

Gustavo JIMÉNEZ¹, Andrea RAMÍREZ², Daniel SÁENZ³, Rogelio RODRÍGUEZ³, Luz LEAL³

¹Departamento de Química, Bioquímica y Ambiental, Instituto Tecnológico de Villahermosa, Tabasco

²Facultad de Ingeniería, Universidad Pontificia Bolivariana, Bucaramanga

³Departamento de Medio Ambiente y Energía, Centro de Investigación en Materiales Avanzados, Chihuahua

Introducción

El plomo y el mercurio son metales tóxicos que pueden estar presentes en muestras ambientales a muy bajas concentraciones, por lo que se requiere de técnicas analíticas sensibles, para poder establecer controles de vigilancia ambiental y tomar medidas preventivas.

Se construyó un sistema semi-automatizado con las técnicas de análisis por inyección en flujo multijeringa (MSFIA) y Lab-On-Valve (LOV). Se implementó una extracción en fase sólida (SPE) utilizando la resina Pb-Resin, lo que permitió la extracción y pre-concentración de Pb en muestras de agua. El Hg se analizó en dichas muestras utilizando un sistema de análisis por inyección en flujo (FIA). Ambos sistemas de pre-tratamiento de muestras se acoplaron a un espectrómetro de fluorescencia atómica con generación de hidruros (HG-AFS). La técnica AFS es muy sensible y permite la posibilidad de cuantificar concentraciones a niveles traza. La determinación de Pb y Hg en diferentes muestras de agua con las técnicas LOV-MSFIA-HGAFS y FIA-HGAFS, respectivamente, se realizó por el método de adición de un estándar de concentración conocida, evaluando las recuperaciones obtenidas.

Metodología

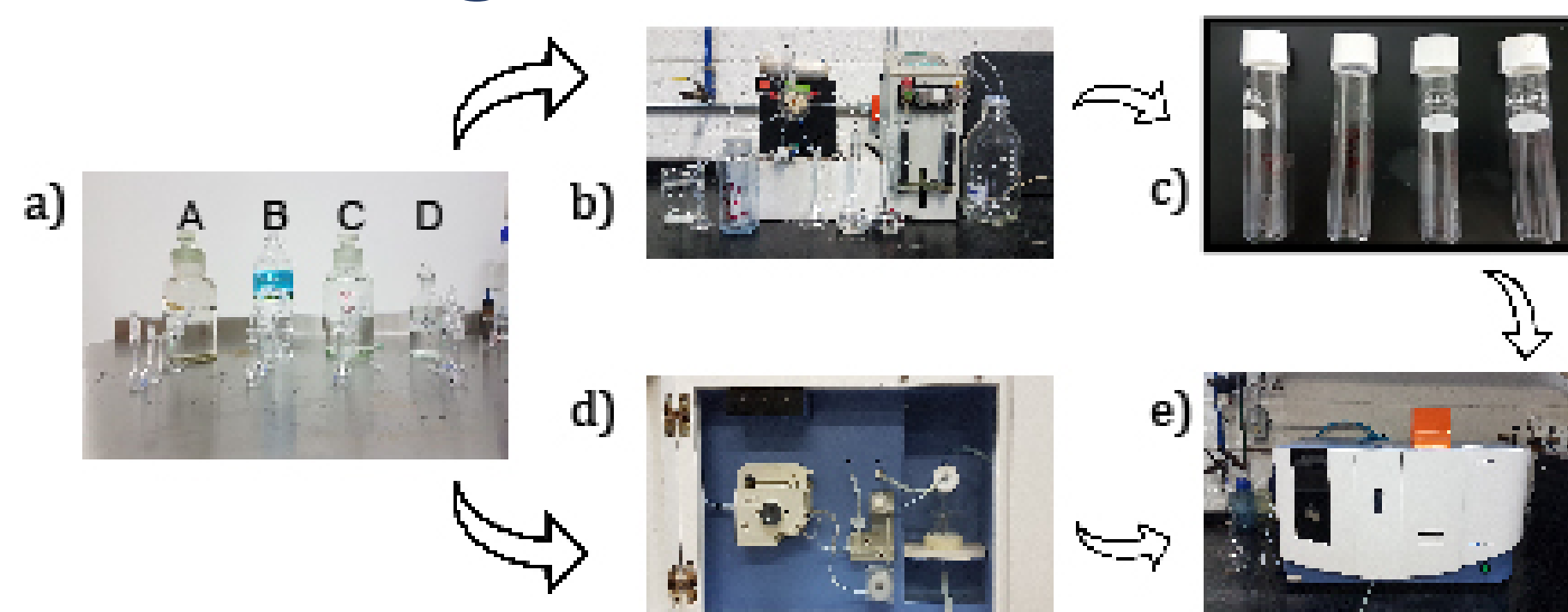


Figura 1. Procedimiento analítico para la determinación de Pb y Hg. a) Preparación de muestras de agua: (A) Garrafón; (B) Embotellada; (C) Pozo; (D) Grifo; Fortificación: Pb (50 ppb) y Hg (5 ppb). b) Imagen del sistema LOV-MSFIA para extracción y pre-concentración de Pb. c) Eluyentes. d) Imagen de sistema FIA-HGAFS. e) Detector HG-AFS para la determinación de Pb y Hg.

Resultados

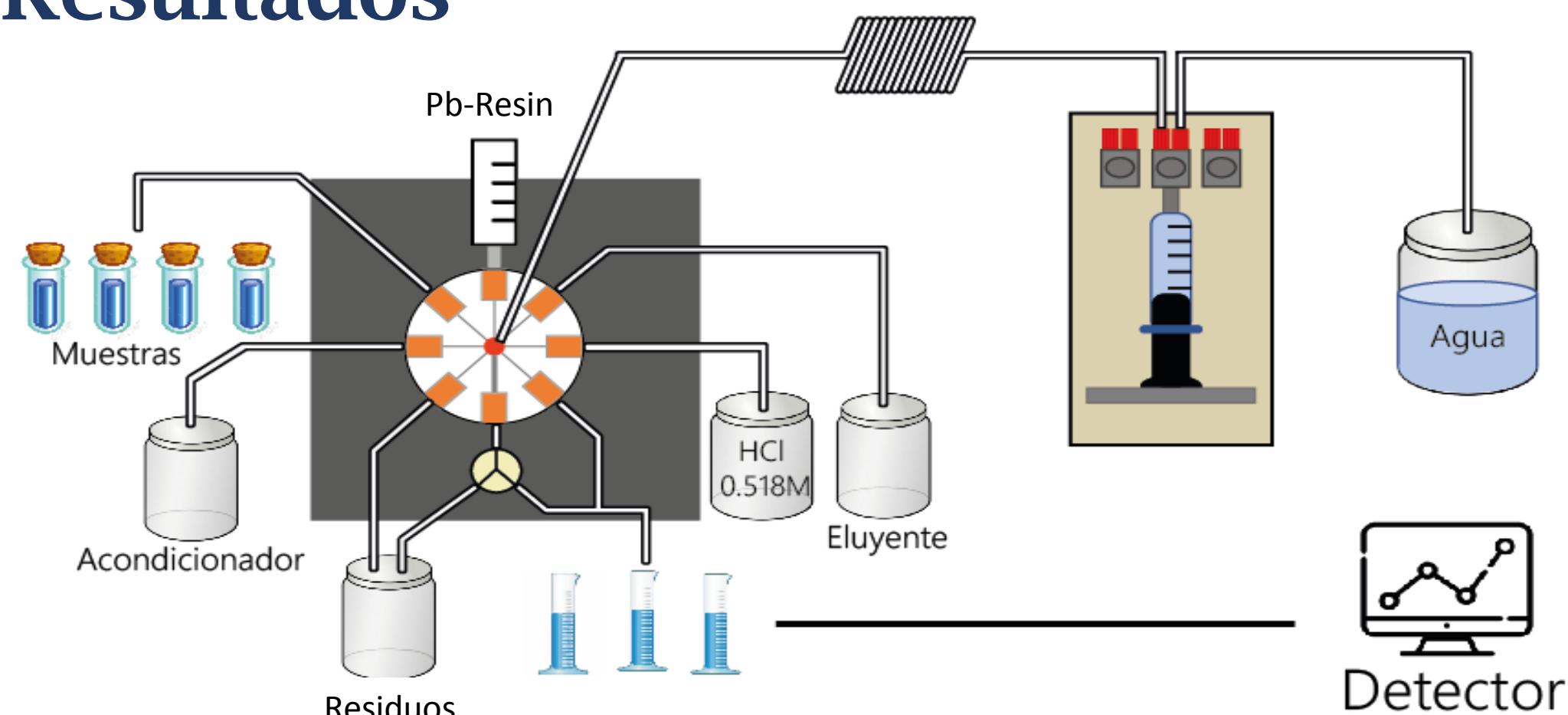


Figura 2. Sistema LOV-MSFIA desarrollado para la extracción y preconcentración de Pb.

Tabla 1. Análisis de Pb por FIA-HGAFS.*

Muestra	Pb Añadido ($\mu\text{g L}^{-1}$)	Pb encontrado ($\mu\text{g L}^{-1}$)	Pb Recuperación (%)
Garrafón	0	0.69 \pm 0.14	56.24
	50	28.81 \pm 1.87	
Embotellada	0	0 \pm 0	35.96
	50	17.98 \pm 2.09	
Pozo	0	5.92 \pm 0.34	30.26
	50	21.05 \pm 0.34	
Grifo	0	7.4 \pm 0.44	35.26
	50	25.03 \pm 0.01	

Tabla 2. Análisis de Pb por LOV-MSFIA-HGAFS

Muestra	Pb añadido ($\mu\text{g L}^{-1}$)	Pb encontrado ($\mu\text{g L}^{-1}$)	Pb Recuperación (%)
Garrafón	0	5.66 \pm 0.08	42.14
	50	26.73 \pm 2.12	
Embotellada	0	5.34 \pm 0.41	22.26
	50	16.47 \pm 0.44	
Pozo	0	8.38 \pm 0.41	37.22
	50	26.99 \pm 0.59	
Grifo	0	7.97 \pm 0.1	42.4
	50	29.17 \pm 2.69	

Tabla 3. Análisis de Hg por FIA-HGAFS

Muestra	Hg añadido ($\mu\text{g L}^{-1}$)	Hg encontrado ($\mu\text{g L}^{-1}$)	Hg Recuperación (%)
Garrafón	0	0.24 \pm 0.01	97.8
	5	5.13 \pm 0.18	
Embotellada	0	0.18 \pm 0.07	126.2
	5	6.49 \pm 0.06	
Pozo	0	2.57 \pm 0.16	82.8
	5	6.71 \pm 0.059	
Grifo	0	0.82 \pm 0.09	88.8
	5	5.26 \pm 0.09	

Tabla 4. Parámetros de operación del detector AFS

Parámetros	Plomo	Mercurio
Temperatura de atomización ($^{\circ}\text{C}$)	2000	Ambiente
Flujo de argón (mL/min)	300	500
Volumen de muestra (mL)	2	1
Longitud de onda (nm)	283.31	253.65
Generación de hidruro (Pb)-Vapor frío (Hg)	Pb	Hg
KBH_4 % (m/v)	1.5	0.02
HCl % (v/v)	1	3
$\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ % (m/v)	1.5	N/A

Discusión

El análisis de Hg por FIA-HGAFS presentó recuperaciones aceptables en todos los casos. Sin embargo, en el caso del Pb las recuperaciones obtenidas no fueron satisfactorias en ninguno de los 2 sistemas utilizados. Una probable causa es la presencia de iones interferentes en las muestras analizadas (Efectos de matriz). Por lo anterior, se recomienda optimizar el sistema LOV, estudiando cada variable que influye en la señal analítica, y realizar un estudio de interferencias del sistema HG-AFS.

Conclusiones

Las técnicas MSFIA-LOV y FIA, utilizadas como sistemas de introducción y pre-tratamiento de muestras, presentan ventajas tales como la automatización, mayor precisión y reproducibilidad, la reducción del consumo de reactivos, y por ende, disminución de costos por análisis y menor generación de residuos. La implementación de una extracción en fase sólida (SPE) en el LOV permite la renovación automática de la resina para la extracción de Pb. El acoplamiento con HG-AFS proporciona sensibilidad a los sistemas analíticos desarrollados.