,0	2	5-100
Ag	328,1	0,2	1-25
Sn	224,6	5	20-300

* Se recomienda la longitud de onda 217,0 nm más sensible para instrumentos con capacidad de corrección de fondo

© FONDONORMA – Todos los derechos reservados

Tabla 5. Datos de precisión interlaboratorios de un único analista para métodos de atomización electrotérmica

		Precisión de un único analista *% DER*					
Elemento	Concentración µg/l	Agua Pura de lab.	Agua potable	Agua superficial	Efluente 1	Efluente 2	Efluente 3
Al	28	66	108	70	-	-	66
	125	27	35	24	-	-	34
	11000	11	-	-	22	-	-
	58300	27	-	-	19	-	-
	460	9	-	-	-	30	-
	2180	28	-	-	-	4	-
	10,5	20	13	13	13	56	18
	230	10	18	13	21	94	14
As	9,78	40	25	15	74	23	11
	227	10	6	8	11	15	6
Ba	56,5	36	21	29	59	23	27
	418	14	12	20	24	24	18
Be	0,45	18	27	15	30	2	11
	10,9	14	4	9	7	12	12
Cd	0,43	72	49	1	121	35	27
	12	11	17	22	14	11	15
Cr	9,87	24	33	10	23	15	10
	236	16	7	11	13	16	7
Co	29,7	10	17	10	19	24	12
	420	8	11	13	14	9	5
Cu	10,1	49	47	17	17	-	30
	234	8	15	6	21	-	11
	300	6	-	-	-	11	-
	1670	11	-	-	-	6	-
Fe	26,1	144	52	153	-	-	124
	455	48	37	45	-	-	31
	1030	17	-	-	30	-	-
	5590	6	-	-	32	-	-
	370	14	-	-	-	19	-
	2610	9	-	-	-	18	-
Pb	10,4	6	19	17	21	19	33
	243	17	7	17	18	12	16
Mn	0,44	187	180	-	-	-	275
	14,8	32	19	-	-	-	18
	91	15	-	-	48	-	-
	484	4	-	-	12	-	-
	111	12	-	-	-	21	-
	666	6	-	-	-	20	-
Ni	26,2	20	26	25	24	18	9
	461	15	11	9	8	11	4
Se	10	12	27	16	35	41	13
	235	6	6	15	6	13	14
Ag	8,48	10	-	-	15	27	16
	56,5	14	-	-	7	16	23
	0,45	27	166	48	-	-	-
	13,6	15	4	10	-	-	-

© FONDONORMA – Todos los derechos reservados

Tabla 6. Datos de precisión global interlaboratorios para métodos de atomización electrotérmica

Elemento	Concentración µg/l	Precisión global % *DER*					
		Agua Pura de lab.	Agua potable	Agua superficial	Efluente 1	Efluente 2	Efluente 3
Al	28	99	114	124	-	-	131
	125	45	47	49	-	-	40
	11000	19	-	-	43	-	-
	58300	31	-	-	32	-	-
	460	20	-	-	-	47	-
	2180	30	-	-	-	15	-
	10,5	37	19	22	50	103	39
	230	26	16	16	17	180	21
As	9,78	43	26	37	72	50	39
	227	18	12	13	20	15	14
Ba	56,5	68	38	43	116	43	65
	418	35	35	28	38	48	16
Be	0,45	28	31	15	67	50	35
	10,9	33	15	26	20	9	19
Cd	0,43	73	60	5	88	43	65
	12	19	25	41	26	20	27
Cr	9,87	30	53	24	60	41	23
	236	18	14	24	20	14	20
Co	29,7	13	26	17	18	21	17
	420	21	21	17	18	13	13
Cu	10,1	58	82	31	32	-	74
	234	12	33	19	21	-	26
	300	13	-	-	-	14	-
	1670	12	-	-	-	13	-
Fe	26,1	115	93	306	-	-	204
	455	53	46	53	-	-	44
	1030	32	-	-	25	-	-
	5590	10	-	-	43	-	-
	370	28	-	-	-	22	-
	2610	13	-	-	-	22	-
Pb	10,4	27	42	31	23	28	47
	243	18	19	17	19	19	25
Mn	0,44	299	272	-	-	-	248
	14,8	52	41	-	-	-	29
	91	16	-	-	45	-	-
	484	5	-	-	17	-	-
	111	15	-	-	-	17	-
	666	8	-	-	-	24	-
Ni	26,2	35	30	49	35	37	43
	461	23	22	15	12	21	17
Se	10	17	48	32	30	44	51
	235	16	6	18	17	22	34
Ag	8,48	23	-	-	16	35	34
	56,5	15	-	-	24	32	28
	0,45	57	90	368	-	-	-
	13,6	19	19	59	-	-	-

© FONDONORMA – Todos los derechos reservados

Tabla 7. Datos de errores relativos interlaboratorios para métodos de atomización electrotérmica

Elemento	Concentración µg/l	Error relativo %					
		Agua Pura de lab.	Agua potable	Agua superficial	Efluente 1	Efluente 2	Efluente 3
Al	28	86	150	54	-	-	126
	125	4	41	39	-	-	30
	11000	2	-	-	14	-	-
	58300	12	-	-	7	-	-
	460	2	-	-	-	11	-
	2180	11	-	-	-	9	-
	10,5	30	32	28	24	28	36
	230	35	14	19	13	73	39
As	9,78	36	1	22	106	13	16
	227	3	7	10	19	6	13
Ba	56,5	132	54	44	116	59	40
	418	4	0	0	13	6	60
Be	0,45	40	16	11	16	10	15
	10,9	13	2	9	7	8	8
Cd	0,43	58	45	37	66	16	19
	12	4	6	5	22	18	3
Cr	9,87	10	9	4	2	5	15
	236	11	0	9	13	5	8
Co	29,7	7	7	1	6	3	13
	420	12	8	8	11	5	18
Cu	10,1	16	48	2	5	-	15
	234	8	7	0	4	-	19
	300	4	-	-	-	21	-
	1670	6	-	-	-	2	-
Fe	26,1	85	60	379	-	-	158
	455	43	22	31	-	-	18
	1030	8	-	-	8	-	-
	5590	2	-	-	12	-	-
	370	4	-	-	-	11	-
	2610	35	-	-	-	2	-
Pb	10,4	16	10	17	1	34	14
	243	5	15	8	18	15	29
Mn	0,44	332	304	-	-	-	556
	14,8	10	1	-	-	-	36
	91	31	-	-	10	-	-
	484	42	-	-	4	-	-
	111	1	-	-	-	29	-
	666	6	-	-	-	23	-
Ni	26,2	9	16	10	7	33	54
	461	15	19	18	31	16	18
Se	10	12	9	6	36	17	37
	235	7	7	0	13	10	17
Ag	8,48	12	-	-	1	51	20
	56,5	16	-	-	8	51	22
	0,45	34	162	534	-	-	-
	13,6	3	12	5	-	-	-

© FONDONORMA – Todos los derechos reservados

FONDONORMA
2769:2005

CATEGORÍA
D

FONDONORMA
Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Pisos 11 y 12
Telf. 575.41.11 Fax: 574.13.12
CARACAS

BIBLIOTECA NACIONAL
PUBLICACIONES OFICIALES
CARACAS - VENEZUELA

publicación de: FONDONORMA

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS
Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.

Depósito Legal: lf5552006553231

I.C.S: 13.060