



Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales

Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia

SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA – GRUPO PROGRAMA DE FÍSICOQUÍMICA AMBIENTAL

Código: TP0096

Fecha: 23/07/2004

Versión: 02

Página: 1 de 16

Metales en agua por Absorción Atómica (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)

TÍTULO: DETERMINACIÓN DE METALES PESADOS TOTALES CON DIGESTIÓN ACIDA Y SOLUBLES LECTURA DIRECTA POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

CÓDIGO: TP0096

VERSIÓN: 02

FECHA ÚLTIMA REVISIÓN:

COPIA N°: _____

ELABORADO POR:

MARÍA STELLA GAITAN
INGENIERA DE ALIMENTOS

REVISADO POR:

CARLOS HERNÁN RODRÍGUEZ
TÉCNICO QUÍMICO

APROBADO POR:

MARTA ELENA DUQUE S.
COORDINADOR PFQA

- Este documento debe ser revisado por lo menos cada **dos** años.



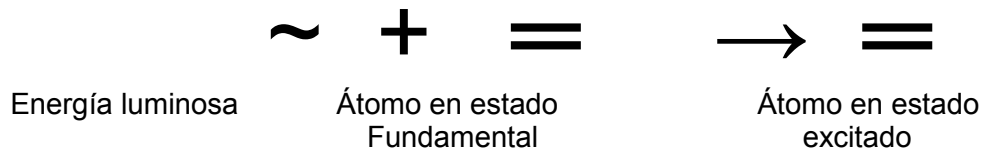
DETERMINACIÓN DE METALES PESADOS TOTALES CON DIGESTIÓN ÁCIDA Y SOLUBLES POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

1. Introducción

El término de metal pesado se refiere a cualquier elemento químico metálico que tenga una relativa alta densidad y sea tóxico o venenoso en concentraciones bajas. Los ejemplos de metales pesados incluyen el mercurio (Hg), cadmio (Cd) el arsénico (As), el cromo (Cr), el talio (Tl), y el plomo (Pb). Los metales pesados son componentes naturales de la corteza terrestre. No pueden ser degradados o destruidos. La actividad industrial y minera arroja al ambiente metales tóxicos como plomo, mercurio, cadmio, arsénico y cromo, muy dañinos para la salud humana y para la mayoría de formas de vida. Los metales originados en las fuentes de emisión generadas por el hombre (antropogénicas), la combustión de nafta con plomo entre otras, se liberan a la atmósfera como material particulado que respiramos. Por otro lado, las aguas residuales no tratadas, provenientes de minas y fábricas, se vierten a los ríos sin ningún tratamiento o se filtran a través del suelo contaminando las aguas subterráneas. Cuando se abandonan metales tóxicos en el ambiente, contaminan el suelo y se acumulan en las plantas y los tejidos orgánicos.

La peligrosidad de los metales pesados es mayor al no ser química ni biológicamente degradables además y algunos de ellos con efectos de bioacumulación. Una vez emitidos, pueden permanecer en el ambiente durante cientos de años. Además, su concentración en los seres vivos aumenta a medida que son ingeridos por otros (biomagnificación), por lo que la ingesta de plantas o animales contaminados puede provocar síntomas de intoxicación. De hecho, la toxicidad de estos metales ha quedado documentada a lo largo de la historia: los médicos griegos y romanos ya diagnosticaban síntomas de envenenamientos agudos por plomo mucho antes de que la toxicología se convirtiera en ciencia.

El análisis de absorción atómica se basa en que cada elemento tiene un número de electrones asociado con su núcleo. El estado normal y más estable de la configuración orbital de un átomo es conocido como el estado fundamental. Si se aplica energía a un átomo, la energía será absorbida y un electrón será promovido a un estado menos estable conocido como estado excitado. Desde este estado inestable el átomo volverá a su estado fundamental, liberando energía luminosa.



En el estado fundamental un átomo absorbe energía luminosa a una longitud de onda específica para pasar al estado excitado. Si el número de átomos en el paso de luz se



incrementa, la cantidad de luz absorbida también se incrementa. Por la medición de la cantidad de luz absorbida, se puede hacer una determinación cuantitativa de la cantidad de analito. El uso de fuentes de luz especiales y una cuidadosa selección de las longitudes de onda permiten determinar elementos específicos.

La función de la llama consiste en convertir el aerosol de la muestra en un vapor atómico el cual luego puede absorber la luz de la fuente primaria (lámpara de cátodo hueco o lámpara de descarga de electrones).

El análisis de metales pesados en el laboratorio del IDEAM se lleva a cabo bien sea en la muestra filtrada para determinar los metales solubles, o en la muestra sin filtrar sometida a digestión ácida para determinar los metales totales, todos ellos por espectrofotometría de absorción atómica. Por este método se determinan, Cadmio, Cromo, Cobre, Plomo, Níquel y Zinc. Este método se aplica para analizar muestras de agua superficial y residual.

La digestión ácida se lleva a cabo con ácido nítrico y peróxido de hidrógeno para lograr la oxidación completa y reducir las interferencias causadas por la materia orgánica, con base en la recomendaciones del Standard Methods 19ed. 1995, aplicando el método de digestión nítrico peróxido y empleando un espectrofotómetro de absorción atómica Perkin Elmer modelo 2380.

A continuación se presentan los intervalos de lectura en el Laboratorio del IDEAM:

METALES PESADOS SOLUBLES - LECTURA DIRECTA									
Metal	λ , nm	Límite de detección mg/L	Rango óptimo mg/L	Coefficiente de correlación	Sensibilidad mg/L	Desviación estándar	CV %	Estándar de chequeo	Estándares de calibración
Cadmio	228,8	0.03	0,03-2,0	0.9987	0.081	0.004	15.5	1.5	0.5, 1, 1.5
Cobre	324,8	0.07	0,07-5,0	1.0000	0.20	0.003	5.2	4.0	0.5, 1, 4
Cromo	357,9	0.09	0,09-5,0	0.9993	0.034	0.006	8.2	4.0	1, 2, 4
Níquel	232,0	0.12	0,12-10,0	0.9994	0.16	0.01	13.8	7.0	1, 5, 7
Plomo	217,0	0.27	0.27-15,0	0.9999	0.088	0.03	15.0	9.0	1, 5, 9
Zinc	213,9	0.03	0.03-1,0	0.9999	0.019	0.002	8.8	1.0	0.25, 0.5, 1

METALES PESADOS TOTALES CON DIGESTION									
Metal	λ , nm	Límite de detección mg/L	Rango óptimo mg/L	Coefficiente de correlación	Sensibilidad mg/L	Desviación estándar	CV %	Estándar de chequeo	Estándares de calibración
Cadmio	228,8	0.03	0,03-2,0	0.9987	0.081	0.003	14.3	1.5	0.5, 1, 1.5
Cobre	324,8	0.09	0,09-5,0	1.0000	0.20	0.01	14.2	4.0	0.5, 1, 4
Cromo	357,9	0.09	0,09-5,0	0.9993	0.034	0.00	0.0	4.0	1, 2, 4
Níquel	232,0	0.18	0,18-,10,0	0.9994	0.16	0.01	8.5	7.0	1, 5, 7
Plomo	217,0	0.43	0.43-15,0	0.9999	0.088	0.02	4.5	9.0	1, 5, 9
Zinc	213,9	0.06	0.06-1,0	0.9999	0.019	0.003	6.4	1.0	0.25, 0.5, 1

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia			
	SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA – GRUPO PROGRAMA DE FISICOQUÍMICA AMBIENTAL			
	Código: TP0096	Fecha: 23/07/2004	Versión: 02	Página: 4 de 16
Metales en agua por Absorción Atómica (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)				

2. Definiciones:

mg /L = miligramos por litro.

µg/L = microgramos por litro

µm = micras

nm = nanómetro

LDM = Límite de Detección del Método

S = Desviación estándar

LSA = Límite superior de alarma

LSC = Límite superior de control

LIA = Límite inferior de alarma

LIC = Límite inferior de control

3. Aspectos de Salud y Seguridad Laboral:

Revise antes de iniciar la práctica el Manual de Higiene Seguridad AM 0165 y las Hojas de Seguridad números: 33, 203, 126, 127, que reposan en los AZ 1 y 2 TC 0180, en el mueble de la entrada en el Área de recepción de muestras. Estas hojas de seguridad también puede encontrarlas, en el PSO en el puesto de trabajo.

Ejecute de manera obligatoria el desarrollo de todo el análisis con los siguientes implementos de seguridad: bata, guantes, respirador para ácidos, gafas protectoras.

Realice la adición de los ácidos y la digestión de las muestras en la cabina extractora de vapores inorgánicos.

El acetileno representa un riesgo de explosión en el laboratorio. No debe entrar en contacto con tuberías de cobre, plata o mercurio ya que estos metales forman acetiluros inestables. Tenga en cuenta que el acetileno es un gas asfixiante simple, el cual está disuelto en acetona y por consiguiente **no se deben utilizar cilindros que tengan presiones inferiores a 90 psig** los cuales se consideran vacíos. La presión recomendada de salida del cilindro o de la línea debe ser de 10 psig, siendo una presión esencial para la operación correcta. El acetileno puede descomponerse espontáneamente si la presión excede de 15 psig fuera del cilindro. En el momento de su instalación verifique que no haya escapes o fugas de gas.

4. Limitaciones e Interferencias:

En la espectrofotometría de absorción atómica se pueden presentar interacciones debidas a la llama, de ionización (si la llama no es lo suficientemente caliente para disociar las

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia			
	SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA – GRUPO PROGRAMA DE FISICOQUÍMICA AMBIENTAL			
	Código: TP0096	Fecha: 23/07/2004	Versión: 02	Página: 5 de 16
Metales en agua por Absorción Atómica (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)				

moléculas), debidas a la matriz, espectrales y químicas (disociación incompleta y formación de compuestos refractarios). Las siguientes son las interferencias que se pueden presentar en el análisis de los respectivos metales:

- Cadmio: Altas concentraciones de silicato y bastante materia orgánica.
- Cromo: Se debe oxidar el cromo(III) a cromo(VI); la absorbancia del cromo disminuye por la presencia de hierro y níquel pero ésta interferencia puede disminuir utilizando llama delgada.
- Níquel: Altas concentraciones de hierro o cromo pueden incrementar la señal del níquel. Interfiere también altos contenidos de materia orgánica. Contenidos de cromo(VI), manganeso, cobalto, níquel, cobre, zinc, plata, cadmio y plomo superiores a 5 mg/L y de hierro superior a 1 mg/L interfieren.
- Plomo: Interfieren altos contenidos de materia orgánica. Contenidos de cromo(VI), manganeso, cobalto, níquel, cobre, zinc, plata y cadmio superiores a 5 mg/L y de hierro superior a 1 mg/L puede interferir la señal del plomo.
- Cobre : Interfieren contenidos de cromo(VI), manganeso, cobalto, níquel, cobre, zinc, cadmio, plomo superiores a 5 mg/L y de hierro superior a 1 mg/L, igualmente altos contenidos de materia orgánica.
- Zinc: un fuerte contenido de silicio puede dar interferencias.
- Una solución de lantano de 5 mg/L preparada por disolución de óxido de lantano en ácido clorhídrico diluido permite eliminar las interferencias debidas a sílice, fósforo, aluminio y hierro.
- En la determinación de metales solubles los sólidos suspendidos se deben eliminar por filtración.
- Se debe evitar la contaminación por metales de los recipientes, tapas, agua destilada, o de filtros de membrana, usando recipientes plásticos, tratados con ácido nítrico. El plomo es un contaminante presente en el aire y el polvo urbanos, mantener las muestras tapadas.
- Se debe evitar la contaminación con compuestos volátiles, polvo, hollín, y aerosoles.

5. Resultados de la validación del método:

**Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales**

Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia

SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA – GRUPO PROGRAMA DE FISICOQUÍMICA AMBIENTAL

Código: TP0096

Fecha: 23/07/2004

Versión: 02

Página: 6 de 16

Metales en agua por Absorción Atómica (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)**Cadmio Total**

NOMBRE DEL METODO: Metales en agua por Absorción Atómica (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)			
CÓDIGO DEL PSO: TP0096			
FECHA DEL INFORME DE ESTANDARIZACIÓN: 31/03/06			
PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACION
LÍMITE DE DETECCIÓN	0.03	mg/L	Corresponde al límite de cuantificación.
PRECISION EN TÉRMINOS DE %CV	10.4	mg/L	Nivel de Concentración 0.10
	2.3	mg/L	Nivel de Concentración 1.50
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	1.0	mg/L	Nivel de Concentración 0.631
RANGO DE TRABAJO (Lectura Directa)	0.03 - 1.5	mg/L	Sin dilución de la muestra
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL METODO	0.03 - 150	mg/L	Con la mayor dilución posible o aceptable
RECUPERACION EXPRESADO COMO %	94.3	mg/L	Nivel de Concentración 0.10
	98.2	mg/L	Nivel de Concentración 1.00

Cromo total

NOMBRE DEL METODO: Metales en agua por Absorción Atómica (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)			
CÓDIGO DEL PSO: TP0096			
FECHA DEL INFORME DE ESTANDARIZACIÓN: 31/03/06			
PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACION
LÍMITE DE DETECCIÓN	0.09	mg/L	Corresponde al límite de cuantificación.
PRECISION EN TÉRMINOS DE %CV	7.9	mg/L	Nivel de Concentración 0.25
	4.1	mg/L	Nivel de Concentración 4.00
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	-1.9	mg/L	Nivel de Concentración 0.316
RANGO DE TRABAJO (Lectura Directa)	0.09 - 4.00	mg/L	Sin dilución de la muestra
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL METODO	0.09 - 400	mg/L	Con la mayor dilución posible o aceptable
RECUPERACION EXPRESADO COMO %	97.4	mg/L	Nivel de Concentración 0.25
	106.8	mg/L	Nivel de Concentración 2.50

**Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales**

Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia

SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA – GRUPO PROGRAMA DE FISICOQUÍMICA AMBIENTAL

Código: TP0096

Fecha: 23/07/2004

Versión: 02

Página: 7 de 16

Metales en agua por Absorción Atómica (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)**Cobre total**

NOMBRE DEL METODO: Metales en agua por Absorción Atómica (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)			
CÓDIGO DEL PSO: TP0096			
FECHA DEL INFORME DE ESTANDARIZACIÓN: 31/03/06			
PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACION
LIMITE DE DETECCION	0.09	mg/L	Corresponde al límite de cuantificación.
PRECISION EN TÉRMINOS DE %CV	8.9	mg/L	Nivel de Concentración 0.25
	2.2	mg/L	Nivel de Concentración 4.00
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	3.0	mg/L	Nivel de Concentración 0.42
RANGO DE TRABAJO (Lectura Directa)	0.09 - 4.00	mg/L	Sin dilución de la muestra
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL METODO	0.09 - 400	mg/L	Con la mayor dilución posible o aceptable
RECUPERACION EXPRESADO COMO %	99.4	mg/L	Nivel de Concentración 0.25
	100	mg/L	Nivel de Concentración 2.50

Níquel total

NOMBRE DEL METODO: Metales en agua por Absorción Atómica (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)			
CÓDIGO DEL PSO: TP0096			
FECHA DEL INFORME DE ESTANDARIZACIÓN: 31/03/06			
PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACION
LIMITE DE DETECCION	0.18	mg/L	Corresponde al límite de cuantificación.
PRECISION EN TÉRMINOS DE %CV	6.4	mg/L	Nivel de Concentración 0.50
	1.9	mg/L	Nivel de Concentración 7.00
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	-2.8	mg/L	Nivel de Concentración 1.43
RANGO DE TRABAJO (Lectura Directa)	0.18 - 7.00	mg/L	Sin dilución de la muestra
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL METODO	0.18 - 700	mg/L	Con la mayor dilución posible o aceptable
RECUPERACION EXPRESADO COMO %	94.9	mg/L	Nivel de Concentración 0.50
	95.8	mg/L	Nivel de Concentración 5.00

**Plomo total**

NOMBRE DEL METODO: Metales en agua por Absorción Atómica (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)			
CÓDIGO DEL PSO: TP0096			
FECHA DEL INFORME DE ESTANDARIZACIÓN: 31/03/06			
PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACION
LIMITE DE DETECCION	0.43	mg/L	Corresponde al límite de cuantificación.
PRECISION EN TÉRMINOS DE %CV	3.5	mg/L	Nivel de Concentración 1.00
	2.0	mg/L	Nivel de Concentración 9.00
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	0.6	mg/L	Nivel de Concentración 2.26
RANGO DE TRABAJO (Lectura Directa)	0.43 - 9.00	mg/L	Sin dilución de la muestra
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL METODO	0.43 - 900	mg/L	Con la mayor dilución posible o aceptable
RECUPERACION EXPRESADO COMO %	96.5	mg/L	Nivel de Concentración 1.00
	100.6	mg/L	Nivel de Concentración 5.00

Zinc total

NOMBRE DEL METODO: Metales en agua por Absorción Atómica (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)			
CÓDIGO DEL PSO: TP0096			
FECHA DEL INFORME DE ESTANDARIZACIÓN: 31/03/06			
PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACION
LIMITE DE DETECCION	0.06	mg/L	Corresponde al límite de cuantificación.
PRECISION EN TÉRMINOS DE %CV	4.7	mg/L	Nivel de Concentración 0.10
	2.8	mg/L	Nivel de Concentración 1.00
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	-2.1	mg/L	Nivel de Concentración 1.8
RANGO DE TRABAJO (Lectura Directa)	0.06 - 1.00	mg/L	Sin dilución de la muestra
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL METODO	0.06 - 100	mg/L	Con la mayor dilución posible o aceptable.
RECUPERACION EXPRESADO COMO %	92.9	mg/L	Nivel de Concentración 0.10
	99.1	mg/L	Nivel de Concentración 0.50

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia			
	SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA – GRUPO PROGRAMA DE FISICOQUÍMICA AMBIENTAL			
	Código: TP0096	Fecha: 23/07/2004	Versión: 02	Página: 9 de 16
Metales en agua por Absorción Atómica (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)				

6. Toma y preservación de la muestra:

Colecte las muestras en envases de plástico ó vidrio previamente enjuagados con ácido nítrico, de acuerdo al procedimiento para lavado de material TP0125. Para el análisis de metales solubles filtre inmediatamente la muestra con filtro de acetato de celulosa de diámetro de poro 0.45 μm y adicione ácido nítrico hasta $\text{pH} < 2$. Para el análisis de metales totales no se debe filtrar la muestra, simplemente se adiciona el ácido nítrico hasta $\text{pH} < 2$, lo anterior de acuerdo con los instructivos TI0187 Instructivo de Muestreo de Agua Residual, TI0347 Instructivo de Muestreo Agua Superficial Contaminada y TI0207 Instructivo muestras análisis fisicoquímicos aguas Superficiales. Las muestras así preservadas tienen un tiempo máximo de almacenamiento de 6 meses.

7. Aparatos, reactivos y materiales:

7.1 Aparatos

- ✓ Espectrofotómetro de Absorción Atómica PELKIN-ELEMER 2380
- ✓ Lámparas de cátodo hueco (LCH) o de descarga sin electrodo (LDE) PERKIN - ELMER; para Cd, Pb, Ni, Cr, Cu, Zn.
- ✓ Válvulas reductoras de presión, una para cada uno de los tanques de combustible acetileno y oxidante aire
- ✓ Compresor de aire que suministra mínimo 30 litros por minuto a una presión mínima de 40 psig.
- ✓ Ventilación: un extractor entre 15 y 30 cm por encima del quemador para remover los humos y vapores de la llama. Esta precaución protege al personal de laboratorio de los vapores tóxicos, protege el instrumento de los vapores corrosivos, y protege la estabilidad de la llama.
- ✓ Plancha de calentamiento Schott Ceran ó Thermolyne Cimarec2
- ✓ Cabina extractora para vapores inorgánicos.

7.2 Reactivos

- ✓ Aire, limpio y seco.
- ✓ Acetileno, grado absorción atómica
- ✓ Agua desionizada
- ✓ Acido nítrico, HNO_3 ; al 65% grado ultrapuro.
- ✓ Agua acidulada. Disuelva 1,5 mL de ácido nítrico al 65% grado ultrapuro en 1 L de agua desionizada UP.
- ✓ Peróxido de hidrogeno, H_2O_2 , 30%.
- ✓ Soluciones patrón trazables a SRM de NIST de 1000 mg/L. de Cadmio, Cromo, Cobre, Níquel, Plomo y Zinc



7.3 Materiales

- ✓ Balones aforados clase A de 100 y 50 mL de cuello ancho
- ✓ Erlenmeyers de 125 mL.
- ✓ Vasos de precipitado de 100 mL
- ✓ Pipetas aforadas clase A, de 1, 2, 3, 4, 5, 10, 20, 25 y 50 mL.
- ✓ Probetas plásticas de 50 mL.
- ✓ Pipeta pasteur.
- ✓ Embudo de polipropileno pequeño de 5 cm de diámetro y vástago corto
- ✓ Soporte para filtración
- ✓ Papel de filtro cualitativo S&S 595 referencia 311610 de 11 cm de diámetro
- ✓ Membranas de acetato de celulosa S&S OE67 referencia 10404012 de 0.45µm y 47 mm de diámetro.
- ✓ Frasco lavador
- ✓ Frascos de polipropileno de aproximadamente 50 mL de capacidad

8. Procedimiento de limpieza de vidriería

Todo el material incluyendo las botellas de muestreo, usado para la determinación de metales pesados debe someterse a lavado siguiendo las instrucciones del TP0215 Procedimiento para Lavado de Material, lavar con jabón neutro y posteriormente sumergir en HNO₃ diluido al 10%. Reserve esta vidriería únicamente para las determinaciones de metales y utilice únicamente a la que se le haya efectuado control de calidad.

9. Procedimiento de preparación de estándares para la curva de calibración

9.1 Soluciones estándar intermedias de 100 mg/L de Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn: Para cada metal por separado, tomar 10,0 mL del respectivo patrón de 1000 mg/L y llevar a volumen con agua desionizada en balón aforado de 100 mL.

9.2 Estándares de calibración: Los estándares para la curva de calibración en A.A. se preparan con agua acidulada, no se digieren. Las curvas se hacen con tres estándares de alta media y baja concentración hasta cubrir el rango de linealidad de acuerdo a lo obtenido en la validación y lo establecido en el manual del Espectrofotómetro Perkin Elmer, de la siguiente manera:

9.2.1. Estándares para la curva de calibración de Cadmio Total y Cadmio Soluble de 0.5, 1.0 y 1.5 mg/L. El estándar de ajuste ó chequeo es de 1.5 mg/L



Prepare una solución intermedia de 10,0 mg/L a partir de la solución intermedia de 100,0 mg/L, tome 10 mL de ésta solución y lleve a volumen en un balón aforado de 100 mL, con agua acidulada.

Prepare un estándar de 1.5 mg/L a partir de la solución intermedia de 10.0 mg/L, tome 15 mL de ésta solución y lleve a volumen en un balón aforado de 100 mL, con agua acidulada.

Prepare un estándar de 1.0 mg/L a partir de la solución intermedia de 10.0 mg/L, tome 10 mL de ésta solución y lleve a volumen en un balón aforado de 100 mL, con agua acidulada.

Prepare un estándar de 0,50 mg/L a partir del estándar de 10,0 mg/L, tome 5 mL de ésta solución y lleve a volumen en un balón aforado de 100 mL, con agua acidulada.

9.2.2. Estándares para la curva de calibración de Cobre Total y Cobre Soluble de 0.5, 1.0 y 4.0 mg/L. El estándar de ajuste ó chequeo de es de 4.0 mg/L

Prepare una solución intermedia de 10,0 mg/L a partir de la solución intermedia de 100,0 mg/L, tome 10 mL de ésta solución y lleve a volumen en un balón aforado de 100 mL, con agua acidulada.

Prepare un estándar de 4,0 mg/L a partir de la solución intermedia de 100 mg/L, tome 4 mL de ésta solución y lleve a volumen en un balón aforado de 100 mL, con agua acidulada.

Prepare un estándar de 1,0 mg/L a partir del estándar de 10,0 mg/L, tome 10 mL de ésta y lleve a volumen en un balón aforado de 100 mL, con agua acidulada.

Prepare un estándar de 0,50 mg/L a partir del estándar de 10,0 mg/L, tome 5 mL de ésta solución y lleve a volumen en un balón aforado de 100 mL, con agua acidulada

9.2.3. Estándares para la curva de calibración de Cromo Total y Cromo Soluble de 1.0, 2.0 y 4.0 mg/L. El estándar de ajuste ó chequeo de sensibilidad es de 4.0 mg/L

Prepare un estándar de 10,0 mg/L a partir de la solución intermedia de 100,0 mg/L, tome 10 mL de ésta solución y lleve a volumen en un balón aforado de 100 mL, con agua acidulada.



Prepare un estándar de 4,0mg/L a partir de la solución intermedia de 100 mg/L, tome 4 mL de ésta solución y lleve a volumen en un balón aforado de 100 mL, con agua acidulada.

Prepare un estándar de 2,0mg/L a partir de la solución intermedia de 100 mg/L, tome 2 mL de ésta solución y lleve a volumen en un balón aforado de 100 mL, con agua acidulada.

Prepare un estándar de 1,0 mg/L a partir del estándar de 10,0 mg/L, tome 10 mL de ésta solución y lleve a volumen en un balón aforado de 100 mL, con agua acidulada.

9.2.4. Estándares para la curva de calibración de Níquel Total y Níquel Soluble de 1.0, 5.0 y 7.0 mg/L. El estándar de ajuste ó chequeo de es de 7.0 mg/L

Prepare un estándar de 10,0 mg/L a partir de la solución intermedia de 100,0 mg/L, tome 10 mL de ésta solución y lleve a volumen en un balón aforado de 100 mL, con agua acidulada.

Prepare un estándar de 7,0mg/L a partir de la solución intermedia de 100 mg/L, tome 7 mL de ésta solución utilizando pipetas de 5 mL y 2 mL y lleve a volumen en un balón aforado de 100 mL, con agua acidulada.

Prepare un estándar de 5,0mg/L a partir de la solución intermedia de 100 mg/L, tome 5 mL de ésta solución y lleve a volumen en un balón aforado de 100 mL, con agua acidulada.

Prepare un estándar de 1.0 mg/L a partir del estándar de 10,0 mg/L, tome 10 mL de ésta solución y lleve a volumen en un balón aforado de 100 mL, con agua acidulada.

9.2.5. Estándares para la curva de calibración de Plomo Total y Plomo Soluble de 1.0, 5.0 y 9.0 mg/L. El estándar de ajuste ó chequeo es de 9.0 mg/L

Prepare una solución intermedia de 10,0 mg/L a partir de la solución intermedia de 100,0 mg/L, tome 10 mL de ésta solución y lleve a volumen en un balón aforado de 100 mL, con agua acidulada.

Prepare un estándar de 9,0mg/L a partir de la solución intermedia de 100 mg/L, tome 9 mL de ésta solución empleando pipetas de 5 mL y 4 mL y lleve a volumen en un balón aforado de 100 mL, con agua acidulada.



Prepare un estándar de 5,0 mg/L a partir de la solución intermedia de 100,0 mg/L, tome 5 mL de ésta solución y lleve a volumen en un balón aforado de 100 mL, con agua acidulada.

Prepare un estándar de 1.0 mg/L a partir del estándar de 10,0 mg/L, tome 10 mL de ésta solución y lleve a volumen en un balón aforado de 100 mL, con agua acidulada

9.2.6. Estándares para la curva de calibración de Zinc Total y Zinc Soluble de 0.25, 0.5 y 1.0 mg/L. El estándar de ajuste ó chequeo es de 1.0 mg/L

Prepare una solución intermedia de 10,0 mg/L a partir de la solución intermedia de 100,0 mg/L, tome 10 mL de ésta solución y lleve a volumen en un balón aforado de 100 mL, con agua acidulada.

Prepare un estándar de 5,0 mg/L a partir de la solución intermedia de 100,0 mg/L, tome 5 mL de esta solución y lleve a volumen en un balón aforado de 100 mL, con agua acidulada.

Prepare un estándar de 1,0 mg/L a partir del estándar de 10,0 mg/L, tome 10 mL de ésta solución y lleve a volumen en un balón aforado de 100 mL, con agua acidulada.

Prepare un estándar de 0,5 mg/L a partir del estándar de 10,0 mg/L, tome 5 mL de ésta solución y lleve a volumen en un balón aforado de 100 mL, con agua acidulada.

Prepare un estándar de 0,25 mg/L a partir del estándar de 5,0 mg/L, tome 5 mL de ésta solución y lleve a volumen en un balón aforado de 100 mL, con agua acidulada.

10. Preparación de Estándares de Control de la digestión

10.1 Estándar de control de 1 mg/L de Cd, Cr, Cu, Ni, Pb y Zn: A partir del estándar intermedio de 100 mg/L de cada metal, adicionar 1 mL a un balón aforado de 100 mL y completar a volumen de 100 mL con agua desionizada.

11. Digestión de blancos, estándar de control y muestras para el análisis de **metales totales**

11.1. Preparar dos erlenmeyer de 125 mL marcados con blanco, dos con estándar de Cd, Cr, Cu, Ni, Pb y Zn y los necesarios para las muestras con duplicados requeridos.

11.2. Agitar vigorosamente la muestra para homogenizarla.



Metales en agua por Absorción Atómica (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)

- 11.3. Con probeta de 50 mL se toma una alícuota de 50 mL de agua desionizada para el blanco; 50 mL del estándar de control de 1 mg/L (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb y Zn) y 50 mL de muestras incluyendo duplicados. Entre cada toma de alícuota se enjuaga la probeta dos veces con agua desionizada y por último con agua acidulada.
- 11.4. Adicionar a cada erlenmeyer 5 mL de HNO₃ bajo en metales + 1 mL de peróxido de hidrógeno al 30% y agitar suavemente.
- 11.5. Iniciar el proceso de digestión con calentamiento suave, lo cual corresponde a nivel 8 en las planchas amarillas y nivel 9 en la azul, aproximadamente dos horas y media hasta que quede un residuo cercano a los 5 mL. Dejar enfriar y se enjuagar las paredes de los erlenmeyer con agua acidulada.
- 11.6. Preparar los embudos de polipropileno con el papel filtro en los soportes correspondientes de manera que el vástago quede dentro de los balones aforados clase A de 50 mL de boca ancha. Transferir cuantitativamente el producto de la digestión de los erlenmeyer a los balones correspondientes, realizando varios enjuagues. Completar a volumen con agua acidulada.
- 11.7. Agitar los balones para homogenizar la solución y se transferir a los frascos de polipropileno, previamente identificados con el código de la muestra o el estándar. En este momento se puede proceder a la lectura en el espectrofotómetro.
- 11.8. En caso de que la lectura no se vaya a realizar inmediatamente, es necesario almacenar los frascos en el cuarto frío.

12. Procedimiento de análisis

- 12.1 Consulte el instructivo del espectrofotómetro de Absorción Atómica Perkin Elmer Modelo 2380 con anticipación. (TI0336)
- 12.2 Para la preparación de estándares, siga el procedimiento descrito en el numeral 9 de este documento.
- 12.3 Para realizar el análisis de metales solubles realice las lecturas sobre el filtrado obtenido al pasar las muestras a través de filtro de acetato de celulosa de 0.45 µm y preservarlas posteriormente con ácido nítrico hasta un pH < 2.
- 12.4 Para la determinación de metales totales, realice la digestión de la muestra, siguiendo los pasos dados en 11.
- 12.5 Consulte las condiciones para el metal a determinar y fíjelas en el equipo.
- 12.6 Introduzca la curva de calibración al equipo de acuerdo al instructivo.
- 12.7 Realice la lectura aspirando cada una de las muestras. La concentración de la muestra no debe sobrepasar el rango de concentración, ni la absorbancia obtenida

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia			
	SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA – GRUPO PROGRAMA DE FISICOQUÍMICA AMBIENTAL			
	Código: TP0096	Fecha: 23/07/2004	Versión: 02	Página: 15 de 16

Metales en agua por Absorción Atómica (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)

en la curva de calibración para el estándar de más alta concentración. En caso de que esto suceda es necesario diluir la muestra.

12.8 Registre en el Formato de Captura datos Espectrofotometría AA – análisis de metales TF0023 las lecturas de concentración y desviación estándar para cada muestra.

12.9 Lea un estándar de control cada cinco muestras y registre su lectura al igual que la de las muestras.

12.10 Aspire agua desionizada y agua acidulada después de haber leído cada muestra para enjuagar el equipo.

12.11 Apague el equipo siguiendo el instructivo arriba mencionado.

13. Procesamiento de datos y cálculo de resultados

El equipo reporta la concentración de cada ión metálico en mg/L referente a la apropiada curva de calibración. Si la muestra ha sido diluida, multiplicar por el factor de dilución.

Si se requiere dilución de la muestra:

$$\text{mg de metal/L de muestra} = A * (V_{\text{final}}/V_{\text{alícuota}})$$

Siendo:

A = mg/L de metal en alícuota diluida o muestra procesada, de la curva de calibración,

V final = Volumen al que se llevó la alícuota a diluir.

V alícuota = mL tomados de alícuota de muestra.

14. Sección de control de calidad (CC) y Aseguramiento de la calidad

Cuando realice la curva de calibración acéptela si tiene un coeficiente de correlación mínimo de 0,99900.

Los blancos se analizan para determinar si la calidad del agua y de los reactivos es óptima. Estos deben registrar absorbancias con cifras exponenciales de 10^{-3} y 10^{-4} .

Verifique los estándares de control, si el resultado analítico cae fuera de los límites de control normales, deben revisarse los estándares de calibración, los reactivos, material de vidrio y los blancos. El análisis solo se puede reanudar cuando se corrija el problema.

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia			
	SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA – GRUPO PROGRAMA DE FISICOQUÍMICA AMBIENTAL			
	Código: TP0096	Fecha: 23/07/2004	Versión: 02	Página: 16 de 16
Metales en agua por Absorción Atómica (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)				

Los duplicados evalúan la limpieza del material de vidrio, la replicabilidad del método. Analice por duplicado el 10% de las muestras. El porcentaje de la diferencia entre los duplicados no debe ser mayor al 10%, si la variación excede este límite, debe repetirse el análisis.

Dos veces al año se analizan muestras ciegas, de muestras certificadas internacionalmente que permiten evaluar la reproducibilidad, precisión y exactitud interlaboratorios.

Para la determinación de metales totales se llevan los registros de los estándares con digestión de 1,00 mg /L en una carta de control para la determinación de cada metal. Registre las iniciales del analista y la fecha de análisis en las celdas correspondientes y grafique el valor promedio de la concentración real del analito.

Cuando los resultados se encuentren entre el límite de alarma y control, revise todo el procedimiento para determinar que ocurre. Si cualquier dato cae fuera de los límites de control debe ser reexaminado y si es necesario, se debe repetir el análisis de todo el grupo de muestras. No realice más análisis hasta verificar que sucede, comuníquelo la anomalía al líder de análisis físico químico o al oficial de calidad y revise e inicie nuevamente la marcha analítica cuando se autorice.

15. Bibliografía

Rodríguez M. Carlos H. Informe de Validación de metales pesados. IDEAM. Santafé de Bogotá. 2006.

Gómez Jeremías, Ana María Hernández. Informe de Prevalidación y Validación de metales pesados. IDEAM. Santafé de Bogotá. 2000.

Seoanez Mariano et al. Ingeniería del medio Ambiente aplicada al medio natural continental. Ediciones Mundiprensa. 1996. Madrid, España.

Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation. 20 ed., 1998 New York.