

Edición de enero de 2021

Espectroscopia de absorción atómica de llama

Manual técnico digital de desarrollo de métodos



ÍNDICE

1. Introducción

Instrumentos de AA de llama de Agilent	4
Secuencia Rápida AA	4
Modo PROMT	6
Accesorios	6
Consumibles de absorción atómica	7

2. Condiciones estándares

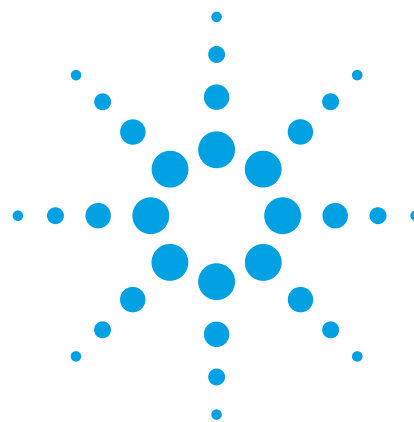
Ag (plata)	10
Al (aluminio)	10
As (arsénico)	11
Au (oro)	12
B (boro)	13
Ba (bario)	13
Be (berilio)	14
Bi (bismuto)	14
Ca (calcio)	15
Cd (cadmio)	16
Co (cobalto)	17
Cr (cromo)	17
Cs (cesio)	18
Cu (cobre)	19
Dy (disprosio)	19
Er (erbio)	20
Eu (europio)	20
Fe (hierro)	21
Ga (galio)	21
Gd (gadolinio)	22
Ge (germanio)	22
Hf (hafnio)	23
Hg (mercurio)	23
Ho (holmio)	24
In (indio)	25
Ir (iridio)	25
K (potasio)	26
La (lantano)	27
Li (litio)	27

Lu (lutecio)	28
Mg (magnesio)	29
Mn (manganeso)	30
Mo (molibdeno)	30
Na (sodio)	31
Nb (niobio)	31
Nd (neodimio)	32
Ni (níquel)	32
Os (osmio)	33
P (fósforo)	33
Pb (plomo)	34
Pd (paladio)	34
Pr (praseodimio)	35
Pt (platino)	35
Rb (rubidio)	36
Re (renio)	36
Rh (rodio)	37
Ru (rutenio)	38
Sb (antimonio)	38
Sc (escandio)	39
Se (selenio)	40
Si (silicio)	40
Sm (samario)	41
Sn (estaño)	41
Sr (estroncio)	42
Ta (tantalio)	42
Tb (terbio)	43
Te (telurio)	44
Ti (titanio)	44
Tl (talio)	45
Tm (tulio)	45
V (vanadio)	46
W (wolframio)	46
Y (itrio)	47
Yb (iterbio)	47
Zn (cinc)	48
Zr (circonio)	48

3. Condiciones Estándares (en métodos indirectos)	49
Cloruros (Cl)	49
Fosfatos	51
Sulfatos (SO ₄)	53
4. Metodología	55
Análisis ambiental	55
Alimentos y agricultura	58
Productos químicos	63
Análisis industriales	66
Minerales	72
Metalurgia	83
Petróleo	100
Avisos de seguridad	101
Referencias generales	102

1. INTRODUCCIÓN

Instrumentos de AA de llama de Agilent	4
Secuencia Rápida AA	4
Modo PROMT	6
Accesorios	6
Consumibles de absorción atómica	7



Instrumentos de AA de llama de Agilent

Agilent pone a su disposición una gama de instrumentos de AA de llama diferentes, todos ellos diseñados para ofrecer productividad, facilidad de uso y confiabilidad.

Estos instrumentos ofrecen el alto rendimiento que requieren los analistas y se adaptan a la perfección a los laboratorios de análisis rutinarios, donde la confiabilidad y la sencillez de uso resultan esenciales.

La gama incluye:

- Sistema 55B: ideal para cualquier laboratorio que requiera un sistema básico de absorción atómica con capacidades avanzadas. El sistema AA 55B de doble haz incluye una pantalla LCD y un teclado específico que permite un funcionamiento sencillo e independiente.
- Sistema AA 240: combina flexibilidad con un hardware confiable, proporcionando así a los usuarios con bajo presupuesto una AA de alto rendimiento para análisis rutinarios de llama/horno/vapor.
- Sistema AA 240FS: sistema de AA de llama rápido y productivo con funcionamiento secuencial rápido con cuatro lámparas, lo que permite duplicar el número de muestras analizadas y reduce sustancialmente el costo operativo. Gracias a su capacidad de procesamiento de grupos de varios elementos de forma sencilla, resulta ideal para los laboratorios alimentarios y agrícolas, así como para cualquier laboratorio de alta productividad.
- Sistema 280FS: sistema AA secuencial rápido con ocho lámparas.

Secuencia Rápida AA

El modo de funcionamiento de secuencia rápida de Agilent permite a un instrumento AA de llama ofrecer la productividad y la velocidad de un sistema ICP-OES secuencial y, a la vez, reducir el costo operativo.

Entre las principales ventajas de la secuencia rápida de AA se incluyen las siguientes:

- Mayor productividad en comparación con la FAAS convencional, lo que permite medir más muestras por hora; p. ej., pueden medirse diez elementos en una muestra en menos de 2 minutos y consumiendo menos de 10 ml de muestra.
- Menor consumo de gas, lo que reduce el costo operativo.
- Bajo consumo de volumen de muestra durante el análisis, lo que reduce los residuos de muestra y los costos de los reactivos y la gestión de residuos.
- Configuración sencilla y desarrollo rápido de métodos.



El sistema AA 240FS de Agilent

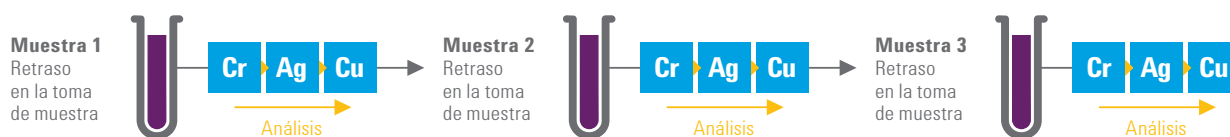


El sistema AA 280FS de Agilent

Funcionamiento del modo secuencial rápido

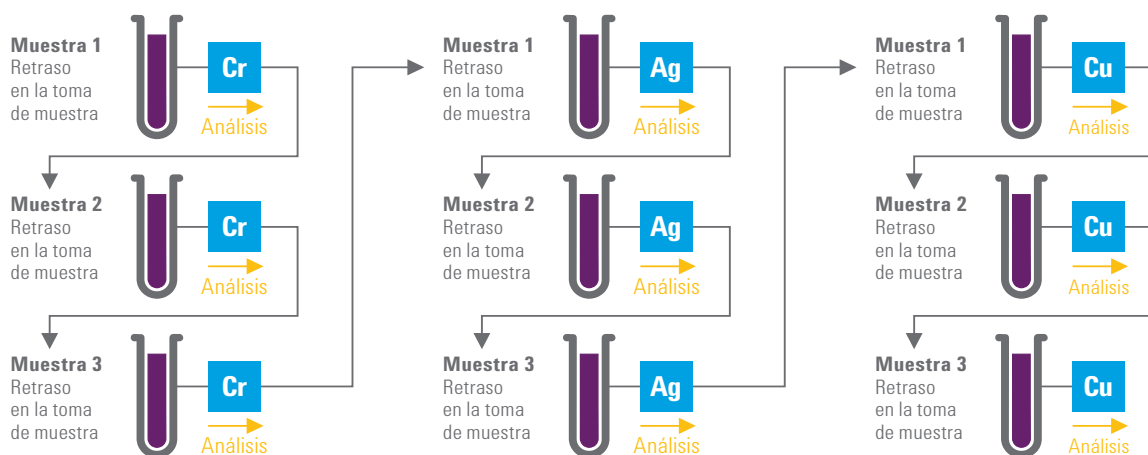
Modo secuencial rápido

En el modo secuencial rápido, las muestras solo se aspiran una vez y se miden todos los elementos antes de aspirar la muestra siguiente.



Modo convencional

La absorción atómica convencional solo determina un elemento con cada aspiración de muestra, lo que hace necesario volver a analizar una y otra vez las muestras durante una secuencia multielemental.



El modo secuencial rápido funciona de la siguiente manera:

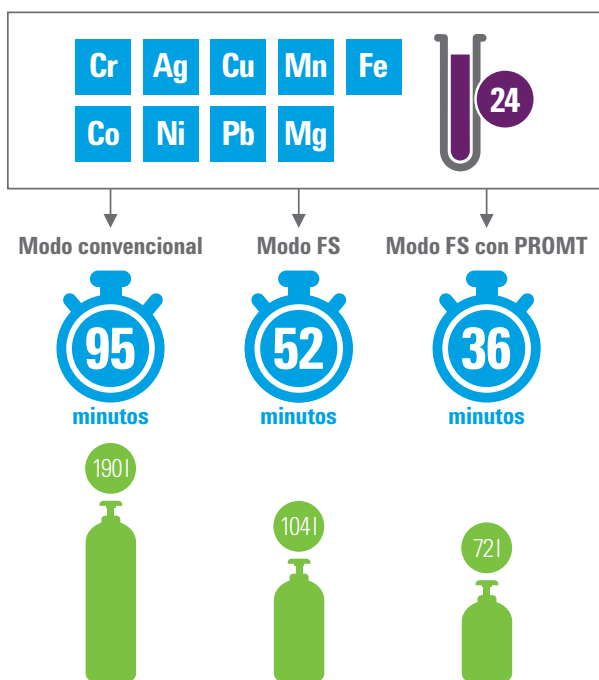
1. El software ordena los elementos por longitud de onda y tipo de llama.
2. Todas las lámparas funcionan al mismo tiempo, para minimizar los retrasos debidos al calentamiento.
3. Un espejo motorizado permite seleccionar rápidamente las lámparas.
4. La unidad de longitud de onda de alta velocidad (2,000 nm/min), controlada por software inteligente, consigue un posicionamiento reproducible de las longitudes de onda con retrasos mínimos.
5. El control de gas automático permite cambiar los caudales de gases de forma instantánea de acuerdo con los valores programados y proporciona una reproducibilidad excelente, con condiciones de llama óptimas para cada elemento.

Modo PROMT para mejorar aún más la productividad

Además del modo secuencial rápido, los espectrómetros de AA de llama de Agilent incorporan un modo de tiempo de medición optimizado para precisión (PROMT) que permite al usuario ajustar el nivel de precisión (% de RSD) que desee para los resultados de las muestras, lo que agiliza aún más el análisis. Esto optimiza el tiempo de lectura de las muestras: los elementos presentes en altas concentraciones requieren un tiempo de lectura menor que aquellos con bajas concentraciones para obtener un nivel idéntico de precisión.

El modo PROMT ofrece:

- Mayor productividad, sobre todo para muestras con altas concentraciones, en comparación con la espectrometría de absorción atómica de llama (FAAS) convencional, lo que posibilita medir más muestras por hora.
- Menor consumo de gas, lo que reduce el costo operativo.
- Reducción adicional del tiempo de análisis si se combina con el modo secuencial rápido de adquisición, lo que hace disminuir el consumo de gas y el tiempo de análisis en más de un 60 %.



Ampliación de las capacidades y automatización gracias a los accesorios

Agilent pone a su disposición una amplia gama de accesorios para ampliar las capacidades de sus sistemas de absorción atómica de llama. Dicha gama incluye atomizadores de tubo de grafito y accesorios de generación de vapor y para muestreadores automáticos, con el fin de que pueda enfrentarse a los desafíos analíticos con confianza.



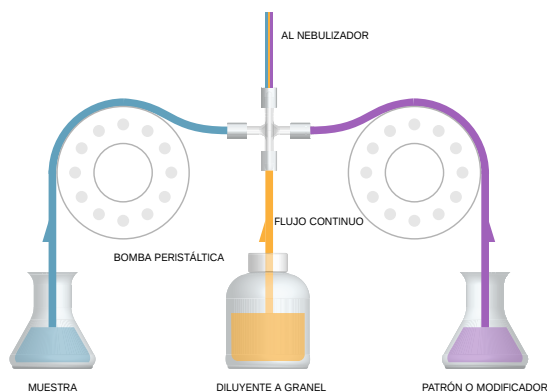
Sistema de bombeo de introducción de muestras

El accesorio SIPS puede preparar patrones de calibración a partir de un único patrón multielemental a granel, así como automatizar la dilución de las muestras y la adición de modificadores.

Los sistemas SIPS 10 (una bomba) y SIPS 20 (dos bombas) están diseñados para automatizar y agilizar numerosas tareas de preparación de muestras que resultan tediosas y propensas a generar errores.

La combinación de un accesorio SIPS con el software para instrumentos AA serie 200 permite:

- Preparar patrones de calibración a partir de un único patrón multielemental a granel.
- Reducir las necesidades de preparación de muestras y el riesgo de errores por parte del usuario.
- Llevar a cabo automáticamente diluciones en línea.
- Minimizar las repeticiones de análisis y ampliar el rango de trabajo gracias al cálculo y la ejecución automáticos de la dilución necesaria para lograr que la muestra quede dentro del rango calibrado.
- Hacer diluciones hasta 1:200 con errores de dilución inferiores al 2 %.
- Simplificar el proceso de preparación de muestras mediante la adición de modificadores (solo para el sistema SIPS 20), garantizando una modificación uniforme de la matriz.
- Automatizar las correcciones de patrones internos (solo para el sistema SIPS 20), lo que mejora la exactitud y la precisión. Una bomba introduce la muestra, mientras que la segunda bomba introduce el patrón.



El sistema SIPS 20 con dos bombas puede hacer diluciones y agregar un modificador o patrón mediante el control de las velocidades de ambas bombas. Al ralentizar la bomba de muestra se introducirá menos muestra en el flujo de diluyente, lo que permitirá una dilución eficaz de la muestra. La bomba de la derecha puede arrancarse o detenerse para controlar la adición de otro líquido al flujo de muestra.



Muestrador automático SPS 4

El muestrador automático SPS 4 está diseñado para satisfacer las necesidades de los laboratorios de alta productividad que precisen un muestrador automático rápido, de gran capacidad (hasta 360 muestras) y confiable. Además, es pequeño, silencioso, fácil de usar y asequible.



Accesorio de generación de vapor

El sistema VGA 77 es un accesorio de generación de vapor de flujo continuo para instrumentos de absorción atómica (AA) que determina las concentraciones de mercurio y elementos formadores de hidruros en niveles de partes por billón (ppb).

Consumibles de absorción atómica

Agilent ofrece una gama de consumibles de absorción atómica que se fabrican según las especificaciones más estrictas y se someten a pruebas rigurosas para garantizar un rendimiento máximo.

La gama incluye:

- Nebulizadores y bolas de impacto de vidrio
- Tubos
- Juntas tóricas
- Paletas de mezcla
- Componentes para cámaras de nebulización
- Quemadores
- Consumibles para accesorios

Lámparas

La gama incluye una amplia selección de lámparas monoelementales y multielementales de cátodo sólido, además de lámparas UltraAA de alta intensidad para un rendimiento superior y más rentable. ¿Por qué arriesgarse a utilizar otros productos que pueden afectar sus resultados analíticos?

Patrones



Agilent pone a su disposición una completa gama de patrones inorgánicos, metalorgánicos y de biodiésel para AAS, ICP-OES, ICP-MS, MP-AES y otras técnicas de espectroscopia atómica. Estos patrones pueden utilizarse para instrumentos Agilent y de otros fabricantes, y están disponibles en diferentes formatos y concentraciones, como:

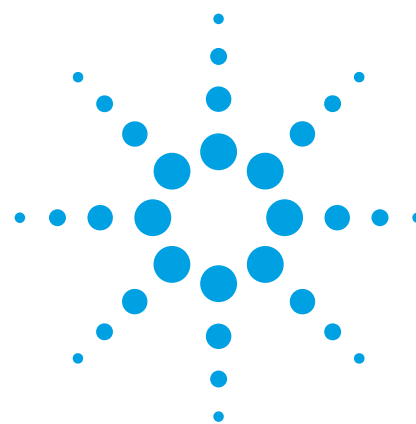
- Patrones monoelementales de 10 a 10,000 µg/ml
- Patrones multielementales
- Soluciones de calibración de la longitud de onda y de sintonía de instrumentos
- Patrones internos
- Buffers de ionización y modificadores de matriz
- Patrones específicos para aplicaciones medioambientales y farmacéuticas
- Patrones de contaminantes metálicos
- Patrones organometálicos y de biodiésel

Todos los patrones de Agilent se fabrican en instalaciones que cumplen los requisitos de las normas ISO 9001 e ISO Guía 34, y se certifican en un laboratorio de ensayo certificado según la norma ISO/IEC 17025. Asimismo, todos los patrones inorgánicos se fabrican usando materias primas y ácidos de gran pureza, y con agua desionizada con una resistividad de 18 MΩ, que se someten a ensayos periódicos conforme a las directrices del NIST. Todos los materiales de referencia certificados (CRM) para espectroscopia de Agilent se certifican aplicando protocolos de espectroscopia de alto rendimiento desarrollados por el NIST para permitir una trazabilidad directa de los patrones NIST. Todos los patrones inorgánicos para espectroscopia de Agilent incluyen un certificado de análisis (CoA) en el que se detallan la concentración certificada, la incertidumbre de medida y las concentraciones reales de hasta 68 impurezas a nivel de trazas (para los patrones para ICP-OES/ICP-MS). Además, el certificado de análisis detalla el método utilizado para la certificación, el uso previsto, las instrucciones de uso correcto y las condiciones recomendadas de almacenamiento. Con los patrones de Agilent, su laboratorio tendrá garantizadas la calidad, la pureza y un rendimiento uniforme.

Puede obtener más información sobre los patrones de Agilent en: www.agilent.com/chem/spectroscopystandards

Asimismo, puede encontrar información sobre la gama completa de consumibles en: www.agilent.com/chem/specsuppliesinfo

2. CONDICIONES ESTÁNDARES



Aspectos generales

Este manual técnico está ideado como una guía práctica para ayudar a los analistas a seleccionar técnicas y configuraciones de instrumentos para la espectroscopia de llama. A pesar de que las técnicas y configuraciones indicadas ofrezcan resultados satisfactorios para la mayoría de las determinaciones, es imposible abarcar todas las contingencias debido a las limitaciones de espacio de este manual técnico. Por consiguiente, cuando las circunstancias analíticas difieran significativamente de aquellas indicadas en el manual técnico, podría ser necesario aplicar los cambios adecuados en las condiciones de funcionamiento.

A lo largo del manual técnico, se ha hecho hincapié en las aplicaciones prácticas, sin intentar explicar de forma exhaustiva todos los fundamentos teóricos. Aquellos lectores que busquen un tratamiento teórico más amplio del tema pueden consultar los numerosos libros de texto disponibles (consulte la sección "Referencias generales" al final del presente documento).

Asimismo, y a pesar de que se han hecho todos los esfuerzos posibles para garantizar la validez del material publicado en este manual técnico, los analistas deben verificar que los procedimientos escritos y las condiciones de funcionamiento (y los resultados obtenidos con ellos) sean válidos.

Parámetros recomendados para el instrumento

Condiciones de trabajo (fijas)

Las condiciones especificadas permitirán obtener un rendimiento óptimo para soluciones acuosas diluidas.

Si se sabe que existirán interferencias químicas, podría ser necesario usar una llama de óxido nítrico y acetileno a mayor temperatura para eliminar las interferencias y obtener condiciones óptimas que favorezcan la precisión y la exactitud.

Para algunos elementos, la estequiometría de la llama puede afectar enormemente la señal analítica. Por lo tanto, se recomienda examinar el efecto de las condiciones (es decir, la estequiometría) de la llama sobre la señal. Una llama oxidante es aquella con un bajo contenido de acetileno, mientras que una llama reductora tiene un contenido relativamente alto de acetileno. Las llamas reductoras se vuelven luminosas debido al exceso de carbono.

Condiciones de trabajo (variables)

El límite superior de concentración del rango de trabajo proporcionará una absorbancia de aproximadamente 0.8 a 1.0. El límite inferior del rango de trabajo será unas diez veces el límite de detección definido. El rango puede modificarse mediante la rotación de los quemadores para evitar la dilución.

Las longitudes de onda alternativas que se muestran se han seleccionado para permitir diversos rangos de trabajo. En algunos casos también se encuentran disponibles otras líneas analíticas. Sin embargo, las sensibilidades obtenidas no son mayores que las de las líneas especificadas, cuyo uso se recomienda debido a que la intensidad de la señal y la pureza espectral son relativamente mayores. La anchura de rendija indica la anchura de banda espectral, expresada en nanómetros.

Ag (plata)

Peso atómico 107.9

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	4 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Aire
Estequiometría de la llama	Oxidante

Condiciones de trabajo (variables)

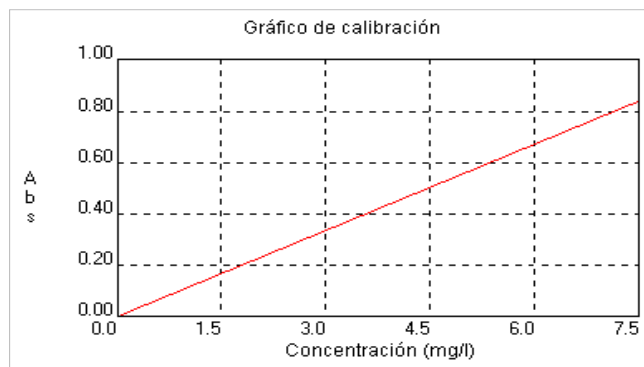
Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
328.1	0.5	0.02-10
338.3	0.5	0.06-20

Emisión de llama

Longitud de onda	328.1 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico

Interferencias

No se han observado interferencias químicas en las llamas de aire y acetileno.



Al (aluminio)

Peso atómico 26.98

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	10 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico
Estequiometría de la llama	Reductora; cono rojo de 1-2 cm de altura

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
309.3	0.5	0.3-250
396.1	0.5	0.5-250
237.3	0.5	2-800
236.7	0.5	3-1,000
257.4	0.5	5-1,600
256.8	0.5	8-2,600

Emisión de llama

Longitud de onda	396.1 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico
Estequiometría de la llama	Reductora; cono rojo de 1-2 cm de altura

(Nota 1)

Altura del quemador 5-8 mm

(Nota 1)

Nota 1: Ajuste para lograr un rendimiento óptimo.

La emisión del aluminio aparece en el centro de una banda CN fuertemente emisora en la llama. Los factores principales para la determinación a bajos niveles de detección son el ajuste de la relación combustible-comburente y la altura del quemador.

El uso de la emisión de llama solo se recomienda para concentraciones muy bajas de aluminio en soluciones con una matriz acuosa simple.

Interferencias

La llama de óxido nítrico y acetileno ioniza parcialmente el aluminio. Para eliminar la ionización, añada nitrato o cloruro de potasio hasta obtener una concentración final de 2,000 µg/ml de potasio. La adición de un elemento fácilmente ionizable, como potasio, permite resolver el problema de las interferencias de otros metales alcalinos que potencian la señal.

Dicha potenciación también se produce para los elementos siguientes:

Solución de aluminio, 100 µg/ml		
Elemento	Rango de concentración (µg/ml)	% de potenciación
Co	50-5,000	3-5
Fe	50-5,000	4-15
Mn	50-5,000	4-11
Ni	50-5,000	* -26
Ti	50-5,000	8-14

* -2 % a 50 µg/ml

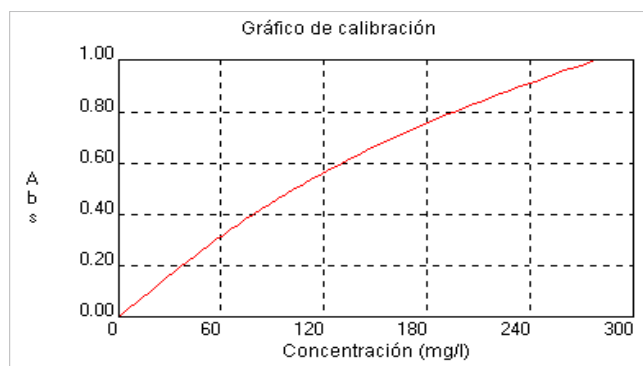
Estas interferencias dependen de las condiciones de la llama y la altura del quemador (1). Una llama rica en combustible (cono rojo de 1.5-2 cm) reducirá el efecto.

El silicio reduce la absorbancia del aluminio debido a la formación de un complejo refractario no disociado (2, 3). La adición de lantano puede minimizar el efecto del silicio, el calcio y los fosfatos sobre el aluminio.

Los efectos de las interferencias pueden minimizarse emparejando las soluciones de muestra y patrón en lo que respecta a los elementos principales de la matriz de la muestra.

Referencias

1. Marks, J.Y. y Welcher, G.G., Anal. Chem., 42 (9), 1033 (1970).
2. Ramakrishna, T.V., et al., Anal. Chim. Acta, 39, 81 (1967).
3. Ferris, A.P., et al., Analyst, 95, 574 (1970).



As (arsénico)

Peso atómico 74.92

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	10 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico
Estequiometría de la llama	Reductora; cono rojo de 1-2 cm de altura

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
193.7	0.5	3-150
197.2	1.0	6-300
189.0	1.0	10-350
NOTA		La longitud de onda de 189.0 nm se suele usar únicamente con un sistema con evacuación debido a la absorción atmosférica.

Método de generación de vapor

A bajas concentraciones, la mejor opción para la determinación de este elemento es la técnica de generación de vapor. Los detalles de los procedimientos adecuados se proporcionan en el manual de funcionamiento incluido con el accesorio de generación de vapor de Agilent. Consulte también la referencia 6.

Emisión de llama

El arsénico no se suele determinar mediante emisión de llama debido a las malas características de emisión de dicho elemento.

Interferencias

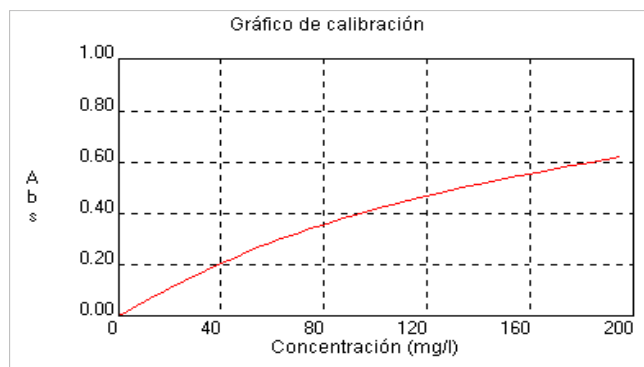
Interferencias espectrales

Una de las principales fuentes de interferencias para la determinación del arsénico es la absorción molecular de los gases de la llama y las especies de la solución en la región ultravioleta extrema del espectro, donde se ubican las líneas más sensibles para el arsénico (193.7 nm y 197.2 nm).

Esta absorción no atómica puede corregirse mediante el uso de una fuente de luz continua, como una lámpara de deuterio.

Referencias

1. Smith, K.E. y Frank, C.W., Appl. Spectr., 22 (6), 765 (1968).
2. Hwang, J.Y. y Sandomato, L.M., Anal. Chem., 42 (7), 744 (1970).
3. Kirkbright, G.F. y Ranson, L., Anal. Chem., 43 (10), 1238 (1971).
4. Brodie, K.G., Amer. Lab., 9, 73 (1977).
5. Brodie, K.G., Amer. Lab., 11, 58 (1979).
6. Agilent Instruments At Work, n.º AA-38.



Au (oro)

Peso atómico 197.0

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	4 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Aire
Estequiometría de la llama	Oxidante

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
242.8	1.0	0.1-30
267.6	1.0	0.2-60

Emisión de llama

Longitud de onda	267.6 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nitroso

Interferencias

Se han detectado pocas interferencias en las llamas de aire y acetileno. Sin embargo, se ha observado que los grandes excesos de hierro, cobre y calcio hacen disminuir el resultado (1) cuando el oro se extrae en metil isobutil cetona (MIBK).

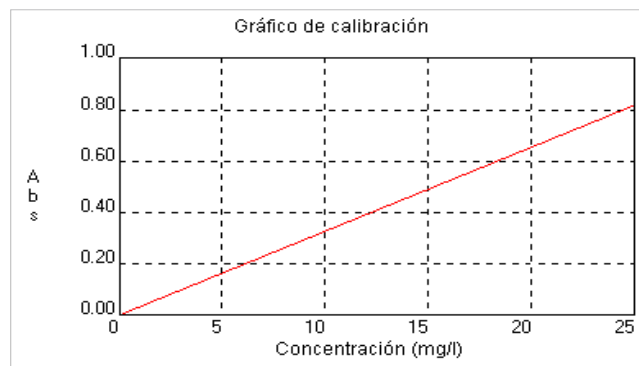
Se han desarrollado técnicas de extracción con disolvente (2) que eliminan los elementos interferentes.

Las grandes cantidades de metales nobles, como platino y paladio, interfieren con el análisis del oro. Se ha utilizado una solución de uranio al 1 % como agente de liberación para esta interferencia.

La llama de óxido nitroso y acetileno elimina las interferencias, pero ofrece menor sensibilidad.

Referencias

1. Hildon, M.A. y Sully, G.R., Anal. Chim. Acta, 54, 245-251 (1971).
2. Zlathuis, A., Bruening, W. y Bayer, E., Anal. Chem., 41, 12, 1693 (1969).



B (boro)

Peso atómico 10.81

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	20 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico
Estequiometría de la llama	Reductora; cono rojo (Nota 1) 2-2.5 cm de altura

Nota 1: Ajuste cuidadosamente la estequiometría de la llama y la posición del quemador para lograr una sensibilidad óptima.

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
249.7 249.8	0.2	5-2,000
208.9	0.2	15-4,000

Emisión de llama

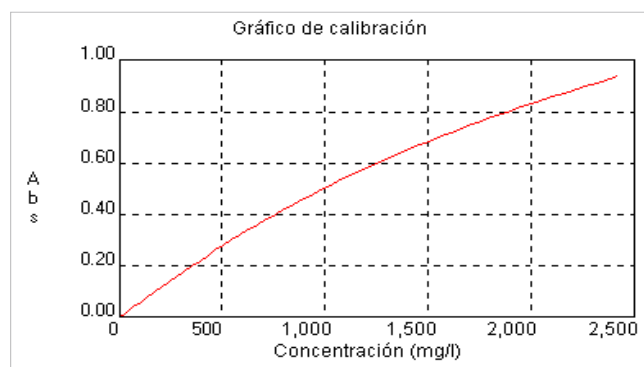
Longitud de onda	249.7 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico

Por lo general, una llama que tenga un cono rojo de 1 cm de altura con el quemador situado 1-2 mm por debajo del paso de luz ofrecerá resultados casi óptimos.

El boro no se suele determinar mediante emisión de llama debido a las malas características de emisión de dicho elemento.

Interferencias

Se ha observado que el sodio provoca interferencias cuando la relación sodio-boro es muy alta. Habitualmente, el efecto se minimiza mediante el ajuste de la llama para lograr una estequiometría neutra (cono rojo de 0.5-1 cm de altura), con la consiguiente pérdida de sensibilidad.



Ba (bario)

Peso atómico 137.3

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	20 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico
Estequiometría de la llama	Reductora; cono rojo de 2-3 cm de altura

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
553.6	0.5	0.2-50
350.1	0.5	120-24,000

Emisión de llama

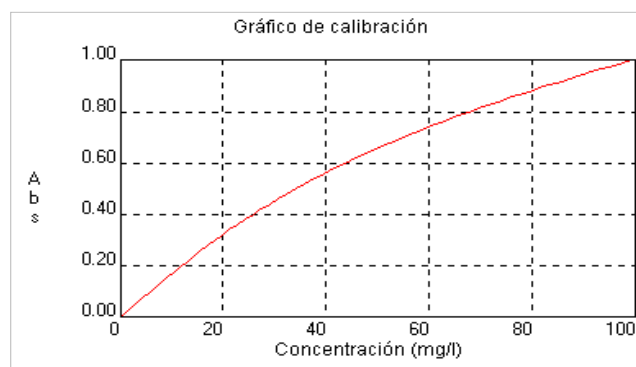
Longitud de onda	553.6 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico

Durante la medición del bario en presencia de calcio se producirán interferencias espectrales importantes debido a una banda CaOH intensa existente alrededor de esa misma longitud de onda.

Interferencias

La llama de óxido nítrico y acetileno ioniza parcialmente el bario. Para eliminar la ionización, añada una solución de nitrato o cloruro de potasio hasta obtener una concentración final de 2,000 µg/ml de potasio en todas las soluciones, incluido el blanco. Si la emisión intensa del bario llega al fotomultiplicador puede producir un aumento considerable del ruido de inyección, que se manifestará en forma de señales con un nivel de ruido cada vez mayor a medida que la concentración de bario aumente.

La absorbancia del bario en una llama de aire y acetileno se ve reducida sensiblemente por el fosfato, el silicio y el aluminio. Esto puede evitarse mediante el uso de una llama de óxido nítrico y acetileno.



Be (berilio)

Peso atómico 9.012

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	5 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico
Estequiometría de la llama	Reductora; cono rojo de 1-2 cm

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	234.9
Anchura de rendija (nm)	1.0
Rango óptimo de trabajo	0.01-4 (µg/ml)

Emisión de llama

Longitud de onda	234.9 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico

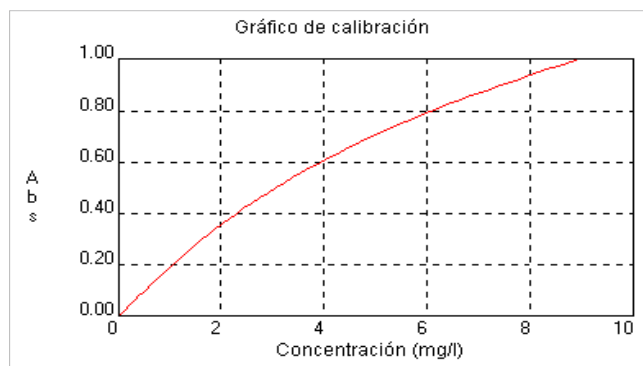
Interferencias

Se ha observado que el sodio y el silicio en niveles superiores a 1,000 µg/ml reducen sensiblemente la absorbancia del berilio.

Asimismo, se ha detectado que el aluminio (1, 2) hace disminuir la absorbancia un 25 %. Este problema se solucionó usando una concentración de 1.5 g/l de fluoruro.

Referencias

1. Ramakrishna, T.V., West, P.W. y Robinson, J.W., Anal. Chim. Acta, 39, 81-87 (1967).
2. Fleet, B., Liberty, K.V. y West, T.S., Talanta, 17, 203-210 (1970).



Bi (bismuto)

Peso atómico 209.00

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara (Nota 1)	10 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Aire
Estequiometría de la llama	Oxidante

Nota 1: La absorbancia es relativamente independiente de la corriente de la lámpara.

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
223.1	0.2	0.5-50
222.8	0.2	2-160
227.7	0.5	20-1,200
306.8	0.5	2-160

El uso de una llama ligeramente más oxidante y una corriente mayor de la lámpara mejorará la estabilidad de la señal.

Emisión de llama

Longitud de onda	223.1 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico

No se recomienda usar la emisión de llama para el bismuto debido a las malas características de emisión de dicho elemento.

Interferencias

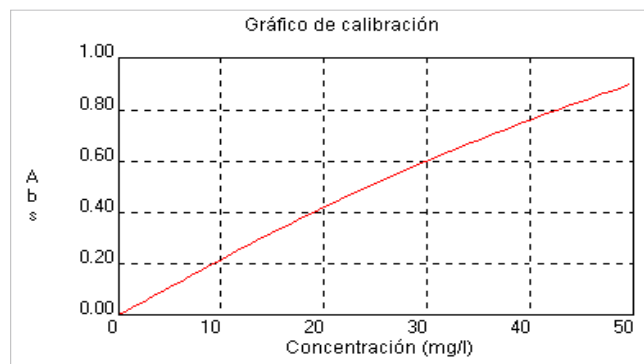
No se han detectado interferencias químicas a niveles de hasta 10,000 µg/ml de interferentes para la determinación de bismuto con una llama de aire y acetileno.

Método de generación de vapor

A bajas concentraciones, la mejor opción para la determinación de este elemento es la técnica de generación de vapor. Los detalles de los procedimientos adecuados se proporcionan en el manual de funcionamiento incluido con el accesorio de generación de vapor de Agilent y en la referencia 3.

Referencias

1. Brodie, K.G., Amer. Lab., 9, 73 (1977).
2. Brodie, K.G., Amer. Lab., 11, 58 (1979).
3. Agilent Instruments At Work, n.º AA-38.



Ca (calcio)

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	10 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico
Estequiometría de la llama	Reductora; cono rojo de 1-1.5 cm de altura

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
422.7	0.5	0.01-3
239.9	0.2	2-800

Emisión de llama

Longitud de onda	422.7 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico

La intensidad máxima se obtiene con una llama oxidante de óxido nítrico y acetileno (cono rojo de 1 mm de altura).

Interferencias

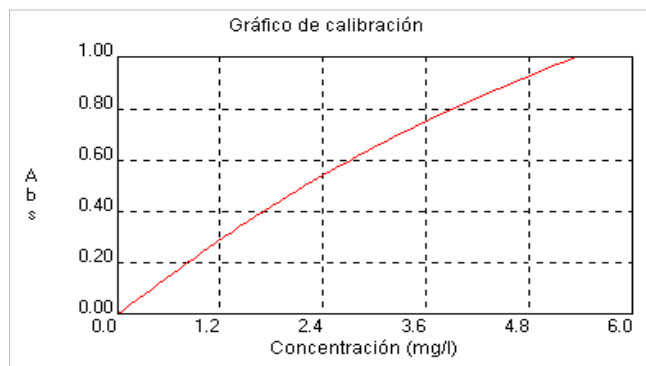
Las interferencias químicas en la llama de aire y acetileno son pronunciadas y se han documentado extensamente [1, 2, 3, 4]. Estas interferencias, que reducen la absorbancia del calcio, pueden eliminarse mediante el uso de un agente de liberación, como estroncio (5,000 µg/ml) o lantano (10,000 µg/ml). Por lo general, la adición de un agente de liberación se combina con el uso de soluciones emparejadas de muestra y patrón para evitar efectos de interferencia combinados.

La presencia de un exceso de sodio o potasio provoca una intensificación de la señal de un 5-10 % debido a la supresión de la ionización.

En la llama de óxido nítrico y acetileno, la principal interferencia se debe a la ionización del propio calcio. Esto se evita mediante la adición de un elemento más fácilmente ionizable, como potasio (2,000-5,000 µg/ml).

Referencias

1. Adams, P.B. y Passmore, W.O., Anal. Chem., 38 (4), 630 (1966).
2. Ramakrishna, T.V., et al., Anal. Chim. Acta, 40, 347 (1968).
3. Hwang, J.Y., y Sandomato, L., Anal. Chim. Acta, 48, 188 (1969).
4. Sastri, V.S., Chakrabarti, C.L. y Willis, D.E., Talanta, 16, 1093 (1969).



Cd (cadmio)

Peso atómico 112.4

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara (Nota 1) 4 mA
 Combustible (Nota 2) Acetileno
 Comburente Aire
 Estequiometría de la llama Oxidante

Nota 1: La absorbancia presenta una fuerte dependencia de la corriente de la lámpara.

Nota 2: La absorbancia presenta una fuerte dependencia de la estequiometría de la llama. Ajuste cuidadosamente el flujo de combustible para lograr una sensibilidad máxima.

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
228.8	0.5	0.02-3
326.1	0.5	20-1,000

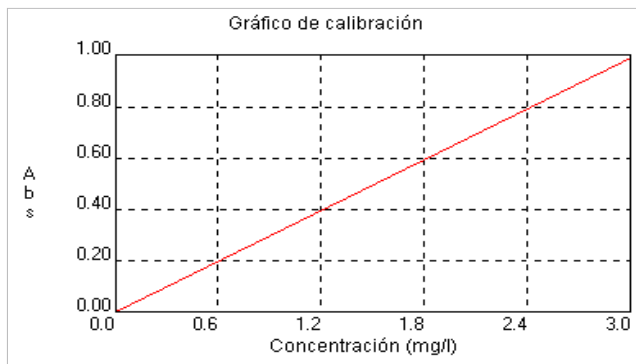
Emisión de llama

Longitud de onda 326.1 nm
 Anchura de rendija 0.1 nm
 Combustible Acetileno
 Comburente Óxido nítrico

El cadmio no se suele determinar mediante emisión de llama debido a las malas características de emisión de dicho elemento.

Interferencias

No se han observado interferencias químicas importantes en la llama de aire y acetileno.



Co (cobalto)

Peso atómico 58.93

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	7 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Aire
Estequiometría de la llama	Oxidante

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
240.7	0.2	0.05-15
304.4	0.5	1-200
346.6	0.2	2-500
347.4	0.2	4-1,000
391.0	0.2	150-30,000

Emisión de llama

Longitud de onda	345.4 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nitroso

Interferencias

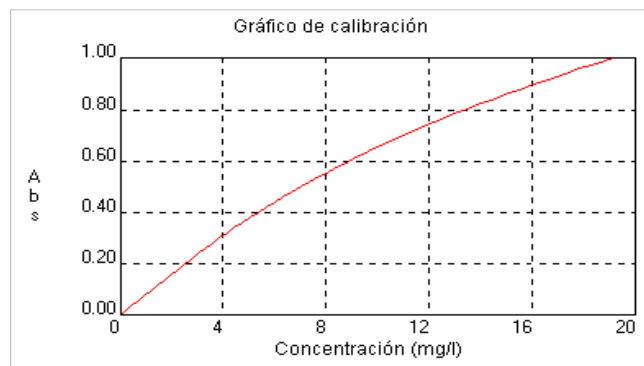
Se han observado pocas interferencias para el cobalto en la llama de aire y acetileno.

Se ha detectado que los niveles de níquel superiores a 1,500 µg/ml provocan una importante reducción de alrededor del 50 %.

Esta interferencia puede evitarse diluyendo las soluciones hasta lograr concentraciones de níquel inferiores a 1,500 µg/ml y usando una llama de óxido nitroso y acetileno.

Referencias

1. Ginzberg, V.L. y Satarina, G.I., Zhv Anal. Chem., 21, 5, 593 (1966).



Cr (cromo)

Peso atómico 52.00

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	7 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Aire
Estequiometría de la llama	Reductora

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
357.9	0.2	0.06-15
425.4	0.2	0.4-40
428.9	0.5	1-100
520.8	0.2	20-2,600
520.4	0.2	50-6,000

Emisión de llama

Longitud de onda	425.4 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nitroso

Interferencias

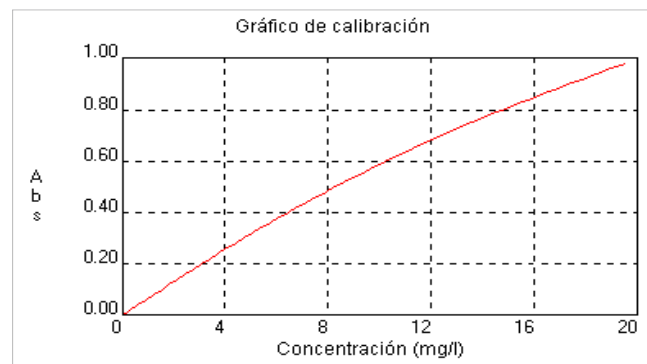
Se ha detectado que el cobalto, el hierro y el níquel (sobre todo en presencia de ácido perclórico) reducen la absorbancia del cromo.

Esto puede evitarse usando una llama oxidante de aire y acetileno o, preferiblemente, de óxido nitroso y acetileno. No es necesario utilizar un supresor de ionización.

Varios autores [1, 2, 3] han observado interferencias en la llama de aire y acetileno provocadas por el cobre, el bario, el aluminio, el magnesio y el calcio. La magnitud de las interferencias depende en gran medida de la estequiometría de la llama. Las interferencias pueden eliminarse mediante la optimización de la estequiometría o el uso de una llama de óxido nitroso y acetileno.

Referencias

1. Yanagisawa, M., Suzuhri, M. y Takreuchi, T., Anal. Chim. Acta, 52, 386-389 (1970).
2. Wilson, L., Anal. Chim. Acta, 40, 503-512 (1968).
3. Taylor, R.W., American Laboratory, noviembre, 33-35 (1970).



Cs (cesio)

Peso atómico 132.9

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara 20 mA
 Combustible Acetileno
 Comburente Aire
 Estequiometría de la llama Oxidante

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
852.1	1.0	0.04-5
894.5	1.0	0.06-24
455.5	0.5	4-1,200
459.3	0.2	15-4,000

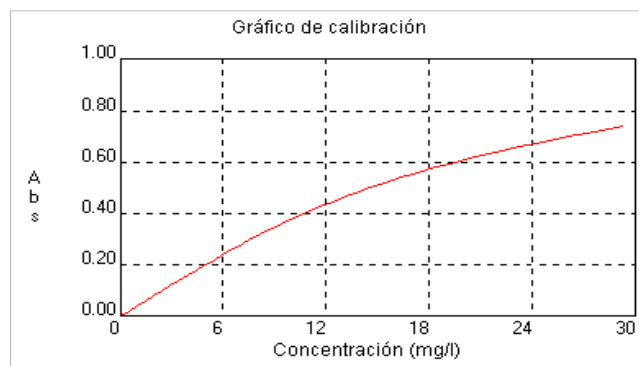
Emisión de llama

Longitud de onda 852.1 nm
 Anchura de rendija 0.1 nm
 Combustible Acetileno
 Comburente Aire

Para evitar que se produzcan interferencias espectrales de segundo orden, se recomienda usar un filtro de corte de longitudes de onda inferiores a 600 nm.

Interferencias

La llama de aire y acetileno ioniza parcialmente el cesio. Para eliminar la ionización, añada una solución de nitrato o cloruro de potasio hasta obtener una concentración final de 2,000 µg/ml de potasio en todas las soluciones, incluido el blanco.



Cu (cobre)

Peso atómico 63.54

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	4 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Aire
Estequiometría de la llama	Oxidante

Condiciones de trabajo (variables)

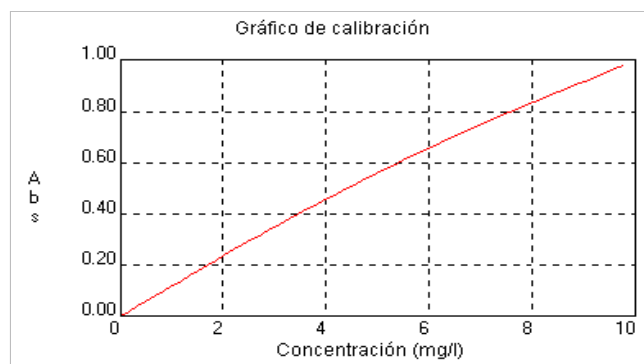
Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
324.7	0.5	0.03-10
327.4	0.2	0.1-24
217.9	0.2	0.2-60
218.2	0.2	0.3-80
222.6	0.2	1-280
249.2	0.5	4-800
244.2	1.0	10-2,000

Emisión de llama

Longitud de onda	327.4 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nitroso

Interferencias

No se han informado interferencias para el cobre en la llama de aire y acetileno, pero se ha observado una cierta reducción con relaciones de Zn-Cu elevadas. Esto puede minimizarse mediante el uso de una llama de aire y acetileno con mezcla pobre o una llama de óxido nitroso y acetileno.



Dy (disprosio)

Peso atómico 162.5

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
421.2	0.2	0.3-150
419.5	0.2	1-260
419.2	0.2	5-2,800
422.5	0.2	10-4,000
421.8	0.2	15-10,000

Emisión de llama

Longitud de onda	526.5 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nitroso

Por debajo de 10 µg/ml, se recomienda la determinación por emisión de llama; no obstante, la longitud de onda necesaria debe aislarse de forma precisa para evitar interferencias espectrales de otras tierras raras. Para altas concentraciones, se suele usar la absorción atómica.

Interferencias

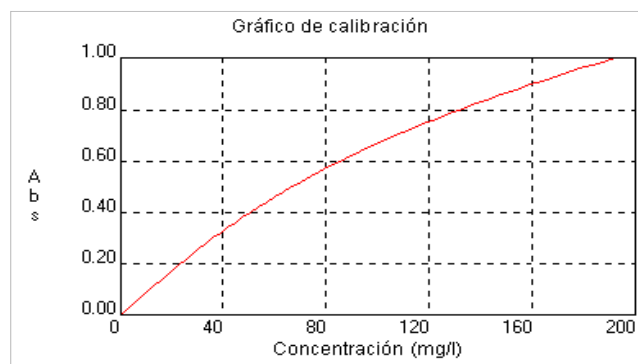
Se ha detectado que el ácido fluorhídrico, el aluminio y el silicio reducen la absorbancia un 90 %. Las interferencias se ven potenciadas por la presencia de sodio.

Generalmente, las interferencias de este tipo pueden evitarse mediante la precipitación de óxidos de tierras raras y la posterior disolución en ácido clorhídrico diluido.

La llama de óxido nitroso y acetileno ioniza parcialmente el disprosio. Para eliminar la ionización, añada una solución de nitrato o cloruro de potasio hasta obtener una concentración final de 4,000 µg/ml de potasio en todas las soluciones, incluido el blanco.

Referencias

1. Kinnunen, J. y Lindsjo, O., Chemist-Analyst, 56, 76-78 (1967).



Er (erbio)

Peso atómico 167.3

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	10 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico
Estequiometría de la llama	Reductora; cono rojo de 1-2 cm de altura

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
400.8	0.5	0.5-150
389.3	0.5	2-560
402.1	0.2	5-1,000
408.8	0.2	18-4,000

Emisión de llama

Longitud de onda	400.8 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico

Por debajo de 10 µg/ml, se recomienda la determinación por emisión de llama; no obstante, la longitud de onda necesaria debe aislarse de forma precisa para evitar interferencias espectrales de otras tierras raras. Para altas concentraciones, se suele usar la absorción atómica.

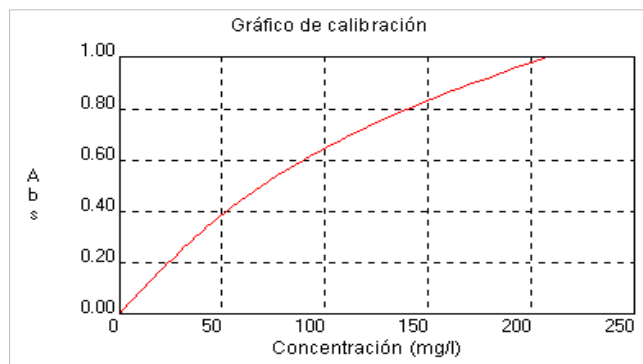
Interferencias

Al igual que sucede con otras tierras raras, se han observado interferencias importantes en presencia de ácido fluorhídrico, aluminio y silicio, sobre todo cuando la medición se lleva a cabo en presencia de sodio.

La llama de óxido nítrico y acetileno ioniza parcialmente el erbio. Para eliminar la ionización, añada una solución de nitrato o cloruro de potasio hasta obtener una concentración final de 4,000 µg/ml de potasio en todas las soluciones, incluido el blanco.

Referencias

1. Kinnunen, J. y Lindsjo, O., Chemist-Analyst, 56, 76-78 (1967).



Eu (europio)

Peso atómico 152.0

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	10 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico
Estequiometría de la llama	Reductora; cono rojo de 1-2 cm

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
459.4	1.0	15-60
333.4	0.5	5,000-20,000

Emisión de llama

Longitud de onda	459.4 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico

Por debajo de 10 µg/ml, se recomienda la determinación por emisión de llama; no obstante, la longitud de onda necesaria debe aislarse de forma precisa para evitar interferencias espectrales de otras tierras raras. Para altas concentraciones, se suele usar la absorción atómica.

Interferencias

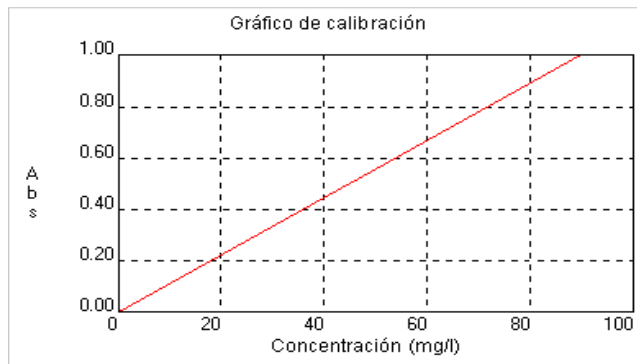
Al igual que sucede con otras tierras raras, se han observado interferencias importantes en presencia de ácido fluorhídrico, silicio y aluminio cuando la medición se lleva a cabo en presencia de sodio.

Las interferencias pueden minimizarse mediante la precipitación de óxidos de tierras raras y la posterior disolución en ácido clorhídrico.

La llama de óxido nítrico y acetileno ioniza parcialmente el europio. Para eliminar la ionización, añada una solución de nitrato o cloruro de potasio hasta obtener una concentración final de 4,000 µg/ml de potasio en todas las soluciones, incluido el blanco.

Referencias

1. Kinnunen, J. y Lindsjo, O., Chemist-Analyst, 56, 25-27 (1967).



Fe (hierro)

Peso atómico 55.85

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	5 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Aire
Estequiometría de la llama	Oxidante

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
248.3	0.2	0.06-15
372.0	0.2	1-100
386.0	0.2	1.5-200
392.0	0.2	20-3,200

Emisión de llama

Longitud de onda	372.0 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Aire

Interferencias

Se ha detectado que la interferencia del ácido cítrico (1) reduce la absorbancia hasta un 50 % con una concentración de ácido cítrico de 200 µg/ml. El ajuste de la estequiometría de la llama no permite eliminar este efecto. Las interferencias se minimizan midiendo la absorbancia en presencia de ácido fosfórico.

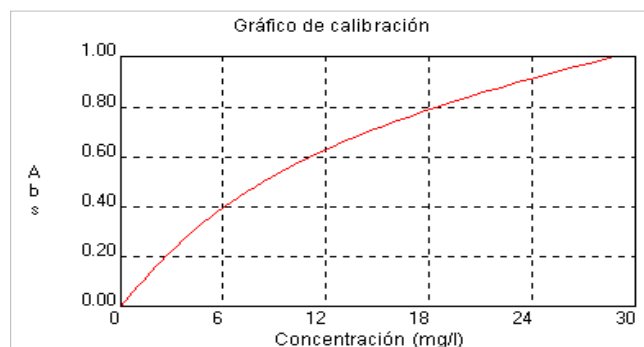
Es necesario seleccionar una altura óptima del quemador para lograr un grado de libertad máximo respecto a las interferencias.

Existen ciertas pruebas de que las altas concentraciones de sulfato provocan una ligera reducción en la determinación del hierro.

Se ha comprobado que el uso de una llama de óxido nitroso y acetileno elimina todas las interferencias.

Referencias

1. Roos, J.T.H. y Price, W.J., Spectrochimica Acta, 26B, 279-284 (1971).
2. Van Loon, J.C. y Parissis, C.M., Analyst, 94, 1057-1062 (1969).



Ga (galio)

Peso atómico 69.72

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	4 mA
(Nota 1)	
Combustible	Acetileno
Comburente	Aire
Estequiometría de la llama	Oxidante

Nota 1: La absorbancia presenta una elevada dependencia de la corriente de la lámpara.

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
294.4	0.5	1-200
287.4	0.5	2-240
272.0	0.5	30-5,200

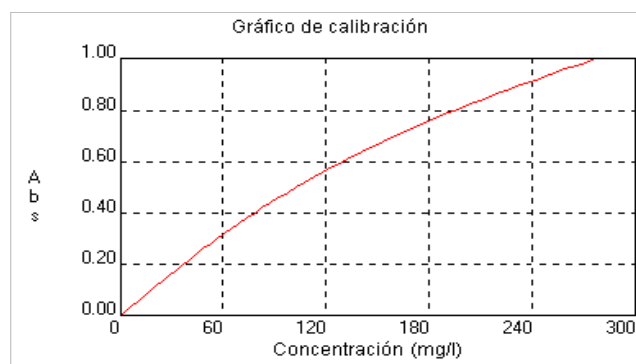
Emisión de llama

Longitud de onda	403.3 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nitroso

Interferencias

No se han informado interferencias que afecten a la medición de absorción atómica usando una llama de aire y acetileno. Todas las interferencias pueden eliminarse rápidamente mediante el uso de una llama de óxido nitroso y acetileno con una pequeña pérdida de sensibilidad. La llama de óxido nitroso y acetileno ioniza parcialmente el galio. Para eliminar la ionización, añada una solución de nitrato o cloruro de potasio hasta obtener una concentración final de 2,000 µg/ml de potasio en todas las soluciones, incluido el blanco.

Para la determinación por emisión, el manganeso provoca interferencias espectrales debido a que emite a 403.3 nm. Este problema puede resolverse utilizando la línea de 417.2 nm y estableciendo la línea base mediante un barrido.



Gd (gadolinio)

Peso atómico 157.25

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	20 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico
Estequiometría de la llama	Reductora; cono rojo de 1-2 cm de altura

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
368.4	0.2	20-6,000
405.8	0.2	35-8,000
419.1	0.2	90-16,000

Emisión de llama

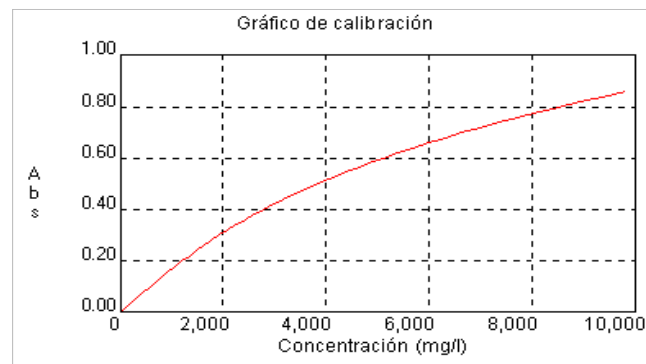
Longitud de onda	461.7 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico

Por debajo de 500 µg/ml, se recomienda la determinación por emisión de llama; no obstante, la longitud de onda necesaria debe aislarse de forma precisa para evitar interferencias espectrales de otras tierras raras. Para altas concentraciones, se suele usar la absorción atómica.

Interferencias

La llama de óxido nítrico y acetileno ioniza parcialmente el gadolinio. Para eliminar la ionización, añada una solución de nitrato o cloruro de potasio hasta obtener una concentración final de 2,000 µg/ml de potasio en todas las soluciones, incluido el blanco.

El ácido fluorhídrico, el hierro, el aluminio y el silicio reducen sensiblemente la absorbancia del gadolinio cuando están presentes a concentraciones superiores a 500 µg/ml.



Ge (germanio)

Peso atómico 72.59

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara (Nota 1)	5 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico
Estequiometría de la llama	Reductora; cono rojo (Nota 2) de 1-2 cm de altura

Nota 1: La absorbancia presenta una ligera dependencia de la corriente de la lámpara.

Nota 2: Ajuste cuidadosamente el flujo de combustible para obtener una sensibilidad óptima.

Condiciones de trabajo (variables)

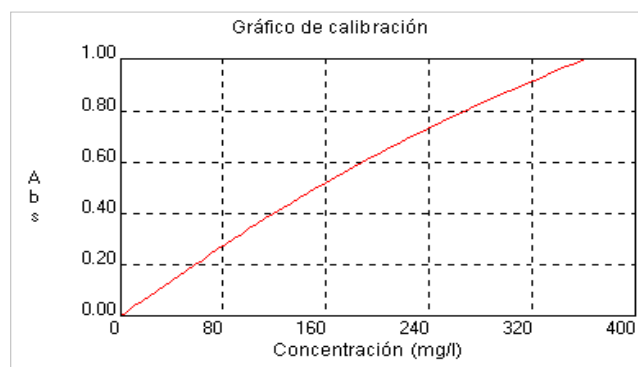
Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
265.1 265.2	1.0	2-300
271.0	0.5	5-600
269.1	0.5	10-1,400
303.9	0.5	40-4,200

Emisión de llama

Longitud de onda	265.1 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico

Interferencias

No se han informado interferencias químicas.



Hf (hafnio)

Peso atómico 178.5

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	10 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico
Estequiometría de la llama	Reductora; cono rojo de 1-2 cm de altura

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
307.3	0.2	20-3,000
368.2	0.5	140-11,000
377.8	0.5	250-20,000

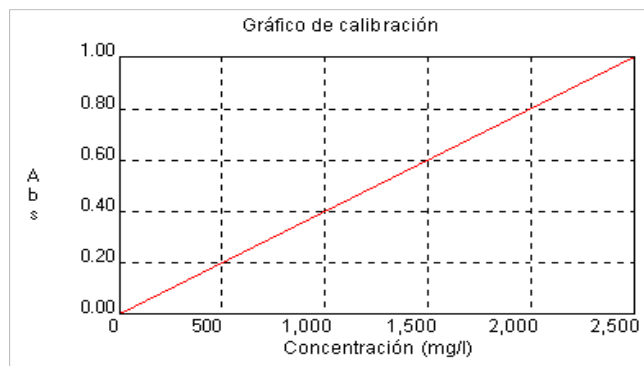
Emisión de llama

Longitud de onda	368.2 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico

El hafnio se suele determinar por absorción atómica.

Interferencias

Se ha observado que el ácido sulfúrico, el ácido fluorhídrico y los metales alcalinos y alcalinotérreos reducen la absorbancia del hafnio. La mayoría de los metales de transición generan interferencias. En muchos casos, los interferentes afectan a la absorbancia cuando están presentes a concentraciones de incluso solo 50 µg/ml con una concentración de hafnio de 100 µg/ml. El uso de una llama oxidante de óxido nítrico y acetileno puede minimizar la mayoría de estos efectos. Sin embargo, se recomienda desarrollar técnicas analíticas donde las concentraciones de interferentes sean mínimas. Las matrices de las soluciones de muestra y patrón deben emparejarse cuidadosamente.



Hg (mercurio)

Peso atómico 200.59

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	4 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Aire
Estequiometría de la llama	Oxidante

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	253.7
Anchura de rendija (nm)	0.5
Rango óptimo de trabajo	2-400 (µg/ml)

Método de generación de vapor

A bajas concentraciones, este elemento puede determinarse mediante la técnica de generación de vapor. Los detalles de los procedimientos adecuados se proporcionan en el manual de funcionamiento incluido con el accesorio de generación de vapor de Agilent. Consulte también la referencia 5.

Emisión de llama

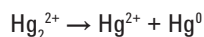
Longitud de onda	253.7 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico

El mercurio no se suele determinar mediante emisión de llama.

Interferencias

El mercurio (I) y el mercurio (II) muestran diferentes sensibilidades en la llama de aire y acetileno.

El mercurio (I) es más sensible debido a la reacción de desproporción.



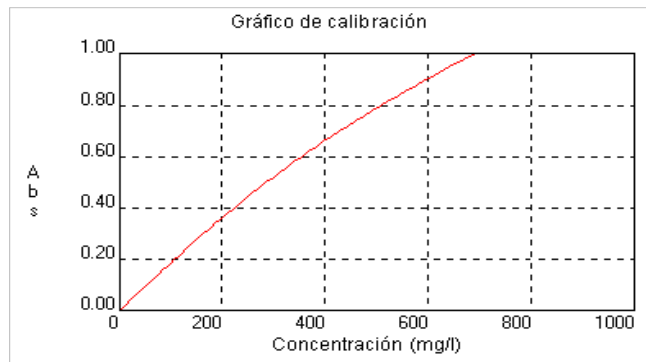
El mercurio elemental se atomiza fácilmente con una eficiencia del 100 %.

La técnica de vapor frío puede utilizarse para la determinación de trazas de mercurio (1, 5). Los iones metálicos que se reduzcan al estado elemental debido al cloruro estañoso pueden interferir con el método de vapor frío. Pueden amalgamarse o formar compuestos estables con el mercurio [2, 3].

Tanto para la técnica de llama como para la de vapor frío, se recomienda verificar la ausencia de absorción no atómica.

Referencias

1. Poluektov, N.S., y Vitkun, R.A., Zhur. Anal. Chim., 18 (1), 37 (1963).
2. Poluektov, N.S., Vitkun, R.A. y Zelukova, Y.V., ibid., 19 (8), 937 (1964).
3. Brodie, K.G., Amer. Lab., 9, 73 (1977).
4. Brodie, K.G., Amer. Lab., 11, 58 (1979).
5. Agilent Instruments At Work, n.º AA-38.



Ho (holmio)

Peso atómico 164.9

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	20 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico
Estequiometría de la llama	Reductora; cono rojo de 1-2 cm de altura

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
410.4	0.2	0.4-200
412.7	0.2	4-2,000
425.4	0.5	30-12,000

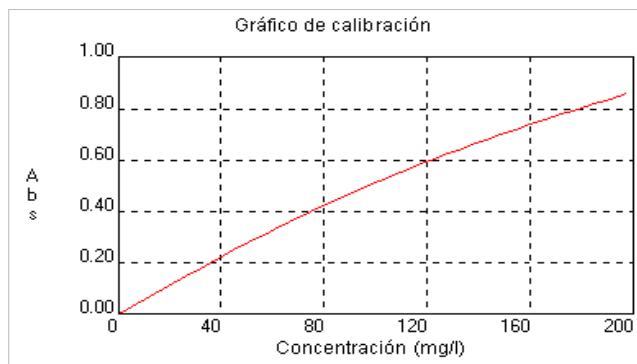
Emisión de llama

Longitud de onda	559.0 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico

Por debajo de 25 µg/ml, se recomienda la determinación por emisión de llama; no obstante, la longitud de onda necesaria debe aislarse de forma precisa para evitar interferencias espectrales de otras tierras raras. Para altas concentraciones, se suele usar la absorción atómica.

Interferencias

La llama de óxido nítrico y acetileno ioniza parcialmente el holmio. Para eliminar la ionización, añada una solución de nitrato o cloruro de potasio hasta obtener una concentración final de 2,000 µg/ml de potasio en todas las soluciones, incluido el blanco. Se ha detectado que el ácido fluorhídrico, el aluminio y el silicio reducen la absorbancia del holmio.



In (indio)

Peso atómico 114.8

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	5 mA
Combustible (Nota 1)	Acetileno
Comburente	Aire
Estequiometría de la llama	Oxidante

Nota 1: El flujo de combustible debe ajustarse cuidadosamente para lograr sensibilidad y condiciones de límite de detección óptimas.

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
303.9	0.5	0.4-40
271.0	0.2	12-1,600

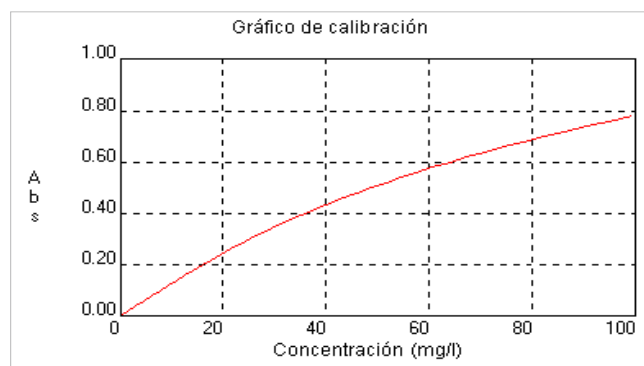
Emisión de llama

Longitud de onda	451.1 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nitroso
Estequiometría de la llama	Oxidante; cono rojo de 0.5 cm de altura

Interferencias

La llama de óxido nitroso y acetileno ioniza sustancialmente el indio. Para eliminar la ionización, añada una solución de nitrato o cloruro de potasio hasta obtener una concentración final de 2,000 µg/ml de potasio en todas las soluciones, incluido el blanco.

Los elementos como el aluminio, el silicio, el hierro, el estaño y el cinc producen pequeñas interferencias en la llama de óxido nitroso y acetileno. La mejor manera de evitarlas es el emparejamiento cuidadoso de las matrices de las soluciones de patrones y muestras.



Ir (iridio)

Peso atómico 192.2

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	10 mA
Combustible (Nota 1)	Acetileno
Comburente	Aire
Estequiometría de la llama	Reductora; ligeramente luminosa

Nota 1: La absorbancia presenta una elevada dependencia de la estequiometría de la llama y es necesario optimizar cuidadosamente el flujo de acetileno.

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
208.9	0.2	5-200
264.0	0.2	12-480
266.5	0.2	15-560
254.4	0.2	20-720

Emisión de llama

Longitud de onda	380.0 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nitroso

El iridio se suele determinar por absorción atómica.

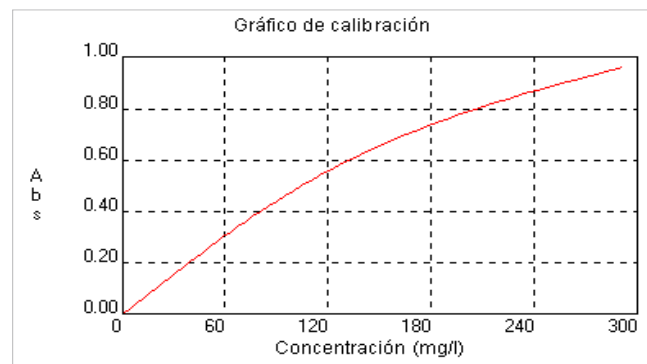
Interferencias

Las interferencias químicas en la llama de aire y acetileno son extremadamente variadas [1]. En soluciones sencillas, el efecto de un determinado elemento dependerá en gran medida de la relación de concentración del iridio y el interferente. Por lo general, el aluminio, el cobre, el plomo, el platino, el sodio y el potasio incrementarán la absorbancia más de un 50 %; el titanio, el estaño, el níquel, el hierro y el paladio tienden a debilitar la señal en una magnitud superior al 30 %. El patrón de interferencia en matrices complejas de menas, minerales, etc., resulta extremadamente difícil de clasificar.

Afortunadamente, existe una forma empírica de resolver los efectos de las principales interferencias [2]. A pesar de que, al igual que para muchos agentes de liberación, las características químicas de la reacción no se han investigado, se ha detectado que una mezcla de cobre y sodio (7,000 µg/ml de Cu y 3,000 µg/ml de Na) resulta muy eficaz para contrarrestar las interferencias. Esta mezcla se prepara a partir de las sales de sulfatos de los elementos correspondientes. También se ha usado nitrato de cobre con una concentración mucho más elevada (20,000 µg/ml de Cu) para resolver estas interferencias [3].

Referencias

1. Van Loon, J.C., Atomic Abs. Newsletter, 8 (1), 6 (1969).
2. Grimaldi, F.S. y Schnepfe, M.M., Talanta, 17, 617 (1970).
3. Houze, A.A.G., Journal South African Chem. Inst., 23, 115 (1970).



K (potasio)

Peso atómico 39.10

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara 5 mA
 Combustible (Nota 1) Acetileno
 Comburente Aire
 Estequiometría de la llama Oxidante

Nota 1: Se suele usar una llama de aire y acetileno porque reduce las interferencias y mejora la relación señal-ruido.

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
766.5	1.0	0.03-2.0
769.9	1.0	0.1-6.0
404.4	0.5	15-800

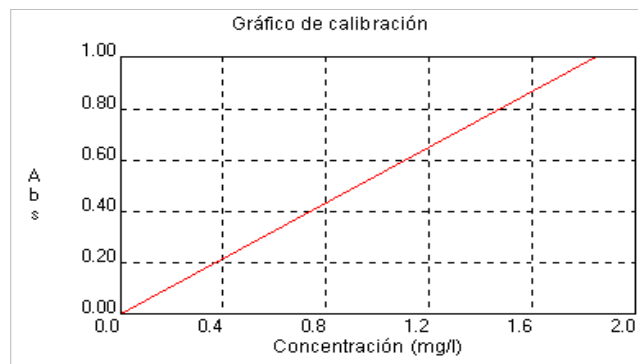
Emisión de llama

Longitud de onda 766.5 nm
 Anchura de rendija 0.1 nm
 Combustible Acetileno
 Comburente Aire

La determinación del potasio por emisión de llama está limitada por la estabilidad de la llama y por la "absorción" de potasio del aire y los recipientes de almacenamiento. Puede utilizarse una llama de aire y acetileno si se agrega un supresor de ionización.

Interferencias

La llama de aire y acetileno ioniza parcialmente el potasio. Para eliminar la ionización, añada una solución de nitrato o cloruro de cesio hasta obtener una concentración final de 1,000 µg/ml de cesio en todas las soluciones, incluido el blanco. Debe utilizarse el compuesto de cesio más puro disponible para evitar la contaminación del potasio.



La (lantano)

Peso atómico 138.9

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	20 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico
Estequiometría de la llama	Reductora; cono rojo de 1.5-2 cm

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
550.1	0.2	20-10,000
403.7	0.5	50-24,000
357.4	0.5	120-52,000

Emisión de llama

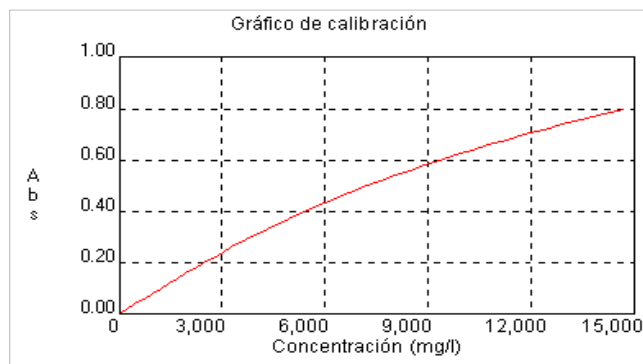
Longitud de onda	441.7 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico

La señal de emisión de llama del lantano es bastante intensa. Por lo tanto, se recomienda la determinación por emisión de llama; no obstante, la longitud de onda necesaria debe aislarse de forma precisa para evitar interferencias espectrales de otras tierras raras.

Interferencias

La llama de óxido nítrico y acetileno ioniza parcialmente el lantano. Para eliminar la ionización, añada una solución de nitrato o cloruro de potasio hasta obtener una concentración final de 5,000 µg/ml de potasio en todas las soluciones, incluido el blanco.

Las señales de absorción y emisión del lantano se debilitan en presencia de fosfatos, fluoruros, silicio, aluminio, hierro y otras tierras raras. En la bibliografía pueden encontrarse numerosos procedimientos de extracción en disolvente; un método sencillo es la extracción a pH = 7 con ácido cítrico 0.1 M en hexano. De lo contrario, será necesario emparejar de forma rigurosa las soluciones de muestra y patrón para controlar las interferencias. No se ha descubierto ningún agente de liberación química.



Li (litio)

Peso atómico 6.939

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	5 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Aire
Estequiometría de la llama	Oxidante

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
670.8	1.0	0.02-5
323.3	0.2	10-2,000
610.4	0.5	200-32,000

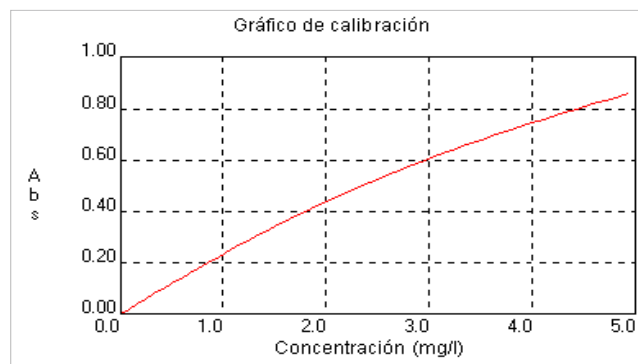
A 670.8 nm, se recomienda usar un filtro de corte preciso para evitar interferencias de segundo orden provocadas por la línea de 335.5 nm de neón emitida por la lámpara.

Emisión de llama

Longitud de onda	670.8 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Aire

Interferencias

En la llama de aire y acetileno se produce una ionización apreciable y es necesario emparejar todas las soluciones en lo que respecta a los elementos fácilmente ionizables, como Na, K, Rb, Cs, Ca, Sr y Ba. La ionización se eliminará si todas las soluciones se preparan de tal forma que contengan 2,000 µg/ml de potasio. No se conocen interferencias químicas.



Lu (lutecio)

Peso atómico 175.0

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	10 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico
Estequiometría de la llama	Reductora; cono rojo de 1-2 cm

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
336.0	1.0	3-2,000
356.8	0.5	5-2,400
331.2	0.5	7-3,200
337.7	0.5	8-3,600

Emisión de llama

Longitud de onda	466.2 o 451.9 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico

Tenga en cuenta que la emisión a 466.2 nm se debe a la banda LuO, mientras que a 451.9 nm la emisión es una línea creada por los átomos de Lu.

La señal de emisión de llama del lutecio es bastante intensa. Por debajo de 400 µg/ml, se recomienda la determinación por emisión de llama; no obstante, la longitud de onda necesaria debe aislarse de forma precisa para evitar interferencias espectrales de otras tierras raras. Para altas concentraciones, se suele usar la absorción atómica.

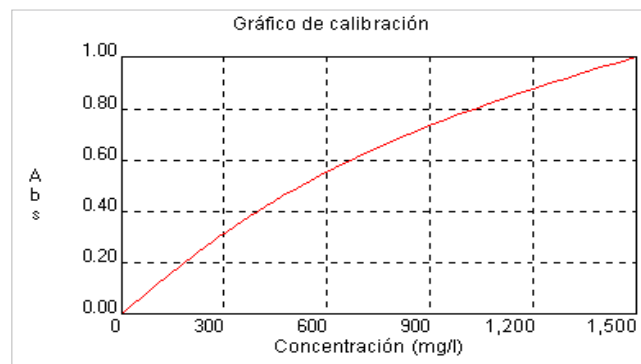
Interferencias

La llama de óxido nítrico y acetileno ioniza parcialmente el lutecio. Para eliminar la ionización, añada una solución de nitrato o cloruro de potasio hasta obtener una concentración final de 2,000 µg/ml de potasio en todas las soluciones, incluido el blanco.

Las señales de absorbancia y emisión se debilitan en presencia de fosfatos, fluoruros, silicio, aluminio, hierro y el resto de las tierras raras. Existen métodos inespecíficos de extracción en disolvente para evitar algunas de estas interferencias. No se conocen agentes de liberación química.

Referencias

1. Rains, T.C., House, H.P. y Menis, O., Anal. Chim. Acta, 22, 315 (1960).



Mg (magnesio)

Peso atómico 24.31

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	4 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Aire
Estequiometría de la llama	Oxidante

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
285.2	0.5	0.003-1
202.6	1.0	0.15-20
NOTA La sensibilidad presenta una fuerte dependencia de la corriente de la lámpara.		

Emisión de llama

Longitud de onda	285.2 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nitroso

Interferencias

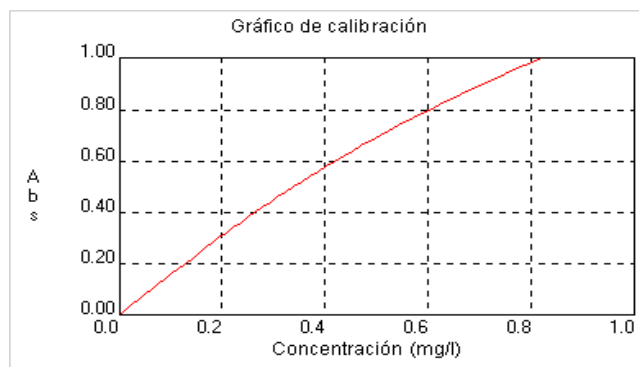
Las interferencias más frecuentes en la llama de aire y acetileno pueden evitarse mediante la adición de un exceso conocido de un agente de liberación, como estroncio (1,000-5,000 µg/ml) o lantano (10,000 µg/ml). Las soluciones que contienen 200 µg/ml de interferente y 0.4 µg/ml de Mg presentan el siguiente patrón de interferencia:

Absorbancia del magnesio		Absorbancia del magnesio	
Al	-24 %	SiO ₃	-42 %
Li	+10 %	CO ₃	-17 %
Ti	-16 %	SeO ₃	-14 %
Zr	-9 %		

En la llama de óxido nitroso y acetileno no se observan interferencias, excepto un aumento general de la absorbancia del 15 % asociado a los metales alcalinos debido a la supresión de la ionización.

Referencias

1. Halls, D.J. y Townshend, A., Anal. Chim. Acta, 38, 278 (1966).
2. Firman, R.J., Spectrochim. Acta, 21, 341 (1965).
3. Ramakrishna, T.V., West, P.W. y Robinson, J.W., Anal. Chim. Acta. 40, 347 (1968).



Mn (manganeso)

Peso atómico 54.94

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	5 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Aire
Estequiometría de la llama	Oxidante

También se puede usar una llama de óxido nítrico y acetileno, pero la sensibilidad será menor.

Condiciones de trabajo (variables)

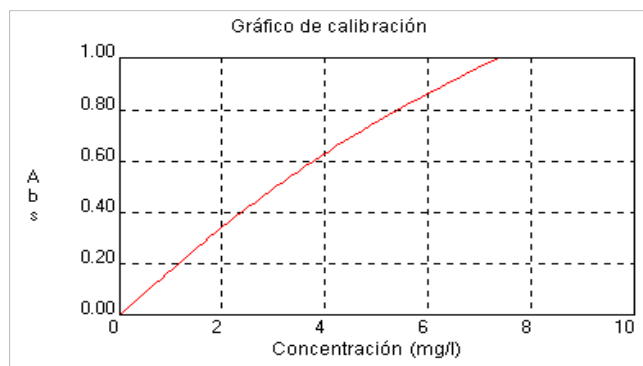
Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
279.5	0.2	0.02-5
403.1	0.2	0.5-60
321.7	0.2	100-14,000

Emisión de llama

Longitud de onda	403.1 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico

Interferencias

En una llama reductora de aire y acetileno, la absorbancia disminuirá en presencia de fosfato, perclorato, hierro, níquel, silicio y cobalto. En una llama oxidante de aire y acetileno u óxido nítrico y acetileno, estas interferencias no se producirán. Por lo general, no será necesario usar un agente de liberación.



Mo (molibdeno)

Peso atómico 95.94

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	7 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico
Estequiometría de la llama	Fuertemente reductora; cono rojo de 2-3 cm.

Puede utilizarse una llama de aire y acetileno luminosa y brillante, pero la sensibilidad será menor y los efectos de interferencia aumentarán.

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
313.3	0.5	0.2-100
320.9	0.2	5-1,000

Pueden utilizarse muchas otras longitudes de onda (consulte la referencia 1).

Emisión de llama

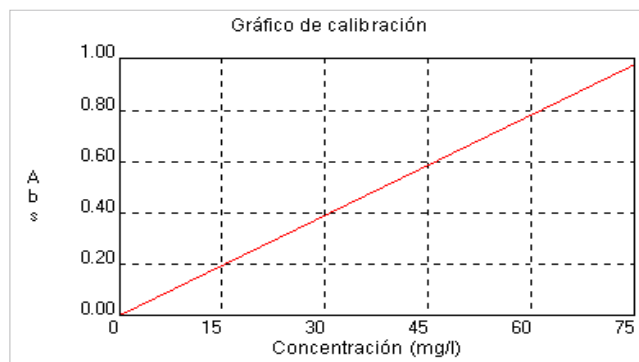
Longitud de onda	390.3 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico

Interferencias

Existen afirmaciones contradictorias en relación con las interferencias en la absorción atómica del molibdeno. Algunos usuarios no han hallado interferencias, mientras que otros han encontrado interferencias importantes de todo tipo de metales, lo que aparentemente depende de las condiciones de la solución. Para la llama recomendada de óxido nítrico y acetileno, las interferencias pueden eliminarse agregando un exceso de un elemento refractario (1,000 µg/ml de Al).

Referencias

- David, D.J., Analyst, 86, 730 (1961).
- Ramakrishna, T.V., West, P.W. y Robinson, J.W., Anal. Chim. Acta. 44, 437 (1969).
- Kirkbright, G.D., Smith, A.M. y West, T.S., Analyst, 91, 700 (1966).



Na (sodio)

Peso atómico 22.99

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara 5 mA
Combustible Acetileno
Comburente Aire
Estequiometría de la llama Oxidante

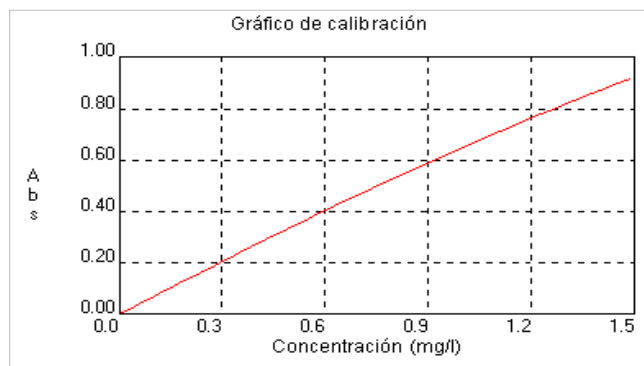
Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
589.0	0.5	0.002-1.0
589.6	1.0	0.01-2.0
330.2 330.3	0.5	2-400

Emisión de llama

Longitud de onda 589.0 nm
Anchura de rendija 0.1 nm
Combustible Acetileno
Comburente Aire

Interferencias

La llama de aire y acetileno ioniza parcialmente el sodio. Para eliminar la ionización, añada una solución de nitrato o cloruro de potasio hasta obtener una concentración final de 2,000 µg/ml de potasio en todas las soluciones, incluido el blanco.



Nb (niobio)

Peso atómico 92.91

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara 20 mA
Combustible Acetileno
Comburente Óxido nítrico
Estequiometría de la llama Reductora; cono rojo de 1-2 cm

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
334.9	0.2	20-6,000
358.0	0.5	20-6,000
408.0	0.5	22-7,000
405.9	0.5	22-7,000

Emisión de llama

Longitud de onda 405.9 nm
Anchura de rendija 0.1 nm
Combustible Acetileno
Comburente Óxido nítrico

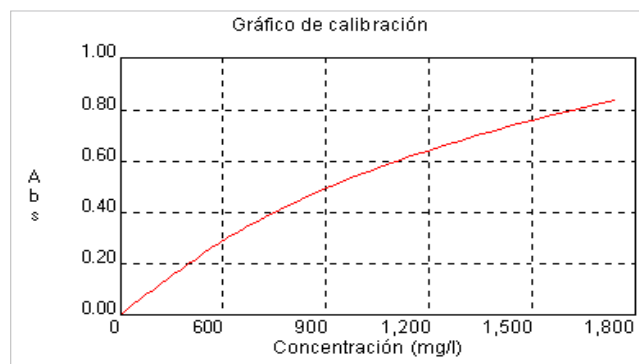
Interferencias

El ácido fluorhídrico incrementa la señal de absorbancia hasta un 2 % de HF, pero la señal se hace más débil con concentraciones mayores. El sodio, en presencia de un 2 % de HF, debilita la señal. De forma análoga al circonio, se prevé que la presencia de NH_4F 0.1 M elimine algunas de estas interferencias y mejore la señal, aunque no se han publicado datos relativos al Nb.

El niobio sufre una ionización apreciable en la llama de óxido nítrico y acetileno; por lo tanto, se recomienda agregar cloruro de potasio a aproximadamente el 0.1 % como supresor de ionización.

Referencias

1. Thomas, P.E. y Pickering, W.F., Talanta, 18, 127 (1971).
2. Bond, A.M., Anal. Chem., 42, 932 (1970).
3. Sastri, V.S., Chakrabarti, C.L. y Willis, D.E., Talanta, 16, 1093 (1969).



Nd (neodimio)

Peso atómico 144.2

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	20 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico
Estequiometría de la llama	Reductora; cono rojo de 1-2 cm

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
492.5	0.2	10-1,500
486.7	0.2	80-10,000

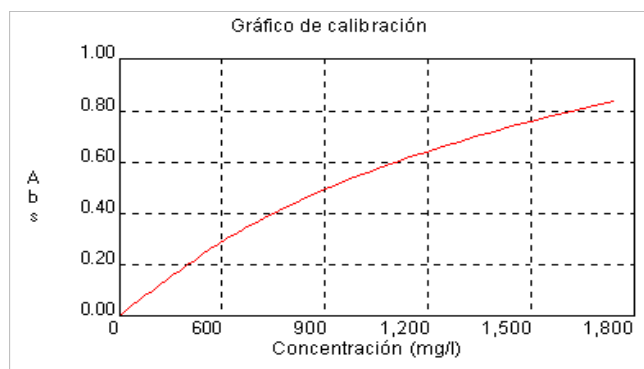
Emisión de llama

Longitud de onda	660.8 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico

La señal de emisión de llama del neodimio es bastante intensa. Por debajo de 350 µg/ml, se recomienda la determinación por emisión de llama; no obstante, la longitud de onda necesaria debe aislarse de forma precisa para evitar interferencias espectrales de otras tierras raras. Para altas concentraciones, se suele usar la absorción atómica.

Interferencias

La llama de óxido nítrico y acetileno ioniza parcialmente el neodimio. Para eliminar la ionización, añada una solución de nitrato o cloruro de potasio hasta obtener una concentración final de 2,000 µg/ml de potasio en todas las soluciones, incluido el blanco. La señal se debilita en presencia de una concentración de 500 µg/ml de silicio, aluminio, hierro, titanio o fluoruro. Una llama más oxidante reducirá estos efectos.



Ni (níquel)

Peso atómico 58.71

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	4 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Aire
Estequiometría de la llama	Oxidante

También se puede usar una llama de óxido nítrico y acetileno, aunque la sensibilidad será menor.

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
232.0	0.2	0.1-20
341.5	0.2	1-100
352.5	0.5	1-100
351.5	0.5	3-180
362.5	0.5	100-8,000

NOTA Se recomienda usar la línea de 352.5 nm, ya que la calibración es menos curvada en el rango de trabajo y la señal es menos sensible a la absorbancia no atómica que en la línea de 232.0 nm, más sensible.

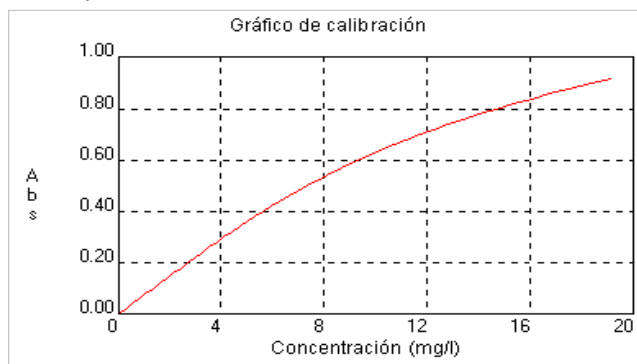
Emisión de llama

Longitud de onda	341.5 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico

Interferencias

En la longitud de onda de 232.0 nm, las especies no atómicas presentan una absorción intensa en la llama. Si la muestra tiene una elevada concentración de sólidos disueltos, será necesario corregir la absorción no atómica usando el corrector de ruido de fondo. A 352.5 nm, este efecto es despreciable incluso para soluciones con alto contenido de matriz.

En una solución de ácido clorhídrico y perclórico, se ha observado una ligera reducción de la absorbancia (5 %) en presencia de hierro, cobalto y cromo. Los efectos se minimizan en una llama más oxidante, mientras que en la llama de óxido nítrico y acetileno no se observan interferencias.



Os (osmio)

Peso atómico 190.2

NOTA	Las soluciones de osmio pueden ser inestables, por lo que habrá que preparar las soluciones patrón justo antes de usarlas.
ADVERTENCIA	Peligro por toxicidad Evite manipular soluciones de osmio o respirar vapores de osmio, ya que son tóxicos.



Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	20 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico
Estequiometría de la llama	Reductora; cono rojo de 1-2 cm

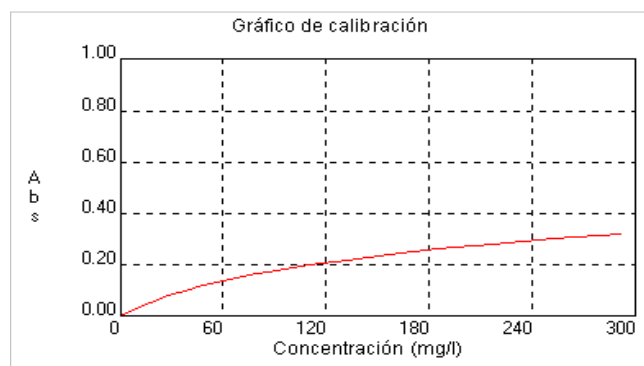
También se puede usar una llama de aire y acetileno, pero la sensibilidad será menor.

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
290.9	0.2	1-300
426.1	1.0	20-3,200

Emisión de llama

Longitud de onda	426.1 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico



P (fósforo)

Peso atómico 30.97

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	10 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico
Estequiometría de la llama	Reductora; cono rojo de 1-2 cm

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
213.6	1.0	400-30,000

NOTA La linealidad mejorará al reducir la anchura de rendija. Asimismo, la relación señal-ruido aumentará.

Emisión de llama

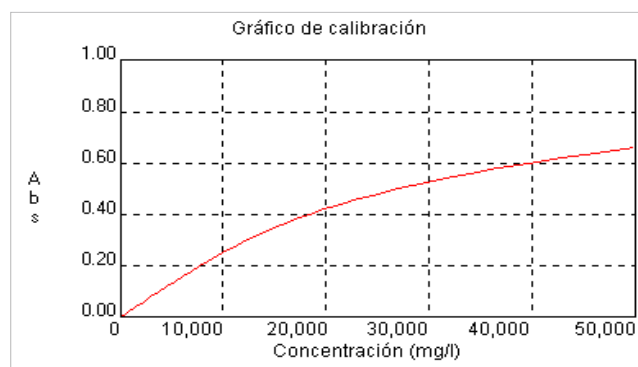
No se recomienda usar este método.

Interferencias

La relativa falta de sensibilidad del fósforo hace que la determinación por espectrometría de absorción atómica de llama no sea habitual y que haya pocas referencias en la bibliografía. Se recomienda llevar a cabo un estudio de interferencias o usar patrones con matrices idénticas.

Referencias

- Hobbins, William B., "Direct Determination of Phosphorus in Aqueous Matrices by Atomic Absorption", Agilent Instruments At Work, n.º AA-19 (1982).
- Hobbins, William B., "Direct Determination of Phosphorus in Organic Matrices by Atomic Absorption", Agilent Instruments At Work, n.º AA-20 (1982).



Pb (plomo)

Peso atómico 207.19

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	5 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Aire
Estequiometría de la llama	Oxidante

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
217.0	1.0	0.1-30
283.3	0.5	0.5-50
261.4	0.5	5-800
202.2	0.5	7-1,000
205.3	0.5	50-8,000

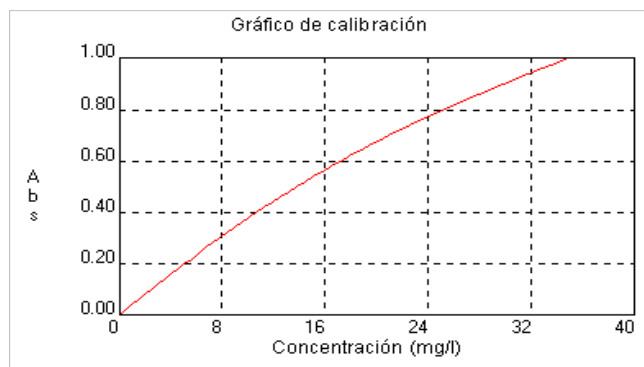
Emisión de llama

Longitud de onda	405.8 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico

Interferencias

No se han detectado interferencias catiónicas para la llama de aire y acetileno; sin embargo, se han observado diversas interferencias aniónicas. Los iones fosfato, carbonato, yoduro, fluoruro y acetato reducen sensiblemente la absorbancia del plomo a concentraciones diez veces mayores que la del plomo. Estas interferencias pueden evitarse en gran medida mediante la adición de una solución de EDTA, de tal forma que la concentración de EDTA en las soluciones de muestra sea de 0.1 M.

A la longitud de onda de 217.0 nm, las especies no atómicas presentan una absorción intensa en la llama. Si la muestra tiene una elevada concentración de sólidos disueltos, será necesario corregir la absorción no atómica.



Pd (paladio)

Peso atómico 106.4

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	5 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Aire
Estequiometría de la llama	Oxidante

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
244.80	0.2	0.1-15
247.6	0.2	0.2-28
340.5	1.0	1-140

Emisión de llama

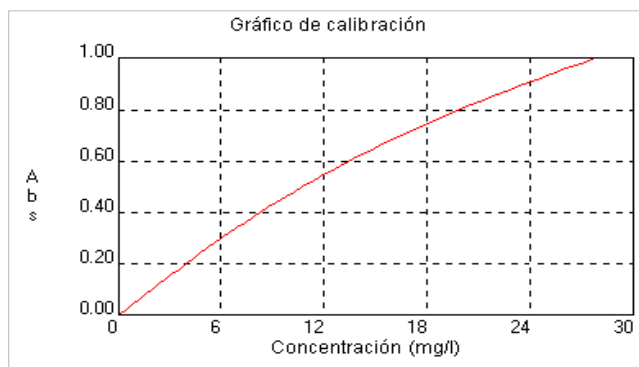
Longitud de onda	363.5 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico

Interferencias

En la llama de aire y acetileno, la señal de absorción atómica se debilita en presencia de aluminio, cobalto o níquel a cualquier concentración, así como de ácido fluorhídrico. Este problema desaparece en presencia de lantano (5,000 µg/ml en forma de cloruro) o EDTA (0.01 M). La interferencia puede reducirse usando una llama más oxidante y realizando las mediciones en un punto más alto de la llama. Se puede usar una llama de óxido nítrico y acetileno para evitar las interferencias, pero la sensibilidad será mucho menor.

Referencias

1. Sychra, V., Slevin, P.J., Matousek, J. y Bek, F., Anal. Chim. Acta, 52, 259 (1970).



Pr (praseodimio)

Peso atómico 140.9

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara (Nota 1)	10 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico
Estequiometría de la llama	Reductora; cono rojo de 1-2 cm

Nota 1: La absorbancia será mucho menor si se aumenta la corriente de la lámpara.

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
495.1	0.5	100-5,000
513.3	0.5	300-8,000

Emisión de llama

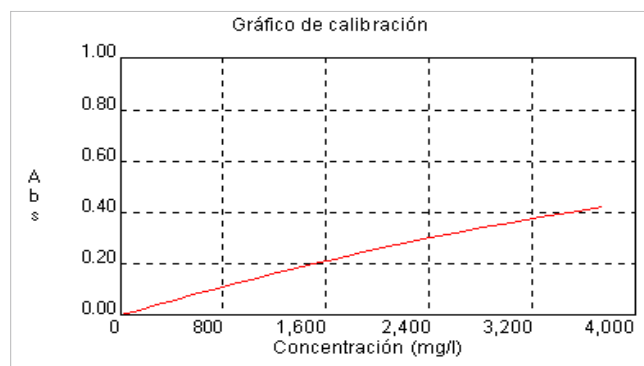
Longitud de onda	284.0 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico

La señal de emisión de llama del praseodimio es bastante intensa. Por debajo de 800 µg/ml, se recomienda la determinación por emisión de llama; no obstante, la longitud de onda necesaria debe aislarse de forma precisa para evitar interferencias espectrales de otras tierras raras. Para altas concentraciones, se suele usar la absorción atómica.

Interferencias

La llama de óxido nítrico y acetileno ioniza parcialmente el praseodimio. Para eliminar la ionización, añada una solución de nitrato o cloruro de potasio hasta obtener una concentración final de 2,000 µg/ml de potasio en todas las soluciones, incluido el blanco.

La señal de absorción atómica se debilita en presencia de altas concentraciones de silicio (> 2,000 µg/ml).



Pt (platino)

Peso atómico 195.09

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	10 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Aire
Estequiometría de la llama	Oxidante

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
265.9	0.2	1-300
299.8	0.5	10-1,200

Emisión de llama

Longitud de onda	266.0 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico

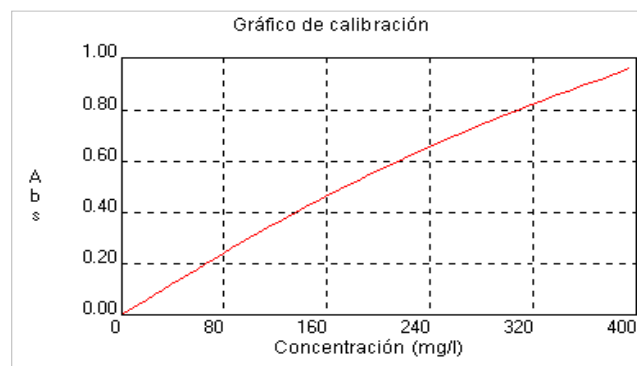
Interferencias

La señal de absorción atómica se debilita en presencia de la mayoría del resto de los metales nobles, así como de ácidos. Las interferencias pueden reducirse (pero no eliminarse) usando una llama más oxidante. Las interferencias desaparecerán si en todas las soluciones se usa cobre al 2 % o lantano al 1 %.

Se puede usar una llama de óxido nítrico y acetileno para evitar las interferencias, pero la sensibilidad será menor.

Referencias

1. Schnepfe, M.M., y Grimaldi, F.S., Talanta, 16, 591 (1969).
2. Strasheim, A. y Wessels, G.J., Appl. Spectrosc., 17, 65 (1963).
3. Pitts, A.G., Van Loon, J.C. y Beamish, F.E., Anal. Chim. Acta, 50, 181 (1970); 50, 195 (1970).



Rb (rubidio)

Peso atómico 85.47

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	20 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Aire
Estequiometría de la llama	Oxidante

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
780.0	0.2	0.1-10
794.8	0.2	0.5-20
420.2	0.2	10-800
421.6	0.2	30-2,200

Emisión de llama

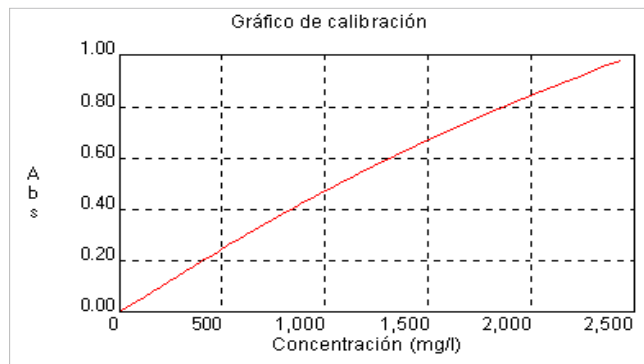
Longitud de onda	780.0 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Aire

Interferencias

La llama de aire y acetileno ioniza al 40-50 % el rubidio. Para eliminar la ionización, añada una solución de nitrato o cloruro de potasio hasta obtener una concentración final de 2,000 µg/ml de potasio en todas las soluciones, incluido el blanco.

En ambas llamas, el ácido clorhídrico y otros ácidos (0.1 M) debilitan la señal de absorción atómica en las zonas inferiores de la llama, pero no en las zonas superiores. Los metales ionizables harán que la señal sea más intensa, salvo que se añada un exceso de potasio a todas las soluciones.

Todos los efectos de las interferencias, excepto la ionización, disminuirán en la llama de aire y acetileno.



Re (renio)

Peso atómico 186.2

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	20 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico
Estequiometría de la llama	Reductora; cono rojo de 1-2 cm

Condiciones de trabajo (variables)

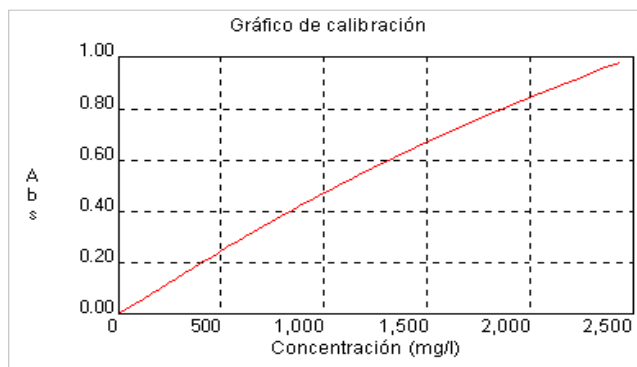
Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
346.1	0.2	10-2,000
346.5	0.2	30-4,000
345.2	0.2	35-5,200

Emisión de llama

Longitud de onda	346.1 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico

Interferencias

La señal de absorción atómica del renio se hace más intensa en presencia de ácido sulfúrico (0.1-5 %) y se debilita en presencia de calcio, bario o magnesio (> 100 µg/ml). La mayoría de los metales de transición debilitan ligeramente la señal, sea cual sea la concentración. Todas estas interferencias pueden minimizarse usando una llama ligeramente más oxidante.



Rh (rodio)

Peso atómico 102.9

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	5 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Aire
Estequiometría de la llama	Oxidante

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
343.5	0.5	0.05-30
328.1	0.2	5-1,600

Emisión de llama

Longitud de onda	369.2 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nitroso

Interferencias

En una llama de aire y acetileno, la mayoría del resto de los elementos generarán interferencias que dependerán de forma impredecible de la concentración. Los ácidos fosfórico y sulfúrico debilitan la señal (de forma constante para concentraciones superiores al 10 %). Por otra parte, los sulfatos de metales alcalinos intensifican mucho la señal, mientras que otros sulfatos generan resultados diversos.

Entre los agentes de liberación mencionados en la bibliografía se incluyen los siguientes:

NaHSO ₄ al 3 % en HCl al 10 %	[1]
La al 1 % como La ₂ (SO ₄) ₃ en HCl al 2 %	[2]
1 mg/ml de U como nitrato de uranilo	[3]

No obstante, estos reactivos no son completamente eficaces en presencia de otros metales nobles.

En una llama de óxido nitroso y acetileno, la mayoría de estas interferencias no se producirán; únicamente el rutenio y el iridio interferirán, y el uso de Zn al 0.5 % eliminará estos efectos [4].

Referencias

1. Kallmann, S. y Hobart, E.W., Anal. Chim. Acta, 51, 120 (1970).
2. Schnepfe, M.M., y Grimaldi, F.S., Talanta, 16, 1461 (1969).
3. Scarborough, J.M., Anal. Chim., 41, 250 (1969).
4. Atwell, M.G. y Hebert, J.Y., Appl. Spectrosc. 23, 480 (1969).



Ru (rutenio)

Peso atómico 101.1

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	10 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Aire
Estequiometría de la llama	Oxidante

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
349.9	0.2	1-150
392.6	0.2	15-1,600

Emisión de llama

Longitud de onda	372.8 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Aire

Interferencias

En una llama de aire y acetileno, la mayoría del resto de los elementos y de los ácidos generarán interferencias impredecibles. El único agente de liberación descubierto hasta la fecha es el nitrato de uranilo (4 % p/v de U), que eliminará todas las interferencias excepto la debilitación producida por el Ti (III).

Se recomienda usar una llama de óxido nitroso para eliminar un gran número de interferencias. Se ha detectado una mejora de la sensibilidad al añadir nitrato de lantano 0.1 M y ácido clorhídrico 0.8 M [3].

Se han observado interferencias mutuas con el resto de los metales nobles en la llama de aire y acetileno. El uranio reduce estas interferencias. Las soluciones neutras de rutenio son inestables.

Referencias

1. Montford, B. y Cribbs, S.C., Anal. Chim. Acta, 53, 101 (1971).
2. Scarborough, J.M., Anal. Chem., 41, 250 (1969).
3. Schwab, M. y Hembree, N., At. Absn. Newsl., 10, 15 (1971).



Sb (antimonio)

Peso atómico 121.75

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	10 mA
Combustible (Nota 1)	Acetileno
Comburente	Aire
Estequiometría de la llama	Oxidante

Nota 1: También se puede usar una llama de óxido nitroso y acetileno, pero eso reducirá la sensibilidad.

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
217.6	0.2	0.4-100
206.8	0.2	0.6-100
231.2	0.5	1.5-150
212.7	1.0	5-1,000

Emisión de llama

Longitud de onda	259.8 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nitroso

Interferencias

En una llama de aire y acetileno, el cobre y el níquel debilitarán la señal, sobre todo si la llama es reductora. Una llama más oxidante evitará este efecto.

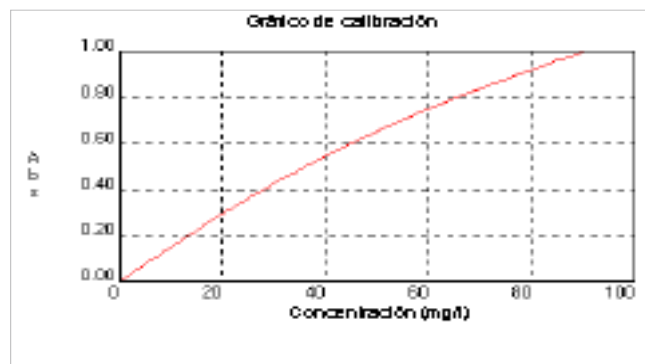
Se ha propuesto que la presencia de un **exceso** de oxidante en la solución reduce la absorbancia; sin embargo, para soluciones puras en todo tipo de estados de oxidación no se han detectado diferencias de absorbancia. Durante la preparación de las muestras, es esencial evitar la ebullición de las soluciones de antimonio que contengan cloruros; de lo contrario, se perderá una parte del antimonio.

Método de generación de vapor

A bajas concentraciones, este elemento puede determinarse mediante la técnica de generación de vapor. Los detalles de los procedimientos adecuados se proporcionan en el manual de funcionamiento incluido con el accesorio de generación de vapor de Agilent. Consulte también la referencia 5.

Referencias

1. Yanagisawa, M., Suzuki, M. y Takeuchi, T., Anal. Chim. Acta. 47, 121 (1969).
2. Mostyn, R.A. y Cunningham, A.F., Anal. Chem., 39, 433 (1967).
3. Brodie, K.G., Amer. Lab., 9, 73 (1977).
4. Brodie, K.G., Amer. Lab., 11, 58 (1979).
5. Agilent Instruments At Work, n.º AA-38.



Sc (escandio)

Peso atómico 44.96

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	10 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico
Estequiometría de la llama	Reductora; cono rojo de 1-1.5 cm

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
391.2	0.2	0.5-80
327.4	0.2	2-200
326.9	0.2	3-320

Emisión de llama

Longitud de onda	402.0 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico

Interferencias

La llama de óxido nítrico y acetileno ioniza parcialmente el escandio. Para eliminar la ionización, añada una solución de nitrato o cloruro de potasio hasta obtener una concentración final de 2,000 µg/ml de potasio en todas las soluciones, incluido el blanco.

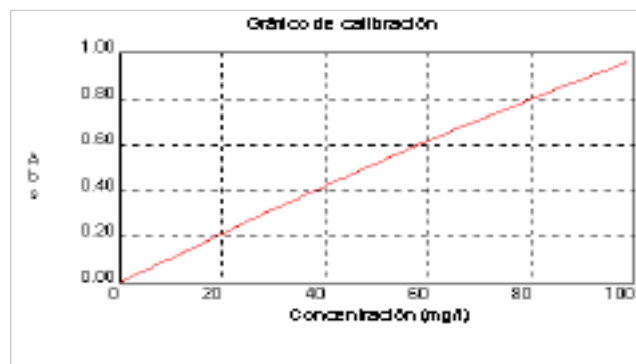
Los aniones sulfato o fluoruro reducen sensiblemente la absorción del escandio, incluso aunque estos iones interferentes estén presentes solo en cantidades similares al escandio.

Muchos cationes reducen o aumentan la absorción cuando están presentes en exceso en cantidades cien veces superiores.

Para minimizar los efectos de estas interferencias, no use sulfatos ni fluoruros siempre que sea posible y asegúrese de que las soluciones patrón contengan los mismos reactivos y elementos principales de la matriz a concentraciones aproximadamente iguales.

Referencias

1. Kriege, O.H. y Welcher, G.G., Talanta, 15, 781 (1968).



Se (selenio)

Peso atómico 78.96

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	10 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico
Estequiometría de la llama	Muy reductora

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
196.0	1.0	5-250
204.0	0.5	90-1,200

Método de generación de vapor

A bajas concentraciones, este elemento puede determinarse mediante la técnica de generación de vapor. Los detalles de los procedimientos adecuados se proporcionan en el manual de funcionamiento incluido con el accesorio de generación de vapor de Agilent. Consulte también la referencia 4.

Emisión de llama

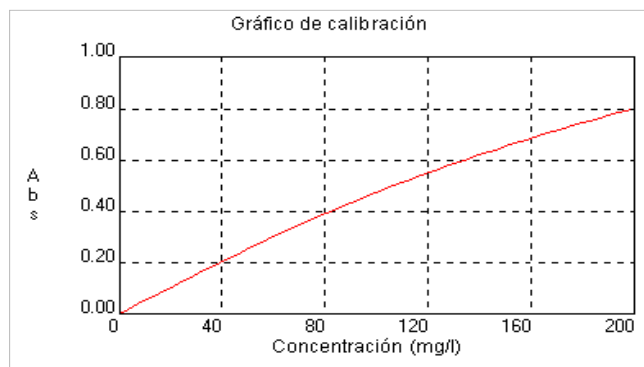
El selenio no se suele determinar mediante emisión de llama debido a las malas características de emisión de este elemento.

Interferencias

A 196.0 y 204.0 nm, las especies no atómicas presentan una absorción intensa en la llama. Utilice un corrector de ruido de fondo.

Referencias

1. Nakahara, T. et al., Anal. Chim. Acta, 50, 51 (1970).
2. Brodie, K.G., Amer. Lab., 9, 73 (1977).
3. Brodie, K.G., Amer. Lab., 11, 58 (1979).
4. Agilent Instruments At Work, n.º AA-38.



Si (silicio)

Peso atómico 28.09

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	10 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico
Estequiometría de la llama	Borde exterior amarillo y fuertemente reductor; cono rojo de 2-3 cm de altura

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
251.6	0.2	3-400
250.7	0.5	10-800
251.4	0.2	15-1,000
252.4	0.5	15-1,000
288.2	0.2	60-4,000

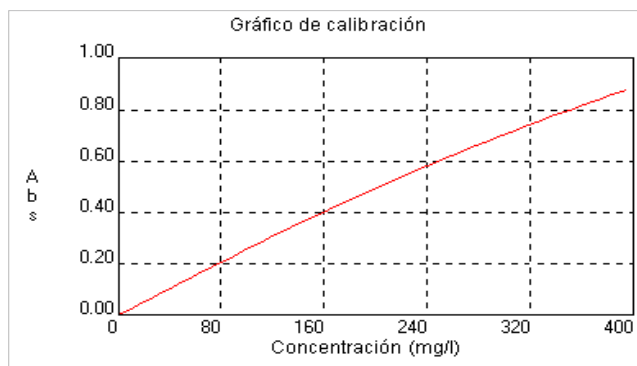
Emisión de llama

Longitud de onda	251.6 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico

Interferencias

Se ha observado una reducción importante de la absorbancia del silicio en presencia de niveles significativos de ácido fluorhídrico, ácido bórico y potasio (1 %).

El efecto se minimiza mediante el ajuste de la llama para lograr una estequiometría neutra (cono rojo de 0.5-1 cm de altura), con la consiguiente pérdida de sensibilidad.



Sm (samario)

Peso atómico 150.4

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	10 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico
Estequiometría de la llama	Reductora; cono rojo de 1-1.5 cm

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
429.7	0.2	10-1,500
476.0	0.5	20-2,400

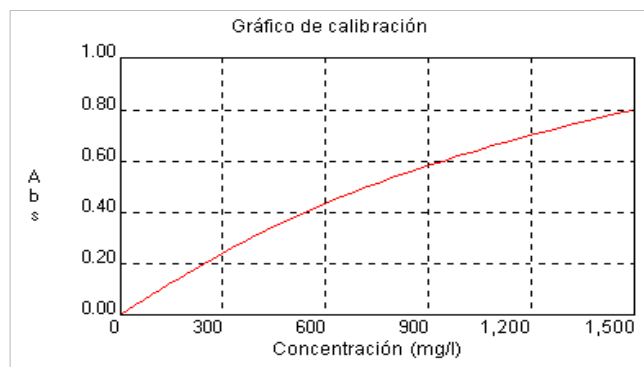
Emisión de llama

Longitud de onda	442.4 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico

La señal de emisión de llama del samario es bastante intensa. Por debajo de 300 µg/ml, se recomienda la determinación por emisión de llama; no obstante, la longitud de onda necesaria debe aislarse de forma precisa para evitar interferencias espectrales de otras tierras raras. Para altas concentraciones, se suele usar la absorción atómica.

Interferencias

La llama de óxido nítrico y acetileno ioniza parcialmente el samario. Para eliminar la ionización, añada una solución de nitrato o cloruro de potasio hasta obtener una concentración final de 2,000 µg/ml de potasio en todas las soluciones, incluido el blanco.



Sn (estaño)

Peso atómico 118.69

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	7 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico
Estequiometría de la llama	Reductora; cono rojo de 2 cm

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
235.5	0.5	1-200
286.3	0.5	10-300
224.6	0.2	5-400
266.1	0.5	40-3,200

Emisión de llama

Longitud de onda	284.0 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico

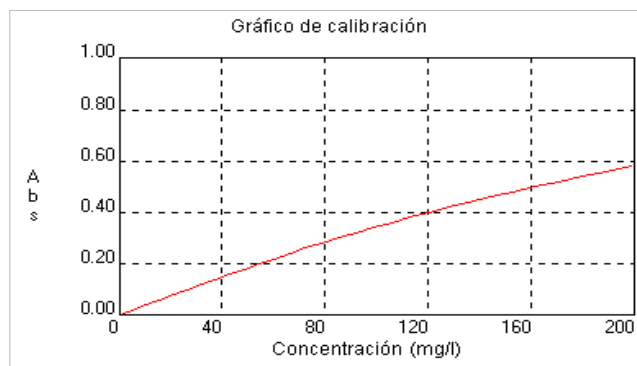
Interferencias

Se recomienda usar una llama de óxido nítrico y acetileno para todas las determinaciones de estaño.

Los primeros experimentos con llamas de aire e hidrógeno mostraron la existencia de interferencias químicas importantes [1].

Referencias

1. Juliano, P.O. y Harrison, W.W., Anal. Chem., 42, 84 (1970).



Sr (estroncio)

Peso atómico 87.62

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	10 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico
Estequiometría de la llama	Fuertemente oxidante; cono rojo de 0.25 cm

También se puede usar una llama de aire y acetileno, pero la sensibilidad será menor y las interferencias químicas serán importantes.

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	460.7
Anchura de rendija (nm)	0.5
Rango óptimo de trabajo	0.02-10 (µg/ml)

Emisión de llama

Longitud de onda	460.7 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico

Interferencias

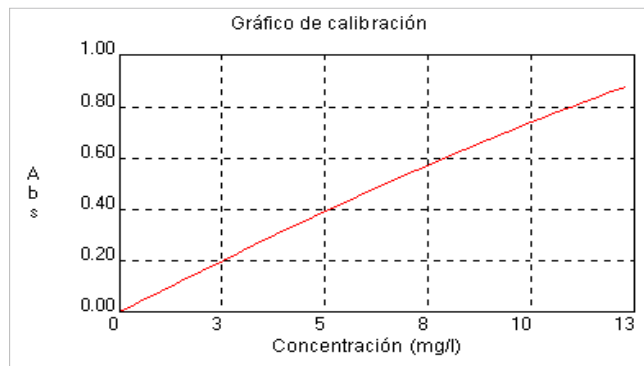
En la llama de aire y acetileno, el silicio, el aluminio, el titanio, el circonio, los fosfatos y los sulfatos debilitarán la señal, sea cual sea la concentración. Estos efectos pueden evitarse agregando lantano al 1 % en forma de nitrato o cloruro a todas las soluciones, o bien EDTA 0.01 M con 2,000 µg/ml de lantano.

En la llama de óxido nítrico y acetileno, estas interferencias no se producen.

El estroncio se ioniza parcialmente en todas las llamas. Para eliminar la ionización, añada una solución de nitrato o cloruro de potasio hasta obtener una concentración final de 2,000 µg/ml de potasio en todas las soluciones, incluido el blanco.

Referencias

- Williams, C.H., Anal. Chim. Acta, 22, 163 (1960).
- Adams, P.B. y Passmore, W.O., Anal. Chem., 38, 630 (1966).
- Amos, M.D. y Willis, J.B., Spectrochim. Acta, 22, 1325 (1966).



Ta (tantalio)

Peso atómico 180.95

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	20 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico
Estequiometría de la llama	Reductora; cono rojo de 1-2 cm

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
271.5	0.2	20-3,000
275.8	0.5	100-10,000

Emisión de llama

Longitud de onda	481.3 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico

Interferencias

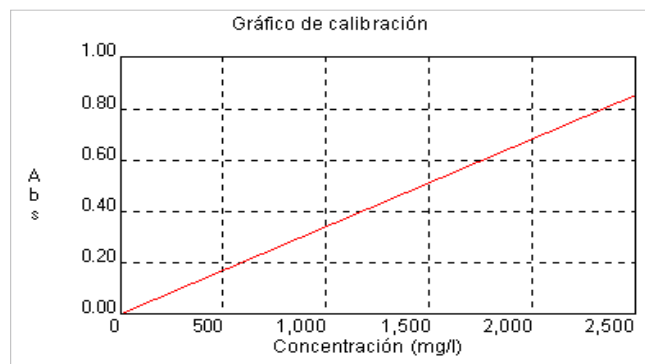
Los iones fluoruro y amonio potencian la señal de absorbancia en ausencia de metales alcalinos. En presencia de metales alcalinos y fluoruros, la absorbancia disminuye. Los sulfatos reducen la absorbancia, mientras que los fosfatos la incrementan hasta concentraciones de ácido fosfórico de hasta el 2 % (si la concentración de fosfatos es mayor, la absorbancia disminuye).

En ausencia de metales alcalinos, la adición de fluoruro de amonio a todas las soluciones (0.1 M) mejora la sensibilidad y reduce las interferencias de los ácidos. No se conocen agentes de liberación en presencia de metales alcalinos. El cupferrato de tantalio (V) se puede extraer de sistemas de tartrato al 0.5 % a pH = 0 con alcohol isoamílico. El tantalio en forma de fluoruro se extrae de un medio con ácido sulfúrico 6 M, ácido fluorhídrico 10 M+ fluoruro de amonio 2.2 M en metil isobutil cetona.

Se ha observado que la adición de 2,000 µg/ml de aluminio mejora la linealidad de la determinación de tantalio [5].

Referencias

1. Thomas, P.E. y Pickering, W.F., Talanta, 18, 127 (1971).
2. Bond, A.M., Anal. Chem., 42, 932 (1970).
3. Stry, J., "The Solvent Extraction of Metal Chelates", Pergamon Press, Oxford (1964).
4. Milner, G.W.C., Barnett, G.A. y Smales, A.A., Analyst, 80, 380 (1955).
5. At. Spectroscopy, 2, 130 (1981).



Tb (terbio)

Peso atómico 158.9

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	20 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nitroso
Estequiometría de la llama	Reductora; cono rojo de 1-1.5 cm

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
432.7	0.2	7-2,000
431.9	0.2	15-4,000
433.9	0.2	20-5,200

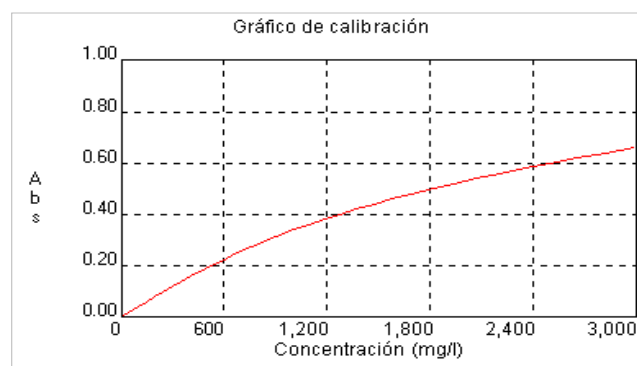
Emisión de llama

Longitud de onda	596.6 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nitroso

Interferencias

La llama de óxido nitroso y acetileno ioniza parcialmente el terbio. Para eliminar la ionización, añada una solución de nitrato o cloruro de potasio hasta obtener una concentración final de 2,000 µg/ml de potasio en todas las soluciones, incluido el blanco.

El hierro, el aluminio, el silicio y el ácido fluorhídrico reducen la absorbancia del terbio. Por lo tanto, las soluciones patrón deben contener estos elementos y reactivos a concentraciones casi idénticas a las de las soluciones de muestra.



Te (telurio)

Peso atómico 127.6

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	10 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Aire
Estequiometría de la llama	Oxidante

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
214.3	0.2	0.3-60
225.9	0.5	10-800
238.6	0.2	100-8,000

Emisión de llama

Longitud de onda	214.3 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico

No se recomienda la determinación de telurio mediante emisión de llama.

Interferencias

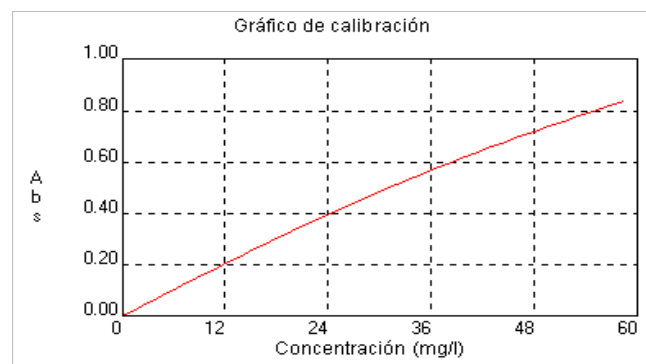
No se han detectado interferencias importantes en la llama de aire y acetileno. Con bajas concentraciones de telurio, los ácidos y el dióxido de carbono disueltos pueden absorber cantidades significativas de radiación. Se recomienda comprobar la absorción de fondo usando un corrector de ruido de fondo.

Método de generación de vapor

A bajas concentraciones, este elemento puede determinarse mediante la técnica de generación de vapor. Los detalles de los procedimientos adecuados se proporcionan en el manual de funcionamiento incluido con el accesorio de generación de vapor de Agilent. Consulte también la referencia 3.

Referencias

1. Brodie, K.G., Amer. Lab., 9, 73 (1977).
2. Brodie, K.G., Amer. Lab., 11, 58 (1979).
3. Agilent Instruments At Work, n.º AA-38.



Ti (titanio)

Peso atómico 47.90

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	20 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico
Estequiometría de la llama	Reductora; cono rojo de 1-1.5 cm

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
364.3	0.5	1-300
365.4	0.2	3-400
399.0	0.5	6-800

Emisión de llama

Longitud de onda	399.8 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico

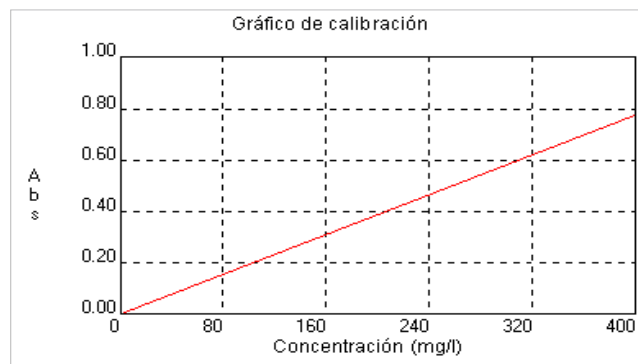
Interferencias

La mayoría de los elementos metálicos potencian la señal de absorbancia del titanio a concentraciones superiores a 500 µg/ml, probablemente debido a la competencia con el titanio por el oxígeno disponible en la llama, y reducen el óxido de titanio refractario. Por encima de 1,000 µg/ml, el sodio debilita la señal; por otra parte, los iones fluoruro, cloruro y amonio la potencian. Entre los agentes de liberación se incluyen los siguientes:

- 1,000 µg/ml de Al en HCl
- 2,000 µg/ml de KCl
- NH₄F 0.1 M

Referencias

1. Thomas, P.E. y Pickering, W.F., Talanta, 18, 127 (1971).
2. Willis, J.B., Appl. Opt., 7, 1295 (1968).
3. Bond, A.M., Anal. Chem., 42, 932 (1970).
4. Mostyn, R.A. y Cunningham, A.F., At. Abs. Newsl., 6, 86 (1967).
5. Sastri, V.S., Chakrabarti, C.L. y Willis, D.E., Talanta, 16, 1093 (1969).



Tl (talio)

Peso atómico 204.4

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	10 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Aire
Estequiometría de la llama	Oxidante

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
276.8	0.5	0.2-50
258.0	1.0	20-4,000

Emisión de llama

Longitud de onda	535.1 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nitroso

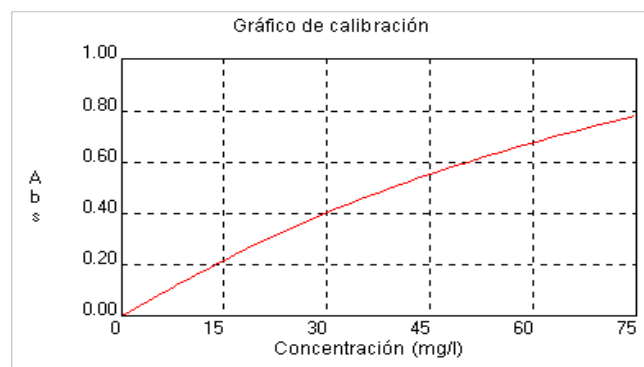
Interferencias

No se han informado interferencias en una llama de aire y acetileno.

La llama de óxido nitroso y acetileno ioniza parcialmente el talio.

Para eliminar la ionización, añada una solución de nitrato o cloruro de potasio hasta obtener una concentración final de 2,000 µg/ml de potasio en todas las soluciones, incluido el blanco.

La ionización es despreciable en la llama de aire y acetileno.



Tm (tulio)

Peso atómico 168.9

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	20 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nitroso
Estequiometría de la llama	Reductora; cono rojo de 1-2 cm

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
371.8	0.5	0.2-100
420.4	1.0	1-160
436.0	0.2	2-500
530.7	1.0	5-1,000

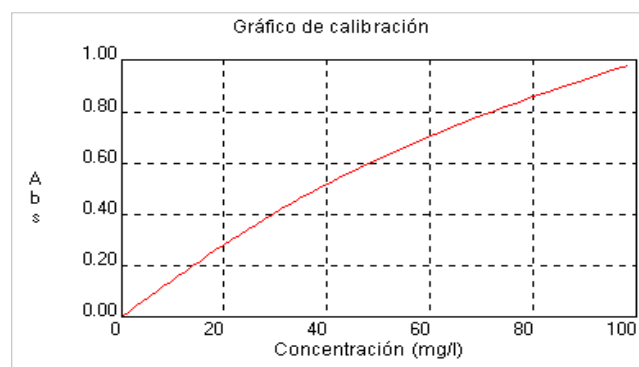
Emisión de llama

Longitud de onda	410.6 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nitroso

La señal de emisión de llama del tulio es bastante intensa. Por debajo de 10 µg/ml, se recomienda la determinación por emisión de llama; no obstante, la longitud de onda necesaria debe aislarse de forma precisa para evitar interferencias espectrales de otras tierras raras. Para altas concentraciones, se suele usar la absorción atómica.

Interferencias

La llama de óxido nitroso y acetileno ioniza parcialmente el tulio. Para eliminar la ionización, añada una solución de nitrato o cloruro de potasio hasta obtener una concentración final de 2,000 µg/ml de potasio en todas las soluciones, incluido el blanco.



V (vanadio)

Peso atómico 50.94

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	20 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico
Estequiometría de la llama	Reductora; cono rojo de 1-1.5 cm

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
318.5	0.2	1-200
318.4	0.2	2-240
306.6	0.5	4-600
439.0	0.5	10-1,400

Emisión de llama

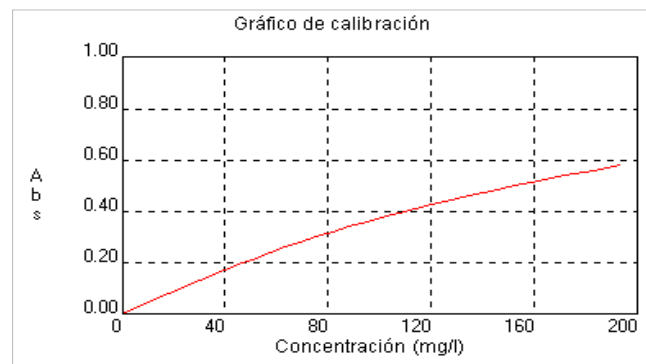
Longitud de onda	437.9 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico

Interferencias

El vanadio no se ve tan afectado como el niobio o el tantalio por los fluoruros de metales alcalinos. El amonio (NH_4F 0.1 M) potencia la señal, al igual que una amplia variedad de otras especies. Las interferencias se eliminan al añadir aluminio (exceso en proporción 2:1 o 2,000 µg/ml).

Referencias

1. Sachdev, S.L., Robinson, J.W. y West, P.W., Anal. Chim. Acta, 37, 12 (1967).
2. Bond, A.M., Anal. Chem., 42, 932 (1970).
3. Thomas, P.E. y Pickering, W.F., Talanta, 18, 127 (1971).



W (wolframio)

Peso atómico 183.85

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	20 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico
Estequiometría de la llama	Reductora; cono rojo de 1-2 cm

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
255.1	0.2	10-1,500
400.9	0.5	40-4,000
407.4	0.5	80-8,000

Emisión de llama

Longitud de onda	400.9 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico
Límite de detección	3 µg/ml

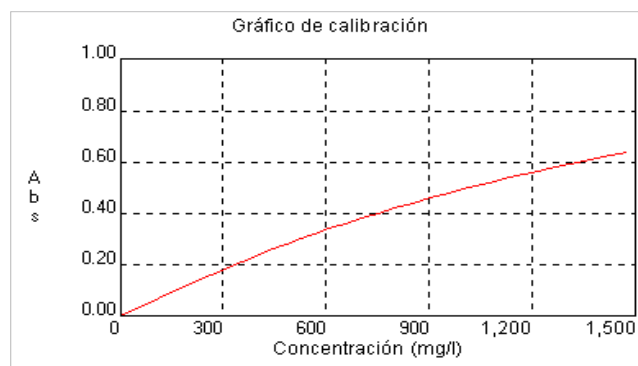
Interferencias

Puede ser aconsejable usar la línea de resonancia de 400.9 nm debido a la mejor relación señal-ruido.

En un medio con ácido fosfórico o sulfúrico, la absorbancia del wolframio depende de la presencia o ausencia de hierro, cobalto, cobre, potasio y diversas otras especies. En un medio con ácido fluorhídrico, el potasio (al menos) no producirá ningún efecto. Se ha detectado que el fluoruro de amonio no produce ningún efecto en los patrones que contienen sodio y potasio.

Referencias

1. Thomas, P.E. y Pickering, W.F., Talanta, 18, 127 (1971).
2. Bond, A.M., Anal. Chem., 42, 932 (1970).



Y (itrio)

Peso atómico 88.91

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	10 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico
Estequiometría de la llama	Reductora; cono rojo de 1.5-2 cm

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
410.2	0.5	2-500
414.3	0.5	3-1,200

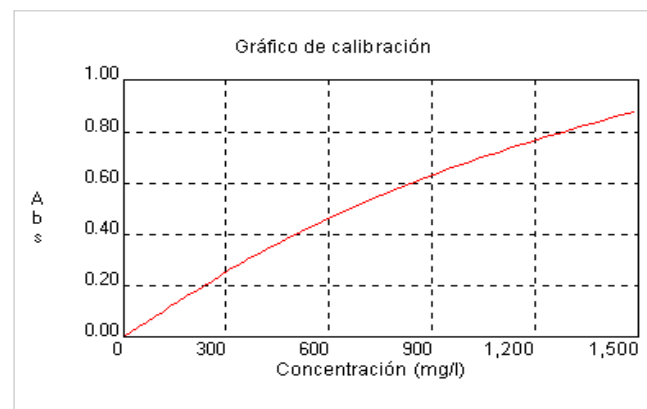
Emisión de llama

Longitud de onda	407.7 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico

Interferencias

La señal de absorbancia se debilita en presencia de cualquier concentración de aluminio, potasio y ácido fosfórico.

La llama de óxido nítrico y acetileno ioniza parcialmente el itrio. Para eliminar la ionización, añada una solución de nitrato o cloruro de potasio hasta obtener una concentración final de 4,000 µg/ml de potasio en todas las soluciones, incluido el blanco. La reducción de la absorbancia asociada al potasio no es importante a estas concentraciones.



Yb (iterbio)

Peso atómico 173.04

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	5 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico
Estequiometría de la llama	Reductora; cono rojo de 1.5-2 cm

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
398.8	0.5	0.04-15
246.5	0.2	2-400
267.3	0.2	20-4,000

Emisión de llama

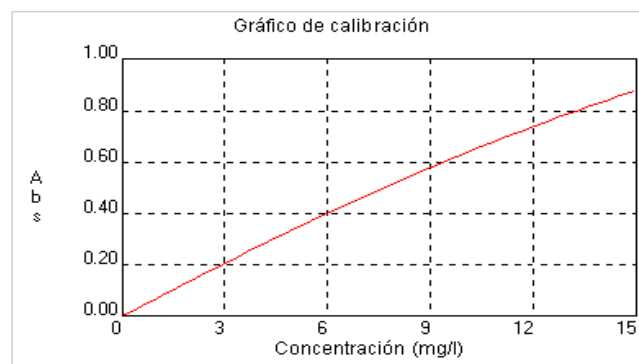
Longitud de onda	398.8 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico

La señal de emisión de llama del iterbio es bastante intensa. Por debajo de 3 µg/ml, se recomienda la determinación por emisión de llama; no obstante, la longitud de onda necesaria debe aislarse de forma precisa para evitar interferencias espectrales de otras tierras raras. Para altas concentraciones, se suele usar la absorción atómica.

Interferencias

La llama de óxido nítrico y acetileno ioniza parcialmente el iterbio. Para eliminar la ionización, añada una solución de nitrato o cloruro de potasio hasta obtener una concentración final de 2,000 µg/ml de potasio en todas las soluciones, incluido el blanco.

Las señales de absorbancia y emisión del iterbio se debilitan en presencia de cualquier concentración de ácido fluorhídrico, hierro, aluminio y silicio.



Zn (cinc)

Peso atómico 65.37

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	5 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Aire
Estequiometría de la llama	Oxidante

Se pueden utilizar el resto de las llamas convencionales.

Condiciones de trabajo (variables)

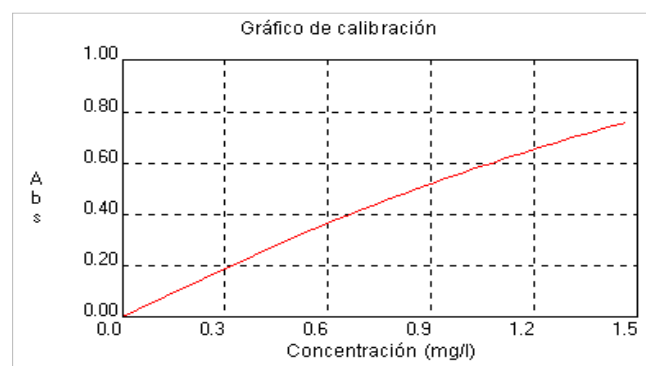
Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
213.9	1.0	0.01-2
307.6	1.0	100-14,000

Emisión de llama

Longitud de onda	213.9 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico

Interferencias

No se han detectado interferencias químicas en una llama de aire y acetileno. A la longitud de onda de 213.9 nm, las especies no atómicas presentan una absorción intensa en la llama. Si la muestra tiene una elevada concentración de sólidos disueltos, será necesario corregir la absorción no atómica.



Zr (circonio)

Peso atómico 91.22

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	20 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico
Estequiometría de la llama	Reductora; cono rojo de 1.5-2 cm

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
360.1	0.2	10-2,000
468.8	0.2	100-16,000

Emisión de llama

Longitud de onda	360.1 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico

Interferencias

El circonio se ioniza en esta llama y es necesario añadir potasio al 0.1 % (en forma de cloruro) para suprimir la ionización.

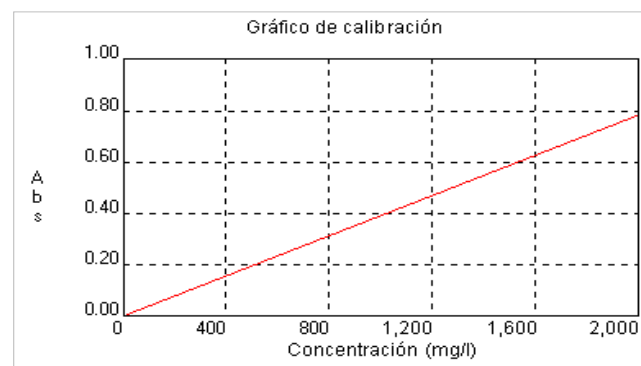
Se recomienda evitar los aniones que contengan oxígeno (sulfatos, nitratos), ya que tienden a reducir la absorbancia.

El ácido fluorhídrico (3 %) potencia la señal, pero a concentraciones mayores la debilita ligeramente. Los iones amonio y cloruro (0.1 M) y los compuestos fluorados neutros mejoran la situación y, como mínimo, eliminan algunas de las interferencias metálicas. Existe la recomendación de agregar fluoruro de amonio (0.1 M). Una llama más oxidante minimizará los efectos, pero también reducirá la sensibilidad.

Se ha detectado que la adición de cloruro de aluminio mejora la sensibilidad y la linealidad.

Referencias

1. Thomas, P.E. y Pickering, W.F., Talanta, 18, 127 (1971).
2. Bond, A.M., Anal. Chem., 42, 932 (1970).
3. Atomic Spectroscopy, 3, 143 (1982).



3. CONDICIONES ESTÁNDARES (EN MÉTODOS INDIRECTOS)

Cloruros (Cl)	49
Fosfatos (PO ₄) y silicatos (SiO ₃)	51
Sulfatos (SO ₄)	53

Cloruros (Cl)

Peso atómico 35.45

El primer paso para determinar cloruros mediante espectrometría de absorción atómica es la precipitación cuantitativa de cloruro de plata mediante la adición de una cantidad conocida de nitrato de plata.

Después, la cantidad de cloruros en la muestra original se determina por medio de uno de estos dos métodos:

- Determinación del exceso de plata en la solución tras retirar el precipitado de cloruro de plata.
- Redisolución del precipitado en amoníaco y análisis de la solución amoniacal para determinar la plata recuperada.

En ambos métodos, las condiciones utilizadas serán las condiciones estándares aplicables a la determinación normal de plata por absorción atómica. Para la calibración se usan patrones acuosos de plata. Si la concentración de cloruros de la solución de muestra es muy baja, un método alternativo de calibración es utilizar soluciones patrón de cloruro sódico que contengan cantidades de cloruros similares a las previstas en la muestra. Las soluciones de cloruro sódico se tratarán del mismo modo que la muestra y podrán emplearse posteriormente como patrones secundarios para la determinación de cloruros de la muestra.

Referencias

1. Reichel, W. y Acs, L., Anal. Chem., 41 (13), 1886 (1969).
2. Truscott, E.D., ibid, 42 (13), 1657 (1970).

Parámetros recomendados para el instrumento

Absorción atómica

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	4 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Aire
Estequiometría de la llama	Oxidante

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
328.1	0.2	0.02-10
338.3	0.2	0.06-20

Método 1

Rango

0.5-5.0 mg de Cl.

Interferencias

Los yoduros, bromuros, cianuros y sulfuros interfieren al precipitar en forma de compuestos de plata. Las interferencias de los cromatos se minimizan aplicando las condiciones ácidas diluidas especificadas.

Reactivos

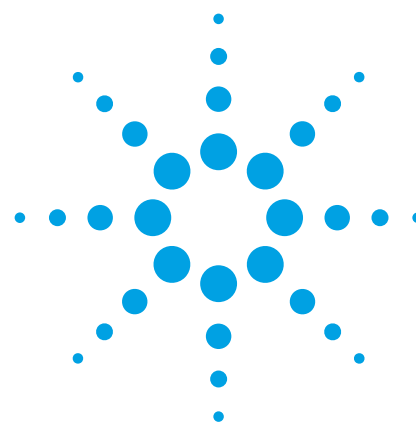
Solución de plata: prepare una solución que contenga 1,000 mg/l de Ag.

Ácido nítrico: ultrapuro y sin cloruros (densidad relativa: 1.40).

Preparación de muestras

Añada una alícuota de solución de muestra que contenga entre 0.5 y 5.0 mg de cloruros en un matraz volumétrico de 200 ml. Añada 20 ml de una solución de 1,000 mg/l de plata y 1 ml de ácido nítrico sin cloruros. Afore con agua destilada. La solución contendrá 100 mg/l de Ag.

Deje reposar la mezcla hasta el día siguiente en un lugar oscuro para evitar que se produzcan reacciones fotoquímicas. Centrifugue una alícuota del lodo sobrenadante del líquido durante 10 minutos. Para el análisis, tome 10 ml de solución limpia y dilúyalos hasta 100 ml con agua destilada. Para una muestra que contenga 5.0 mg de cloruros, la solución analítica tendrá un exceso aproximado de 9.3 mg/l de plata.



Preparación de patrones

Prepare un patrón que contenga 50 mg/l de Ag en ácido nítrico sin cloruros al 1 % (v/v).

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 1.0, 2.5, 5.0, 7.5 y 10.0 mg/l de Ag.

Parámetros del instrumento

Utilice la longitud de onda de 338.3 nm.

Análisis

Tome lecturas de réplica de absorbancia para las soluciones de muestra y patrón. Compare las absorbancias y calcule la concentración del exceso de plata en la solución de muestra.

Exceso de plata (mg/l) = mg/l de Ag x factor de dilución

Por lo tanto:

$$\begin{array}{lcl} \text{Cantidad de cloruros} & = & [100 - \text{concentración del} \\ \text{en la solución de} & & \text{exceso de plata (mg/l)}] \times \\ \text{muestra (mg)} & & 0.329 \times \text{volumen de solución} \\ & & \text{de muestra (ml)} / 1,000 \end{array}$$

$$\begin{array}{lcl} \text{Concentración de} & = & = \text{cantidad de cloruros (mg)} / \\ \text{cloruros (mg/l)} & & \text{volumen de la alícuota de} \\ & & \text{muestra (l)} \end{array}$$

Método 2

Rango

0.5-5.0 mg de cloruros

Interferencias

Los bromuros y los cianuros interfieren, ya que provocan la precipitación de compuestos de plata solubles en amoníaco. Las interferencias de los yoduros y los cromatos se minimizan en las condiciones especificadas.

Reactivos

Solución de plata: prepare una solución que contenga 1,000 mg/l de Ag.

Solución de amoníaco: diluya una solución de amoníaco ultrapura (50 % v/v); (densidad relativa: 0.91) con agua destilada en proporción 1:1.

Ácido nítrico: ultrapuro y sin cloruros (densidad relativa: 1.40)

Preparación de muestras

Añada una alícuota de muestra que contenga entre 0.5 y 5.0 mg de cloruros en un vaso de precipitados de 250 ml con tapa. Añada 20 ml de una solución de 1,000 mg/l de plata y 1 ml de ácido nítrico sin cloruros. Diluya la mezcla hasta unos 200 ml con agua destilada y déjela reposar hasta el día siguiente en un lugar oscuro.

Filtre la solución usando un crisol de vidrio sinterizado (porosidad 3). Lave dos veces el precipitado con alícuotas de 10 ml de ácido nítrico al 1 % (v/v) y deseche el líquido de lavado.

Disuelva el precipitado en 10 ml de solución de amoníaco al 50 % (v/v). Utilice una segunda alícuota de 10 ml para completar la disolución y lavar el recipiente. Lave dos veces usando 5 ml de agua destilada. Mezcle las soluciones de amoníaco y los

líquidos de lavado, transfiera la mezcla a un matraz volumétrico de 100 ml y afore con agua destilada.

Para el análisis, tome 5 ml de la solución preparada y dilúyalos hasta 100 ml con agua destilada. Para una muestra que contenga 5.0 mg de cloruros, la solución analítica contendrá unos 7.5 mg/l de Ag.

Preparación de patrones

Prepare un patrón que contenga 50 mg/l de Ag en ácido nítrico sin cloruros al 1 % (v/v).

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 1.0, 2.5, 5.0, 7.5 y 10.0 mg/l de Ag.

Parámetros del instrumento

Consulte las condiciones estándar indicadas anteriormente para la plata.

Utilice la longitud de onda de 338.3 nm.

Análisis

Tome lecturas de réplica de absorbancia para las soluciones de muestra y patrón. Compare las absorbancias y calcule la concentración de plata en la solución y, de esta forma, la concentración de cloruros en la muestra.

Concentración de plata = mg/l de Ag x factor de dilución (mg/l)

$$\begin{array}{lcl} \text{Cantidad de cloruros} & = & [100 - \text{concentración del} \\ \text{en la solución de} & & \text{exceso de plata (mg/l)}] \times \\ \text{muestra (mg)} & & 0.329 \times \text{volumen de solución} \\ & & \text{de muestra (ml)} / 1,000 \end{array}$$

$$\begin{array}{lcl} \text{Concentración de} & = & = \text{cantidad de cloruros (mg)} / \\ \text{cloruros (mg/l)} & & \text{volumen de la alícuota de} \\ & & \text{muestra (l)} \end{array}$$

Fosfatos (PO_4) y silicatos (SiO_3)

Peso molecular 94.97 y 76.09

Los fosfatos y los silicatos se pueden determinar indirectamente por espectrometría de absorción atómica mediante la estimación del contenido de molibdeno de ciertos complejos formados a partir de molibdatos.

Los iones fosfato y silicato forman complejos heteropoliácidos en soluciones ácidas de molibdatos. Para evitar la interferencia mutua en el análisis por absorción atómica, los complejos se separan de forma selectiva mediante extracción en disolvente. Después, los heteropoliácidos se descomponen tratándolos con una solución buffer básica para liberar el molibdeno, que se determinará posteriormente por absorción atómica.

Fosfatos

Este método se basa en la separación de los dos heteropoliácidos mediante extracción con dietiléter. El ácido molibdofosfórico queda retenido en la fase orgánica y se somete a una retroextracción con una solución buffer acuosa básica. El complejo heteropoliácido se descompone y el molibdeno queda en la fase acuosa.

Las soluciones patrón de fósforo se tratan de forma similar y la absorbancia del molibdeno se calibra usando cantidades conocidas de fósforo. Por último, el contenido de fósforo de la muestra original se calcula por comparación con los patrones de fósforo.

Silicatos

El complejo de ácido molibdosilícico queda retenido en la fase acuosa de la extracción con dietiléter. Para aislar el complejo, la solución acuosa se somete a una extracción con una mezcla de dietiléter y pentanol. El heteropolicomplejo orgánico se descompone mediante una retroextracción con una solución buffer básica para hacer que el molibdeno quede en la fase acuosa.

Las soluciones patrón de silicio se tratan de forma similar y la absorbancia del molibdeno se calibra usando cantidades conocidas de silicio. Por último, el contenido de silicio de la muestra original se calcula por comparación con los patrones de silicio.

Referencias

1. Zang, W.S. y Knox, R.J. Anal. Chem., 38 (12), 1759 (1966).
2. Kirkbright, G.F., Smith, A.M. y West, T.S., Analyst, 92, 411 (1967).
3. Hurford, T.R. y Boltz, D.F., Anal. Chem., 40 (2), 379 (1968).
4. Ramakrishna, T.V., Robinson, J.W. y West, P.W., Anal. Chim. Acta. 45, 43 (1969).

Parámetros recomendados para el instrumento

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara	7 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico
Estequiometría de la llama	Fuertemente reductora; cono rojo de 2-3 cm.

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo ($\mu\text{g/ml}$)
313.3	0.2	0.2-100
320.9	0.2	5-1,000

Fosfatos

Rango

0.01-0.13 mg de fósforo

0.03-0.4 mg de fosfatos

Reactivos

Solución de molibdato de amonio (10 % p/v)

Disuelva 25.00 g de molibdato de amonio (calidad de reactivo analítico) en agua destilada y diluya la mezcla hasta 250 ml.

Solución buffer

Disuelva 53.30 g de cloruro de amonio (calidad de reactivo analítico) en agua destilada. Añada 70 ml de solución de amonio (calidad de reactivo analítico) y diluya la mezcla hasta 1 litro.

Preparación de muestras

Formación de heteropoliácidos

Deposite 10 ml de solución de muestra en un embudo de decantación de 125 ml. Añada 1 ml de ácido clorhídrico (dilución 1:2) y ajuste el volumen total a unos 50 ml. Añada 4 ml de solución de molibdato de amonio, remueva con movimientos circulares del recipiente para mezclar y deje reposar la mezcla durante 10 minutos; la solución debe tener un pH aproximado de 1.3. Añada 5 ml de ácido clorhídrico concentrado, mezcle y deje reposar la mezcla durante otros 5 minutos.

Separación del ácido molibdofosfórico y el ácido molibdosilícico

Añada 45 ml de dietiléter (calidad de reactivo analítico) y agite vigorosamente durante 3-4 minutos. Deje que las fases se separen y transfiera toda la fracción acuosa inferior a otro embudo de decantación para la posterior determinación del silicio. Lave la punta del embudo original con agua destilada y añada el líquido de lavado a la fracción acuosa.

Descomposición del ácido molibdosilícico

Para eliminar el exceso de molibdeno, añada 10 ml de ácido clorhídrico (dilución 1:10) al extracto de éter y mezcle bien. Deseche la fracción ácida y lave la punta del embudo. Añada 30 ml de solución buffer, agite durante 30 segundos y deposite la fracción acuosa en un matraz volumétrico de 50 ml. Repita el proceso con otros 15 ml de solución buffer. Mezcle las fracciones acuosas y dilúyalas hasta 50 ml con agua destilada. Use esta solución para determinar la absorbancia del molibdeno.

Preparación de patrones

Disuelva 2.200 g de dihidrogenofosfato de potasio (KH_2PO_4 ; calidad de reactivo analítico) en agua destilada y diluya la mezcla hasta 1 litro para obtener una solución que contenga 500 mg/l de fósforo.

Prepare un patrón que contenga 10 mg/l de fósforo; para ello, diluya la solución de 500 mg/l de fósforo.

Tome alícuotas de 1, 2, 5 y 10 ml del patrón de 10 mg/l de fósforo para obtener 0.01, 0.02, 0.05 y 0.1 mg de fósforo. Trate las alícuotas de patrón de la misma manera que la solución de muestra y determine la absorbancia del molibdeno para este rango de contenido de fósforo.

Parámetros del instrumento

Consulte las condiciones estándares indicadas anteriormente para el molibdeno.

Utilice la longitud de onda de 313.3 nm.

Podría ser necesario ampliar la escala.

Análisis

Tome lecturas de réplica de absorbancia para las soluciones de muestra y de patrones de fósforo. Compare las absorbancias y calcule la cantidad de fósforo en la muestra.

$$\text{Concentración de fósforo (mg/l)} = \frac{\text{cantidad de fósforo (mg)}}{\text{volumen de la alícuota de muestra (l)}}$$

Silicatos

Rango

0.01-0.13 mg de silicio

Reactivos

Consulte la sección relativa a los fosfatos.

Solución de dietiléter y pentanol (5:1).

Prepare una mezcla nueva diariamente.

Preparación de muestras

Consulte la sección relativa a los fosfatos.

Descomposición del ácido molibdosilícico

Añada 5 ml de ácido clorhídrico a la fracción molibdosilícica acuosa obtenida durante la separación de los heteropoliácidos y mezcle bien. Deje reposar la mezcla durante 5 minutos, añada 20 ml de solución de dietiléter y pentanol (proporción 5:1) y agite vigorosamente durante 3 minutos. Deje decantar y deseche la fracción acuosa que contiene el exceso de molibdeno. Lave el extracto orgánico con dos volúmenes de 25 ml de ácido clorhídrico (dilución 1:10) y agite durante 30 segundos cada vez. Deseche el líquido de lavado y aclare la punta del embudo con agua destilada.

Añada 30 ml de solución buffer, agite durante 30 segundos y deposite la fracción acuosa en un matraz volumétrico de 50 ml. Repita el proceso con otros 15 ml de solución buffer. Mezcle las fracciones acuosas y dilúyalas hasta 50 ml con agua destilada. Use esta solución para determinar la absorbancia del molibdeno.

Preparación de patrones

Prepare un patrón que contenga 10 mg/l de Si; para ello, diluya la solución de 1,000 mg/l de silicio.

Tome alícuotas de 1, 3, 5 y 10 ml del patrón de 10 mg/l de silicio para obtener 0.01, 0.02, 0.05 y 0.1 mg de fósforo. Trate las alícuotas de patrón de la misma manera que la solución de muestra y determine la absorbancia del molibdeno para este rango de contenido de silicio.

Sulfatos (SO₄)

Peso molecular 96.06

La reacción cuantitativa de los sulfatos con cloruro de bario para producir sulfato de bario se utiliza como base para la determinación indirecta de iones sulfato por espectrometría de absorción atómica. Después, la cantidad de sulfatos en la muestra original se estima por medio de uno de estos dos métodos:

- Determinación del exceso de bario en la solución tras retirar el precipitado de sulfato de bario por filtración.
- Redisolución del precipitado en una solución de EDTA y posterior determinación del bario recuperado.

En ambos métodos, las condiciones utilizadas para el análisis del contenido de bario serán las aplicables a la determinación normal de bario por absorción atómica.

El sulfato de bario se precipita en condiciones controladas de temperatura y acidez para minimizar los errores causados por la solubilidad del sulfato de bario a bajas concentraciones. Asimismo, la calibración ideal del método se consigue mejor mediante la determinación del contenido de bario de un conjunto de patrones de sulfatos sometidos al mismo tratamiento que las soluciones de muestra. Se utilizará una serie de valores de recuperación para comprobar la coprecipitación asociada a otras especies.

Referencias

1. Cullum, D.C. y Thomas, D.B., Analyst, 85, 688 (1960).
2. Dunk, R., Mostyn, R.A. y Hoare, H.C., Atomic Absorption News, 8 (4), 79 (1969).

Condiciones estándares para el bario

Parámetros recomendados para el instrumento

Condiciones de trabajo (fijas)

Corriente de la lámpara (Nota 1)	20 mA
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nítrico
Estequiometría de la llama	Reductora; cono rojo de 2-3 cm de altura

Nota 1: Debido a las intensas señales de emisión del bario a la longitud de onda de resonancia, se recomienda que, cuando haya que medir niveles superiores a 10 µg/ml, la corriente de la lámpara se incremente a 20 mA para minimizar el ruido del fotomultiplicador.

Condiciones de trabajo (variables)

Longitud de onda (nm)	Anchura de rendija (nm)	Rango óptimo de trabajo (µg/ml)
313.3	0.2	0.2-100
320.9	0.2	5-1,000

Interferencias

La llama de óxido nítrico y acetileno ioniza parcialmente el bario. Para eliminar la ionización, añada una solución de nitrato o cloruro de potasio hasta obtener una concentración final de 2,000 µg/ml de potasio en todas las soluciones, incluido el blanco.

Método 1

Rango

0.2-2.0 mg de SO₄

Reactivos

Solución de bario (200 mg/l de Ba): consulte las condiciones estándares indicadas anteriormente para el bario. Prepare una solución que contenga 200 mg/l de Ba; para ello, diluya un patrón de 1,000 mg/l de bario.

Ácido clorhídrico (0.2 M): diluya 1.8 ml de ácido clorhídrico concentrado hasta 100 ml con agua destilada.

Preparación de muestras

Transfiera 10 ml de solución de muestra a un matraz volumétrico de 50 ml. Colóquelo en un baño de agua, añada 5 ml de ácido clorhídrico 0.2 M y deje que alcance una temperatura de 90-95 °C. Añada lentamente 10 ml de solución de 200 mg/l de bario y mezcle con frecuencia. Siga calentando en el baño de agua durante unos 5 minutos después de añadir la solución de bario. Deje enfriar y aforar con agua destilada. Deje reposar la mezcla hasta el día siguiente.

Decante una fracción del líquido sobrenadante y centrifúguela si es necesario para obtener una solución limpia. Tome 10 ml de solución limpia, añada 1 ml de una solución que contenga 100 g/l de potasio y diluya la mezcla hasta 50 ml con agua destilada. Para una muestra que contenga 2.0 mg de sulfatos, la solución analítica tendrá un exceso aproximado de 4.5 mg/l de bario y 2,000 mg/l de potasio añadido.

Preparación de patrones

Patrones de bario

Prepare patrones que contengan 0, 2.5, 5, 7.5, 10, 15 y 20 mg/l de Ba, además de los 2,000 mg/l de potasio que habrá agregado.

Patrones de sulfatos

Solución de 1,000 mg/l de sulfatos: disuelva 1.4797 g de sulfato sódico anhidro y seco (calidad de reactivo analítico) en agua destilada y diluya la mezcla hasta 1 litro. La solución contendrá 1,000 mg/l de sulfatos. Prepare patrones que contengan 10, 25, 50, 100, 150 y 200 mg/l de sulfatos.

Tome alícuotas de 10 ml de los patrones de sulfatos y trátelas conforme al procedimiento indicado en la sección de preparación de muestras. Las soluciones analíticas contendrán 0.01, 0.025, 0.05, 0.1, 0.15 y 0.2 mg de sulfatos.

Parámetros del instrumento

Consulte las condiciones estándares indicadas anteriormente para el bario.

Utilice la longitud de onda de 553.6 nm.

Análisis

Tome lecturas de réplica de absorbancia del bario en la solución de muestra y las soluciones patrón de sulfatos.

Compare las absorbancias y calcule la concentración de sulfatos en la muestra.

$$\text{Cantidad de sulfatos en la muestra (mg)} = \text{patrón de sulfatos (mg)} \times \text{factor de dilución}$$

$$\text{Concentración de sulfatos (mg/l)} = \frac{\text{cantidad de sulfatos (mg)}}{\text{volumen de la alícuota de muestra (l)}}$$

Valores de recuperación

La estimación de sulfatos mediante precipitación cuantitativa de sulfato de bario es propensa a errores de coprecipitación, de falta de selectividad y asociados a la técnica del usuario. Para comprobar si existen estos errores, el exceso de bario resultante de la precipitación del patrón de sulfatos se compara con las soluciones patrón de bario.

Tome lecturas de réplica de absorbancia del bario en las soluciones patrón de sulfatos y bario.

Compare las absorbancias y calcule la concentración disponible de sulfatos en los patrones de sulfatos.

Exceso de bario = mg/l de Ba x factor de dilución (mg/l)

$$\text{Cantidad de sulfatos (mg)} = \frac{[80 - \text{concentración del exceso de bario (mg/l)}] \times 0.704 \times \text{volumen de solución (ml)}}{1,000}$$

$$\text{Concentración de sulfatos (mg/l)} = \frac{\text{cantidad de sulfatos (mg)}}{\text{volumen de la alícuota (l)}}$$

Después, compare la concentración disponible de sulfatos medida en las soluciones patrón de sulfatos con los valores añadidos iniciales para obtener un rendimiento porcentual.

$$\% \text{ de recuperación} = \frac{\text{concentración de sulfatos medida (mg/l)}}{\text{concentración inicial del patrón de sulfatos (mg/l)}} \times 100$$

Método 2

Rango

0.2-2.0 mg de SO₄

Preparación de muestras

Tome 10 ml de solución de muestra, deposítelos en un vaso de precipitados de 100 ml con tapa y precipite el sulfato de bario en las condiciones especificadas en el método 1; el volumen final de solución será de unos 50 ml. Deje reposar la mezcla hasta el día siguiente y fíltrela usando un crisol de vidrio sinterizado (porosidad 3). Lave el precipitado con dos fracciones de 5 ml de agua destilada.

NOTA

Un procedimiento alternativo es centrifugar la solución; desechar el líquido sobrenadante; añadir 10 ml de agua destilada y agitar intensamente; y centrifugar y desechar el líquido sobrenadante de nuevo.

Vuelva a disolver el precipitado en 8 ml de solución de sal sódica de EDTA al 1 % (p/v) calentando suavemente la mezcla. Transfiera la mezcla a un matraz volumétrico de 100 ml y afore con agua destilada. Para una solución de muestra que contenga 2.0 mg de sulfatos, la solución preparada contendrá unos 29 mg/l de Ba.

Preparación de patrones

Patrones de bario

Prepare patrones que contengan 0, 2, 5, 10, 15, 20, 25 y 30 mg/l de Ba añadiendo sal sódica de EDTA al 1 % (p/v) con una concentración de 8 ml/100 ml de solución.

Patrones de sulfatos

Consulte el método 1.

Prepare patrones que contengan 10, 25, 50, 100, 150 y 200 mg/l de sulfatos.

Tome alícuotas de 10 ml para obtener patrones que contengan 0.1, 0.25, 0.5, 1.0, 1.5 y 2.0 mg de sulfatos. Trate las alícuotas de patrón de la misma manera que la solución de muestra y determine la absorbancia del bario para este rango de contenido de sulfatos.

Parámetros del instrumento

Consulte las condiciones estándares indicadas anteriormente para el bario.

Utilice la longitud de onda de 553.6 nm.

Análisis

Tome lecturas de réplica de absorbancia del bario en la solución de muestra y las soluciones patrón de sulfatos. Compare las absorbancias y calcule la concentración de sulfatos en la muestra.

$$\text{Cantidad de sulfatos} = \frac{\text{patrón de sulfatos (mg)}}{\text{factor de dilución}}$$

$$\text{Concentración de} = \frac{\text{cantidad de sulfatos (mg)}}{\text{sulfatos (mg/l) volumen de la alícuota de muestra (l)}}$$

Valores de recuperación

Consulte el método 1.

Tome lecturas de réplica de absorbancia del bario en las soluciones patrón de sulfatos y bario.

Compare las absorbancias y calcule la concentración disponible de sulfatos en los patrones de sulfatos.

$$\text{Cantidad de sulfatos (mg)} = \frac{\text{concentración de bario medida (mg/l)} \times 0.704 \times \text{volumen de solución (ml)}}{1,000}$$

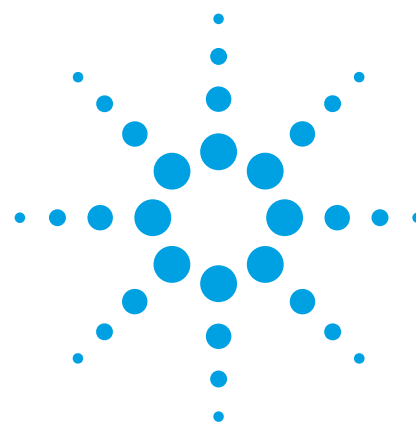
$$\text{Concentración de sulfatos} = \frac{\text{cantidad de sulfatos (mg)}}{\text{volumen de la alícuota de muestra (l)}}$$

Después, compare la concentración disponible de sulfatos medida en las soluciones patrón de sulfatos con los valores iniciales para obtener un rendimiento porcentual.

$$\% \text{ de recuperación} = \frac{\text{concentración de sulfatos medida (mg/l)}}{\text{concentración inicial del patrón de sulfatos (mg/l)}} \times 1,000$$

4. METODOLOGÍA

Análisis ambiental	55
Alimentos y agricultura	58
Productos químicos	63
Análisis industriales	66
Minerales	72
Metalurgia	83
Petróleo	100



Análisis ambiental

Aire

Al (aluminio)

Valores típicos

Zonas no urbanas	0.08 $\mu\text{g}/\text{m}^3$
Zonas urbanas residenciales	0.2 $\mu\text{g}/\text{m}^3$
Zonas industriales	0.6 $\mu\text{g}/\text{m}^3$

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de cadmio en aire. Para una mezcla con 0.6 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ de Al y una velocidad de muestreo de 1.5 m^3/min , la solución contendrá 25.8 $\mu\text{g}/\text{ml}$ de Al.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 10, 20, 50 y 80 $\mu\text{g}/\text{ml}$ de Al usando una solución de ácido nítrico con la misma concentración que la de la solución de muestra.

Cd (cadmio)

Valores típicos

Valores naturales	Hasta 0.001 $\mu\text{g}/\text{m}^3$
Valores promedio urbanos (altos)	0.065 $\mu\text{g}/\text{m}^3$

Zonas próximas a fundiciones u otras fuentes de emisión de cadmio 1.0 $\mu\text{g}/\text{m}^3$

Preparación de muestras

Aspire aire con un muestreador de alto volumen y hágalo pasar por un filtro preconditionado* de fibra de vidrio con un flujo de 1.5-2.0 m^3/min .

* El filtro de fibra de vidrio se preconditiona mediante calentamiento rápido en un horno de mufla a 400 °C durante 20-30 minutos para eliminar todos los aglutinantes orgánicos.

Una vez enfriado, el filtro se lava con ácido nítrico al 50 % v/v, se seca y se guarda en un desecador hasta que haya que usarlo.

Tome la muestra durante un período de 24 horas. Extraiga el filtro del muestreador y colóquelo en un horno de mufla a 250 °C durante una hora. Enfíe el filtro y colóquelo en un matraz adecuado con 100 ml de ácido nítrico al 50 % v/v. Caliente el contenido del matraz y manténgalo justo por debajo de la temperatura de ebullición durante 45 minutos. Filtre el extracto con un filtro de papel Whatman de grado 540 prelavado y repita el proceso de extracción con ácido nítrico y calentamiento durante 45 minutos. Mezcle los filtrados y los líquidos de lavado y hiérvalos hasta transformarlos en sales húmedas. Disuélvalas de nuevo en ácido nítrico y diluya la mezcla hasta 50 ml con agua destilada.

Para aire con 0.01 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ de Cd y un flujo de 1.5 m^3/min , la solución contendrá 0.43 $\mu\text{g}/\text{ml}$ de Cd.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 0.2, 0.5, 1 y 2 $\mu\text{g}/\text{ml}$ de Cd. Las soluciones patrón deben contener ácido nítrico con la misma concentración que la solución de muestra. Las concentraciones de otros elementos principales también deben coincidir.

Cu (cobre)

Valores típicos

Zonas no urbanas	0.01 $\mu\text{g}/\text{m}^3$
Zonas urbanas residenciales	0.06 $\mu\text{g}/\text{m}^3$
Zonas industriales	1.0 $\mu\text{g}/\text{m}^3$

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de cadmio en aire. Para una muestra con 0.1 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ de Cu y un flujo de muestreo de aire de 1.5 m^3/min , la solución de muestra contendrá 4.3 $\mu\text{g}/\text{ml}$ de Cu.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 1, 2, 5 y 8 $\mu\text{g}/\text{ml}$ de Cu.

La concentración de ácido nítrico del patrón debe ser aproximadamente igual a la de la solución de muestra.

Fe (hierro)

Valores típicos

Zonas no urbanas	0.06 µg/m ³
Zonas urbanas residenciales	0.18 µg/m ³
Zonas industriales	0.82 µg/m ³

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de cadmio en aire. Para una muestra con 0.2 µg/m³ de Fe y un flujo de muestreo de aire de 1.5 m³/min, la solución de muestra contendrá 8.6 µg/ml de Fe.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 5, 10, 20 y 50 µg/ml de Fe.

Ajuste la concentración de ácido nítrico de los patrones para que sea idéntica a la de la solución de muestra.

Pb (plomo)

Preparación de muestras

Consulte el procedimiento recomendado para la determinación de cadmio en aire. Para una muestra de aire que contenga 0.2 µg/m³ de Pb y un flujo de muestreo de aire de 1.5 m³/min, la solución de muestra contendrá 8.6 µg/ml de Pb.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 2, 5, 10 y 20 µg/ml de Pb usando ácido nítrico diluido con la misma concentración que la de la solución de muestra para la dilución.

Agua natural

As (arsénico)

Técnica de generación de vapor

A bajas concentraciones, este elemento puede determinarse mediante la técnica de generación de vapor. Los detalles de los procedimientos adecuados se proporcionan en el manual de funcionamiento incluido con el accesorio de generación de vapor de Agilent.

Rango

40-500 ng de arsénico

Es decir, 0.004-0.05 mg/l de arsénico en una muestra de 10 ml. El límite inferior depende en gran medida del nivel de arsénico en el blanco; es decir, de la cantidad de arsénico que contengan los reactivos.

Interferencias

A la longitud de onda de 193.7 nm, la absorción no atómica producida por las especies moleculares exigirá usar corrección del ruido de fondo.

Pueden producirse interferencias químicas asociadas a la generación de arsina. Los agentes oxidantes pueden evitar la reacción por completo. En particular, no debe haber exceso de ácido nítrico en la solución de prueba. No se pueden tolerar grandes excesos de metales como el cobre, que forma un precipitado con el yoduro potásico.

Preparación de muestras

No se requiere preparación.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 0.005, 0.01, 0.02, 0.03, 0.04 y 0.05 µg/ml (mg/l) de arsénico, de tal forma que las alícuotas de 10 ml contengan 0, 50, 100, 200, 300, 400 y 500 ng de arsénico.

Hg (mercurio)

Técnica de vapor frío

Esencialmente, este método depende de la reducción del mercurio disponible en un estado reducible (principalmente Hg₂⁺) al estado elemental mediante la reacción con cloruro estañoso.

Es decir: $\text{Hg}_2^+ + \text{Sn}_2^+ \rightarrow \text{Hg} + \text{Sn}_4^+$

Después, el vapor de mercurio se purga en una célula de absorción situada en el paso de luz del espectrómetro en lugar del quemador de llama habitual. Por último, se mide el máximo de unidades de absorbancia resultante.

Rango

Hasta 600 ng de Hg

Es decir, 0.012 mg/l de Hg en una muestra de 50 ml.

Límite de detección: 2 ng de Hg (0.00004 mg/l en una muestra de 50 ml).

Interferencias

Los iones metálicos que se reduzcan al estado elemental debido al cloruro estañoso interferirán si se amalgaman o forman compuestos estables con el mercurio. Por ejemplo, se ha observado que el oro, el platino, el selenio y el telurio interfieren a diversas concentraciones, al igual que los yoduros, los bromuros y los tiosulfatos. Si se cree que pueden existir interferencias, eso se puede comprobar mediante el método de adición de patrón.

El uso de corrección del ruido de fondo puede ser necesario para corregir la absorción no atómica.

Referencias

1. Omang, S.H., Anal. Chim. Acta, 53, 415 (1971).
2. Kopp, J., E.P.A. Newsletter, abril, pág. 7 (1972).
3. Brodie, K.G., Amer. Lab., 9, 73 (1977).
4. Brodie, K.G., Amer. Lab., 11, 58 (1979).
5. Agilent Instruments At Work, n.º AA-38.

Reactivos especiales

Solución de cloruro estañoso al 20 %:

Añada 40 g de cloruro estañoso (calidad de reactivo analítico) a 200 ml de ácido clorhídrico concentrado. Lleve la mezcla a ebullición suavemente en un vaso de precipitados con tapa hasta que se produzca la disolución. Añada un gránulo de estaño (calidad de reactivo analítico) y deje enfriar. Para garantizar que la solución permanezca en estado estañoso, habrá que añadir un gránulo de estaño metálico periódicamente para que siempre exista un exceso.

Solución de permanganato potásico al 2 %:

Disuelva 2 g de permanganato potásico (calidad de reactivo analítico) en 100 ml de agua destilada.

Persulfato potásico al 5 %:

Disuelva 5 g de persulfato potásico (calidad de reactivo analítico) en 100 ml de agua destilada.

Clorhidrato de hidroxilamina al 3 %:

Disuelva 3 g de clorhidrato de hidroxilamina (calidad de reactivo analítico) en 100 ml de agua destilada.

Preparación de muestras

El mercurio puede estar presente en el agua como mercurio libre (iónico) o como mercurio ligado a compuestos orgánicos.

El cloruro estañoso reduce fácilmente el mercurio libre, pero el mercurio ligado a compuestos orgánicos debe someterse a una digestión previa para poder medir el contenido total de mercurio.

Digestión previa para medir el mercurio total

Tome réplicas de alícuotas de 50 ml de muestra. Añada 10 ml de ácido sulfúrico (dilución 1:1) y 1 ml de solución de permanganato potásico al 2 %. Deje reposar la mezcla durante 15 minutos; después, añada 1 ml de persulfato potásico al 5 %. Caliente la mezcla a 95 °C en un baño de agua durante alrededor de una hora. Enfríe la mezcla y añada una solución de hidroxilamina al 3 % hasta que desaparezca el color del permanganato.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 0.002, 0.004, 0.008 y 0.012 µg/ml (mg/l) de mercurio.

Todas las soluciones deben tener una concentración final de ácido nítrico del 10 %.

Se (selenio)

Técnica de generación de vapor

A bajas concentraciones, este elemento puede determinarse mediante la técnica de generación de vapor. Los detalles de los procedimientos adecuados se proporcionan en el manual de funcionamiento incluido con el accesorio de generación de vapor de Agilent.

En este método, el selenio (VI) que haya en la solución se reducirá a selenio (IV) debido a la acción del ácido clorhídrico al 50 % en caliente.

Rango

40-1,000 ng de selenio

Es decir, 0.004-0.1 mg/l de selenio en una muestra de 10 ml.

El límite inferior dependerá de la cantidad de selenio que contenga el blanco de reactivo.

Interferencias

A la longitud de onda de 196.0 nm, la absorción no atómica producida por las especies moleculares puede hacer necesario el uso de corrección del ruido de fondo. Pueden producirse interferencias químicas asociadas a la generación de seleniuro de hidrógeno. Los agentes oxidantes pueden evitar la reacción por completo. En particular, no debe haber exceso de ácido nítrico en la solución de prueba. Debe evitarse la presencia de iones yoduro. No se pueden tolerar grandes excesos de metales como el cobre, que forma un precipitado con el yoduro potásico.

Referencias

1. Holak, W., Anal. Chem., 41, 1712 (1969).
2. Brodie, K.G., Amer. Lab., 9, 73 (1977).
3. Brodie, K.G., Amer. Lab., 11, 58 (1979).
4. Agilent Instruments At Work, n.º AA-38.

Preparación de muestras

No se requiere preparación.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 0.005, 0.01, 0.02, 0.04, 0.06, 0.08 y 0.1 µg/ml (mg/l) de selenio.

Efluentes de aguas residuales

Cr (cromo)

Rango

0.1-1.0 µg/ml de Cr

Interferencias

Los niveles elevados de hierro, cobalto y cloruros pueden provocar interferencias, salvo que las condiciones de la llama sean óptimas.

Preparación de muestras

Las muestras deben tomarse usando recipientes lavados con ácido. Añada ácido clorhídrico hasta un nivel del 1 % para acidificar la muestra.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 0.1, 0.5 y 1.0 µg/ml de Cr en ácido clorhídrico al 1 %.

Alimentos y agricultura

Cerveza

Fe (hierro)

Análisis típico

Fe: 0.1 µg/ml.

Interferencias

El dióxido de carbono disuelto causa interferencias, ya que provoca la aspiración irregular de la muestra. Esto puede evitarse desgasificando la muestra antes del análisis. Los niveles de viscosidad de algunas cervezas pueden provocar problemas de normalización; se recomienda usar una técnica de adición de patrón.

La corrección del ruido de fondo se usa para corregir la absorción no atómica.

Preparación de muestras

Desgasifique la muestra; para ello, viértala en un vaso de precipitados y agite vigorosamente para garantizar el arrastre de aire.

Diluya alícuotas de 25 ml de muestra por duplicado a 50 ml y añada 0.5 ml de una solución de 10 µg/ml de Fe a una de las alícuotas.

Preparación de patrones

Prepare una solución patrón que contenga 10 µg/ml de Fe.

K (potasio)

Análisis típico

K: 400 µg/ml.

Preparación de muestras

Desgasifique parcialmente la muestra; para ello, viértala en un vaso de precipitados y agite vigorosamente. Diluya 1 ml de muestra hasta 500 ml.

Para 400 µg/ml de K, la concentración de la solución será de unos 0.8 µg/ml de K.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 0.5, 0.75 y 1.0 µg/ml de K.

Na (sodio)

Rango

Hasta 300 µg/ml de Na

Análisis típico

Fe: 0.1 µg/ml; K: 700 µg/ml; Na: 200 µg/ml.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de hierro en cerveza. Diluya 25 ml de cerveza hasta 50 ml.

Para 200 µg/ml de Na, la concentración de la solución será de unos 100 µg/ml de Na.

Preparación de patrones

Prepare patrones que contengan 0, 50, 100 y 150 µg/ml de Na añadiendo 350 µg/ml de K y un nivel de alcohol adecuado que coincida con el de la muestra.

Pescado

Hg (mercurio)

Técnica de vapor frío

Interferencias

Hay diversos materiales de las digestiones de pescado que interfieren; el método de adición de patrón puede ser una opción viable para evitar las interferencias.

A 253.7 nm, las especies no atómicas de la muestra pueden presentar una absorción intensa. Utilice un corrector de ruido de fondo para comprobar si existe absorción de fondo.

Preparación de muestras

Utilice un método como el método US EPA 245.5 para la digestión de la muestra de pescado. De forma alternativa, puede emplear un método de digestión por microondas como el método US EPA 3051A.

Preparación de patrones

Prepare patrones que contengan 1, 5, 10 y 20 µg/l de Hg.

Análisis

Consulte las instrucciones de funcionamiento del accesorio de generación de vapor.

Aceite vegetal

Fe (hierro)

Análisis típico

Fe: 3.8 µg/g

Ni: 17.0 µg/g

Interferencias

El método de adición de patrón se utiliza para compensar la viscosidad y la tensión superficial de la matriz de la muestra. La adición de patrón se lleva a cabo añadiendo concentraciones conocidas de un patrón organometálico a réplicas de soluciones de muestra.

Una alternativa es añadir un compuesto orgánico con características físicas similares, como un aceite mineral base de Agilent, a la solución de patrón organometálico. Se debe añadir el nivel de aceite mineral base necesario para hacer coincidir la viscosidad con la de la muestra de aceite. Esto permitirá preparar un conjunto de patrones de calibración de la manera habitual.

Preparación de muestras

Disuelva 10.0 g de muestra de aceite en disolvente A-Solv de Agilent y diluya la mezcla hasta 100 ml con ese mismo disolvente. Para 3.8 µg/g de Fe, la concentración de la solución será de unos 0.4 µg/ml de Fe (u 8 µg/20 ml de alícuota).

NOTA

También se preparará una solución blanco de disolvente.

Preparación de patrones

Prepare un patrón organometálico que contenga unos 200 µg/ml de Fe.

Adición de patrón

Tome alícuotas de 20 ml de la solución de muestra, añada 0, 0.05 y 0.1 ml del patrón de 200 µg/ml de Fe y diluya la mezcla hasta 25 ml con A-Solv.

Ni (níquel)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de hierro en aceite vegetal.

Interferencias

Consulte la sección sobre determinación de hierro en aceite vegetal.

El método de adición de patrón se utiliza para compensar la viscosidad y la tensión superficial de la matriz de la muestra.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de hierro en aceite vegetal.

Para 17.0 µg/g de Ni, la concentración de la solución será de unos 1.8 µg/ml de Ni (o 36 µg/20 ml de alícuota).

Preparación de patrones

Prepare un patrón organometálico que contenga unos 450 µg/ml de Ni.

Adición de patrón

Tome alícuotas de 20 ml de la solución de muestra, añada 0, 0.1 y 0.2 ml del patrón de 450 µg/ml de Ni y diluya la mezcla hasta 25 ml con A-Solv.

Ácidos grasos

Al (aluminio)

Rango

0.1-1.0 µg/g de Al

Análisis típico

Cu: 0.07 µg/g

Zn: 0.4 µg/g

Ni: 0.04 µg/g

Mn: 0.02 µg/g

Fe: 3.0 µg/g

Al: 0.1 µg/g

Interferencias

La llama de óxido nítrico y acetileno ioniza parcialmente el aluminio. Para eliminar la ionización, añada una solución de nitrato o cloruro de potasio hasta obtener una concentración final de 2,000 µg/ml de potasio en todas las soluciones, incluido el blanco.

Preparación de muestras

Caliente suavemente y por duplicado lotes de 100 g de muestra en crisoles de sílice hasta que se produzca la autoignición de los ácidos grasos. Deje que se quemen libremente, sin seguir aplicando calor.

Humedezca el residuo carbonoso con 2-3 ml de ácido sulfúrico y caliente para eliminar el exceso de ácido y hacer que se produzca la ignición a 650-700 °C. Disuelva el residuo en 10 ml de ácido clorhídrico 6 N, añada 0.1 g de potasio en forma de nitrato y diluya la mezcla hasta 50 ml. Prepare un blanco de reactivo de la misma manera.

Para 0.1 µg/g de Al, la concentración de la solución será de unos 0.2 µg/ml de Al.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 0.2, 0.5, 1.0 y 2.0 µg/ml de Al y 2,000 µg/ml de potasio en ácido clorhídrico 1 M.

Fe (hierro)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en ácidos grasos.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en ácidos grasos.

Para 3.0 µg/g de Fe, la concentración de la solución será de 6 µg/ml de Fe.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 5, 10 y 15 µg/ml de Fe. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían HCl 1 M.

Mn (manganeso)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en ácidos grasos.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en ácidos grasos. Para 0.5 µg/g de Mn, la concentración de la solución será de unos 0.04 µg/ml de Mn.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 0.05 y 0.1 µg/ml de Mn. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

K: 2,000 µg/ml

HCl: 1.2 N

Carne de aves de corral

Mn (manganeso)

Análisis típico

Mn: 0.01 %

Preparación de muestras

Lleve a cabo una calcinación húmeda de muestras de 2.5 g con ácido nítrico y ácido perclórico. Diluya la mezcla hasta 100 ml para obtener unos 2.5 µg/ml de Mn en solución.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 2.5, 5 y 10 µg/ml de Mn y tengan un contenido de ácido perclórico idéntico al de la muestra.

Verduras (patrón NBS)

As (arsénico)

Técnica de generación de vapor

A bajas concentraciones, este elemento puede determinarse mediante la técnica de generación de vapor. Los detalles de los procedimientos adecuados se proporcionan en el manual de funcionamiento incluido con el accesorio de generación de vapor de Agilent.

Rango óptimo

50-300 ng de arsénico; es decir, en esta preparación, 0.005-0.30 µg/ml en solución o 5-30 µg/g en la muestra.

Interferencias

A la longitud de onda de 193.7 nm, la absorción no atómica producida por las especies moleculares exigirá usar corrección del ruido de fondo.

Pueden producirse interferencias químicas asociadas a la generación de arsina. Los agentes oxidantes pueden evitar la reacción por completo. En particular, no debe haber exceso de ácido nítrico en la solución de prueba.

Reactivos especiales

Asegúrese de que todos los reactivos estén tan libres de arsénico como sea posible.

Ácido clorhídrico: calidad Aristar

Borohidruro sódico: calidad de laboratorio

Para preparar una solución al 5 %, disuelva 5 g de borohidruro sódico en agua destilada que contenga 0.1 g/100 ml de hidróxido de sodio.

Preparación de muestras

Prepare 1 g de muestra mediante digestión por microondas y dilúyala hasta un volumen final de 100 ml.

Preparación de patrones

Prepare soluciones de calibración que contengan 0, 0.1, 0.2 y 0.3 µg/ml (mg/l) de arsénico, de tal manera que las alícuotas de 1 ml contengan 0, 100, 200 y 300 ng de arsénico.

Material vegetal

Ca (calcio)

Análisis típico

Ca: 150 µg/g K: 0.8 % Mg: 0.36 %

Na: 20 µg/g Cu: 0.004 %

Interferencias

El fósforo del material vegetal reducirá la absorbancia del calcio un 35-50 %. Esto puede evitarse mediante el uso de una llama de óxido nítrico y acetileno.

Esta llama ioniza parcialmente el calcio. Para eliminar la ionización, añada nitrato o cloruro de potasio hasta obtener una concentración final de 2,000 µg/ml de potasio en todas las soluciones, incluido el blanco.

Preparación de muestras

Humedezca 1.000 g de material vegetal seco y pulverizado con unas gotas de agua. Añada 5 ml de ácido nítrico y evapore hasta obtener sales húmedas. Repita la digestión hasta que no queden restos visibles de material carbonizado.

Enfríe la mezcla y añada 5 ml de ácido nítrico y 5 ml de ácido perclórico. Caliente lentamente hasta obtener una solución limpia; después, evapórela hasta obtener sales húmedas.

ADVERTENCIA



Peligro de explosión: los percloratos orgánicos son explosivos. Consulte el mensaje de advertencia de la página 3 de este manual.

Disuelva el residuo en 2 ml de ácido nítrico y diluya la mezcla hasta 50 ml; además, añada 2,000 µg/ml de potasio. Para 150 µg/g de Ca, la concentración de la solución será de unos 3 µg/ml de Ca.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 1, 3 y 5 µg/ml de Ca. Cada solución debe contener 2,000 µg/ml de potasio añadido.

Cu (cobre)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de calcio en material vegetal.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de calcio en material vegetal.

Pese 2.500 g de material seco y triturado en un vaso de precipitados de 250 ml; después, lleve a cabo una calcinación húmeda controlada con ácido nítrico y ácido perclórico. Diluya la mezcla hasta 50 ml. Para lograr una precisión máxima, lleve a cabo una prueba con un blanco para todos los reactivos y el material de vidrio a lo largo de todo el análisis.

Para un 0.0004 % de Cu, la concentración de la solución será de unos 2 µg/ml de Cu.

Preparación de patrones

Prepare patrones que contengan 0, 1.0, 2.0 y 3.0 µg/ml de Cu en ácido perclórico al 1 %.

Na (sodio)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de calcio en material vegetal.

Preparación de muestras

Para 20 µg/g de Na en la muestra de 1.000 g, la concentración de la solución será de 0.4 µg/ml de Na.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 0.2, 0.4 y 0.6 µg/ml de Na; además, cada uno de ellos debe contener 2.000 µg/ml de K para que sean similares a la solución de muestra. Será necesario preparar patrones nuevos a diario.

Tl (talio)

Rango

0.3-30 µg/g

Referencias

1. Curry, A.S., Read, J.F. y Knott, A.R., Analyst, 94, 746 (1969).

Reactivos

Hidróxido de sodio (50 % p/v):

Disuelva 50 g de hidróxido de sodio (calidad de reactivo analítico) en agua destilada. Enfríe y diluya la mezcla hasta 100 ml con agua destilada.

Hidróxido de sodio 2.5 N:

Disuelva 10.00 g de hidróxido de sodio (calidad de reactivo analítico) en agua destilada. Enfríe y diluya la mezcla hasta 100 ml con agua destilada.

Ácido sulfúrico 2.5 N:

Añada lentamente 7 ml de ácido sulfúrico concentrado y, con precaución, dilúyalo hasta 80 ml con agua destilada. Enfríe y diluya la mezcla hasta 100 ml con agua destilada.

Dietilditiocarbamato sódico (1 % p/v):

Disuelva 0.500 g de dietilditiocarbamato sódico (calidad de reactivo analítico) en agua destilada calentando suavemente la mezcla. Enfríe y diluya hasta 50 ml con agua destilada.

NOTA

Esta solución debe prepararse justo antes de usarla para cada serie de determinaciones.

Preparación de muestras

Deposite 5.000 g de material vegetal y 20 ml de ácido nítrico y sulfúrico (proporción 1:1) en un matraz Kjeldahl de 100 ml. Lleve a cabo una digestión a 120-150 °C para eliminar los óxidos de nitrógeno, teniendo cuidado de evitar la carbonización. Si se produce carbonización, añada 5 ml de ácido nítrico y, con cuidado, siga calentando de la misma forma (si es necesario, vuelva a agregar ácido nítrico en exceso). Una vez que la reacción inicial se haya detenido, caliente con mayor intensidad hasta generar vapores de trióxido de azufre y continúe hasta obtener un volumen final de unos 10 ml.

Deje enfriar la mezcla hasta alcanzar la temperatura ambiente y añada 50 ml de agua destilada en pequeñas cantidades, girando el matraz para evitar la ebullición localizada.

ADVERTENCIA



La adición inicial de agua provocará una reacción violenta. Sujete el matraz con el cuello orientado hacia la campana extractora de gases y no lo dirija nunca hacia ninguna persona; de lo contrario, podrían producirse lesiones graves.

Enfríe el matraz en un recipiente con agua corriente. Añada hidróxido de sodio al 50 % (p/v) para neutralizar el ácido.

ADVERTENCIA



Añada el hidróxido de sodio en pequeños incrementos de 1-3 ml, enfriando entre adición y adición para controlar la violencia de la reacción; de lo contrario, podrían producirse lesiones graves.

Una vez neutralizada la mayor parte del ácido, lo que se traducirá en una ralentización de la reacción, añada unas gotas de azul de timol como indicador y continúe con la neutralización añadiendo gota a gota hidróxido de sodio al 50 % (p/v). Transfiera la mezcla a un matraz volumétrico de 100 ml y afore con agua destilada.

Deposite réplicas de alícuotas de 20 ml en tubos de ensayo o frascos de 50 ml con tapón. Use un medidor de pH para ajustar el pH de las soluciones a 6-7 con hidróxido de sodio 2.5 N y ácido sulfúrico 2.5 N. Añada 2 ml de dietilditiocarbamato sódico al 1 % (p/v), tape el recipiente y agite durante un minuto para que se produzca la quelación. Añada 3 ml de metil isobutil cetona y agite de manera rápida y uniforme durante 4-5 minutos. Deje que las fases se separen durante 30 minutos. Utilice la fase orgánica limpia para el análisis.

Para 0.3 µg/g de Tl, la fracción orgánica contendrá unos 0.3 µg/ml de Tl.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 0.5, 1, 5, 10, 20 y 30 µg/ml de Tl. Tome alícuotas de 20 ml de la solución patrón y ajuste el pH y lleve a cabo la quelación y la extracción con metil isobutil cetona según lo indicado anteriormente (consulte la sección sobre preparación de muestras).

Extractos de suelo

Ca (calcio)

Rango

50-3,000 µg/g

Interferencias

Las interferencias químicas interelementales pueden evitarse usando una llama de óxido nitroso y acetileno.

Esta llama ioniza parcialmente el calcio. Para eliminar la ionización, añada nitrato o cloruro de potasio hasta obtener una concentración final de 5,000 µg/ml de potasio en todas las soluciones, incluido el blanco.

Preparación de muestras

Pese de forma precisa 10.00 g de una muestra de suelo representativa y finamente molida (consulte la Nota 2) en un matraz de Erlenmeyer de 250 ml. Añada 50 ml de una solución de acetato de amonio 1 N con el pH ajustado a 7.0.

Agite vigorosamente durante una hora y filtre la solución con un filtro de papel Whatman de grado 540 lavado con acetato de amonio. Afore hasta 100 ml con agua destilada (solución A para la determinación de K). Diluya 10 ml de la solución preparada hasta 100 ml con agua destilada. Añada 500 µg/ml de potasio (solución B para la determinación de Ca/Mg).

Para una muestra con 300 µg/g de Ca, la solución diluida contendrá 3 µg/ml de Ca.

Referencias

1. Ure, A.M. y Berrow, M.L., *Analytica Chimica Acta*, 52, 247 (1970).
2. Wilson, T.R., *J. Sci. Food and Agric.*, 17, 344 (1966).

Cu (cobre)

Rango

0-20 µg/g de Cu

Interferencias

La absorbancia del cobre no se ve afectada por la presencia de grandes cantidades de Al, Ca, Fe, K, Mg y Na (hasta 2,000 µg/ml) en la solución de extracción [2].

Preparación de muestras

Tome una muestra representativa de suelo conforme a las especificaciones de la norma correspondiente (para estudios de contaminación se suele recomendar tomar muestras de 15 cm de profundidad).

Pese de forma precisa 10.00 g de suelo seco y finamente molido en un matraz de Erlenmeyer de 100 ml. Añada 30 ml de EDTA 0.05 M neutralizado previamente hasta un pH = 7.0 con amoníaco purificado. Agite vigorosamente la mezcla durante una hora y fíltrela con un filtro de papel Whatman de grado 540 lavado con EDTA. Ajuste el volumen de filtrado a 50 ml con agua destilada.

Para 20 µg/g de Cu, la solución de muestra contendrá 4 µg/ml de Cu.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 0.5, 1.0, 2.0 y 5.0 µg/ml de Cu usando EDTA 0.05 M para las diluciones. Las soluciones patrón deben contener los mismos elementos principales de la matriz que la solución de muestra con concentraciones aproximadamente iguales.

Referencias

1. Varju, M.E. y Elek, E., *Atomic Absorption Newsl.*, 10, 128 (1971).
2. Varju, M.E., *Agrokemia Talajtan*, 19, 323 (1970).
3. Ure, A.M., *Analytica Chimica Acta.*, 52, 247 (1970).
4. Dagnall, R.M., Kirkbright, R.M. y West, T.S., *Anal. Chem.*, 43, 1765 (1970).

K (potasio)

Rango

0-80 µg/g

Preparación de muestras

Consulte el procedimiento recomendado para la determinación de calcio en extractos de suelo.

Use solución original sin diluir; para 8 µg/g de K, la solución contendrá 0.8 µg/ml de K.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 0.2, 0.5, 1.0 y 2.0 µg/ml de K en acetato de amonio 1 N.

Mg (magnesio)

Rango

0-100 µg/g

Interferencias

En la llama de aire y acetileno, las interferencias químicas pueden evitarse mediante la adición de un agente de liberación, como estroncio o lantano.

El análisis en una llama de óxido nitroso y acetileno evita las interferencias interelementales.

Preparación de muestras

Consulte el procedimiento recomendado para la determinación de calcio. Use solución diluida. Para 20 µg/g de Mg, la solución contendrá 0.2 µg/ml de Mg.

Preparación de patrones

Prepare soluciones de calibración que contengan 0, 0.1, 0.2 y 0.5 µg/ml de Mg en acetato de amonio 1 N.

Cada solución debe contener 5,000 µg/ml de potasio.

Mn (manganeso)

Rango

0-200 µg/g de Mn

Interferencias

No se han detectado interferencias químicas al analizar extractos con un contenido de hasta 100 µg/ml de Al, Ca, Fe, K, Mg, Na y P [2].

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre preparación de extractos de suelo para la determinación de cobre. Lleve a cabo una dilución 1:2 del extracto para la determinación. Para una muestra que contenga 30 µg/g de Mn, la concentración de la solución diluida será de 3 µg/ml de Mn.

Preparación de patrones

Prepare soluciones de calibración que contengan 0, 1, 2 y 5 µg/ml de Mn.

Los patrones deben elaborarse con EDTA 0.05 M y deben contener niveles aproximadamente iguales de los elementos principales de la matriz de las soluciones de muestra.

Referencias

1. Ure, A.M. y Berrow, M.L., *Analytica Chimica Acta*, 52, 247 (1970).
2. Hossner, L.R. y Ferrara, L.W., *Atomic Absorption Newsl.*, 6, 71 (1967).

Zn (cinc)

Rango

0.01-5.8 µg/g

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre preparación de extractos de suelo para el análisis de cobre. Para 5.8 µg/g de Zn en la muestra, la solución contendrá 1.16 µg/ml de Zn.

Preparación de patrones

Prepare patrones que contengan 0, 0.5, 1.0 y 2.0 µg/ml de Zn. Use una solución de EDTA 0.05 M para diluir los patrones. Los patrones deben contener las mismas concentraciones de elementos (excepto para el cinc) presentes en la solución de muestra.

Productos químicos

Ácido sulfúrico

As (arsénico)

Rango

1-10 µg/ml de As

Análisis típico

H₂SO₄: 97.0 % As: 0.001 %

Interferencias

A 193.7 nm, las especies no atómicas presentan una absorción intensa en la llama. Utilice un corrector de ruido de fondo para comprobar si existe absorción de fondo.

Preparación de muestras

Añada con cuidado 10 ml de muestra de ácido sulfúrico a 15 ml de agua, usando una pipeta con pera de succión. Enfríe y diluya la mezcla hasta 25 ml.

Preparación de patrones

Prepare una solución de 10 µg/ml de As.

Repita el proceso anterior de preparación de muestras añadiendo 5 ml de solución de 10 µg/ml de As antes de diluir la mezcla hasta 25 ml.

Este procedimiento consigue una adición de patrón de 2 µg/ml de As al ácido sulfúrico.

Pueden llevarse a cabo otras adiciones de forma similar para obtener soluciones de adición de patrón de 4 y 6 µg/ml.

Compuestos organometálicos

As (arsénico)

Análisis típico

As: 34.0 %.

C, H y O: Resto

Interferencias

En la longitud de onda de 193.7 nm, las especies no atómicas presentan una absorción intensa en la llama. Utilice un corrector de ruido de fondo para comprobar si existe absorción de fondo.

Preparación de muestras

Disuelva 0.100 g de muestra en 20 ml de agua destilada y 5 ml de etanol. Afore hasta 100 ml con agua destilada.

Tome 10 ml de la solución preparada, añada 5 ml de etanol y diluya la mezcla hasta 100 ml con agua destilada.

Para un 34.0 % de As, la solución diluida contendrá unos 35 µg/ml de As.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 20, 30, 40 y 50 µg/ml de As en etanol al 5 % v/v.

Si (silicio)

Análisis típico

Si:	11.0 %
S, C y H:	Residuo

Interferencias

El método de adición de patrón se utiliza para compensar la matriz de la muestra.

Preparación de muestras

Disuelva 0.200 g de muestra en metil isobutil cetona y afore hasta 100 ml con ese mismo disolvente.

Para un 11.0 % de Si, la concentración de la muestra será de unos 220 µg/ml de Si.

Preparación de patrones

Prepare una solución que contenga 450 µg/ml de Si usando un patrón de aceite monoelemental de Agilent.

Patrones de adición

Tome alícuotas de 20 ml de la solución de muestra, añada 0, 5, 10 y 20 ml del patrón de 450 µg/ml de silicio y afore hasta 100 ml con metil isobutil cetona.

Los patrones de adición contendrán 0, 22.5, 45 y 90 µg/ml de silicio añadido.

Ti (titanio)

Análisis típico

Ti:	38.0 %
S, C y H:	Resto

Interferencias

El método de adición de patrón se utiliza para compensar la reducción de la absorbancia del titanio provocada por la matriz de la muestra.

Preparación de muestras

Disuelva 0.300 g de muestra en diisobutil cetona (DIBK). Afore hasta 250 ml con ese mismo disolvente.

Para un 38 % de Ti, la concentración de la muestra será de unos 460 µg/ml de Ti.

Preparación de patrones

Disuelva 1.8662 g de titaniloxalato potásico (calidad de reactivo analítico) (13.53 % de Ti) agua destilada. Afore hasta 250 ml. La solución contendrá 1,000 µg/ml de Ti.

Patrones de adición

Tome alícuotas de 25 ml de la solución de muestra, añada 0, 5, 10 y 20 ml del patrón de 1,000 µg/ml de Ti y afore hasta 100 ml con agua destilada.

Los patrones de adición contendrán 0, 50, 100 y 200 µg/ml de titanio añadido.

Prepare una solución blanco; para ello, diluya 25 ml de DIBK hasta 100 ml con agua destilada.

"Jabones" organometálicos

Co (cobalto)

Rango

5-18 % de Co

Análisis típico

12.5 % de Co

Preparación de muestras

Disuelva 2.000 g de muestra en disolvente A-Solv de Agilent y afore hasta 100 ml con ese mismo disolvente.

Diluya 1 ml de la solución preparada hasta 100 ml con disolvente A-Solv. Para un 12.5 % de Co, la solución diluida contendrá unos 25 µg/ml de Co.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 10, 20, 30 y 40 µg/ml de Co usando patrones de aceite monoelementales de Agilent y diluya las mezclas con disolvente A-Solv.

Cu (cobre)

Rango

4-12 % de Cu

Análisis típico

6.9 % de Cu

Preparación de muestras

Disuelva 2.000 g de muestra en disolvente A-Solv de Agilent sin metales y afore hasta 100 ml con ese mismo disolvente.

Diluya 1 ml de la solución preparada hasta 100 ml con disolvente A-Solv. Para un 6.9 % de Cu, la solución diluida contendrá unos 14 µg/ml de Cu.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 10, 15, 20 y 25 µg/ml de Cu usando patrones de aceite monoelementales de Agilent y diluya las mezclas con disolvente A-Solv.

Pb (plomo)

Rango

15-33 % de Pb

Análisis típico

21.5 % de Pb

Preparación de muestras

Disuelva 2.000 g de muestra en disolvente A-Solv de Agilent y afore hasta 100 ml con ese mismo disolvente.

Diluya 1 ml de la solución preparada hasta 200 ml con disolvente A-Solv de Agilent. Para un 21.5 % de Pb, la solución diluida contendrá unos 22 µg/ml de Pb.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 10, 15, 20, 25 y 35 µg/ml de Pb mediante dilución de un patrón de aceite monoelemental de Agilent con disolvente A-Solv.

Sales organometálicas

Cd (cadmio)

Rango

0.5-15 % de Cd

Preparación de muestras

Pese 0.500 g del compuesto orgánico, disuelva esa cantidad en xileno y diluya la mezcla hasta 100 ml con xileno.

Diluya 2 ml de esta solución hasta 100 ml con xileno.

Para un 15 % de Cd, la concentración de la solución final será de unos 15 µg/ml de Cd.

Preparación de patrones

Use patrones de aceite monoelementales de Agilent para preparar soluciones patrón que contengan 0, 5, 10 y 20 µg/ml de Cd.

Pb (plomo)

Rango

10-20 % de Pb

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de cadmio en sales organometálicas.

Para el análisis, diluya 2 ml de la solución preparada hasta 100 ml con xileno. Para un 20.0 % de Pb, la solución diluida contendrá unos 20 µg/ml de Pb.

Preparación de patrones

Disuelva 0.1365 g de ciclohexanobutirato de plomo (36.61 % de Pb) en 3 ml de xileno y 5 ml

de ácido 2-etilhexanoico calentando suavemente la mezcla. Enfríe y diluya la mezcla hasta 100 ml con xileno para obtener una solución que contenga 500 µg/ml de Pb.

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 10, 15, 20 y 25 µg/ml de Pb mediante dilución de la solución de 500 µg/ml de Pb con xileno.

Sn (estaño)

Rango

Método apto para la determinación de estaño en sales metálicas de los ácidos hexanoico y octanoico (alrededor de un 20 % de estaño).

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de cadmio en sales organometálicas. Diluya la solución original de muestra en proporción 1:10 con xileno. Para un 20 % de Sn en la muestra, esto equivale a 100 µg/ml de Sn en solución.

Preparación de patrones

Use patrones de aceite monoelementales de Agilent para preparar soluciones patrón que contengan 50, 100, 150, 200 y 300 µg/ml de Sn.

Zn (cinc)

Rango

Método apto para sales de los ácidos hexanoico y octanoico, así como para otros compuestos solubles en xileno u otros disolventes orgánicos.

Preparación de muestras

Disuelva 0.500 g de muestra en xileno y diluya la mezcla hasta 100 ml con xileno. Diluya 1 ml hasta 100 ml con xileno. Para un 10 % de Zn en una muestra de 0.500 g, esto equivale a 5 µg/ml de Zn en solución.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración de 0, 2.5, 5 y 7.5 µg/ml de Zn en xileno usando patrones de aceite monoelementales de Agilent.

Estabilizadores orgánicos

Ba (bario)

Rango

1-10 % de Ba

Análisis típico

8.2 % de Ba

Interferencias

Las especies moleculares pueden presentar una absorción intensa en la llama. La absorción molecular es más frecuente a longitudes de onda inferiores a unos 350 nm. Para comprobar si existe absorción no atómica a la longitud de onda del bario, utilice el procedimiento siguiente. Dado que la lámpara de deuterio no resulta eficaz en la línea de 553.6 nm, puede utilizarse una fuente alternativa; es decir, una lámpara de molibdeno en la línea próxima de 553.3 nm puede actuar como fuente continua para medir la absorbancia no atómica. Después, habrá que sustraer la señal no atómica de la absorbancia aparente de las soluciones de muestra y patrón tal como se mediría en la línea normal de bario de 553.6 nm.

La llama de óxido nitroso y acetileno ioniza parcialmente el bario. Para eliminar la ionización, añada una sal organometálica de sodio para obtener una concentración final de 1,000 µg/ml de sodio en todas las soluciones.

Preparación de muestras

Disuelva 0.100 g de muestra en 5 ml de disolvente A-Solv de Agilent. Añada sodio organometálico hasta obtener una concentración final de 1,000 µg/ml de sodio. Diluya la mezcla hasta 100 ml con disolvente A-Solv.

Para un 8.2 % de Ba, la concentración de la muestra será de unos 80 µg/ml de Ba.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 25, 50, 75 y 100 µg/ml de Ba con 1,000 µg/ml de Na en cada solución.

Parámetros del instrumento

Consulte las condiciones estándares indicadas para el bario.

Longitud de onda	553.6 nm
Combustible	Acetileno
Comburente	Óxido nitroso

Cd (cadmio)

Rango

0.5-5 % de Cd

Análisis típico

0.95 % de Cd

Preparación de muestras

Disuelva 0.100 g de muestra en 5 ml de disolvente A-Solv de Agilent. Enfríe y diluya la mezcla hasta 100 ml con disolvente A-Solv.

Diluya 2 ml de la solución preparada hasta 100 ml con disolvente A-Solv. Para un 0.95 % de Cd, la solución diluida contendrá unos 0.2 µg/ml de Cd.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 0.1, 0.2, 0.5 y 1.0 µg/ml de Cd usando patrones de aceite de Agilent.

Zn (cinc)

Rango

0.5-4 % de Zn

Análisis típico

2.7 % de Zn

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de cadmio en estabilizadores orgánicos.

Use la solución diluida; para un 2.7 % de Zn, la solución diluida contendrá unos 0.5 µg/ml de Zn.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 0.2, 0.4, 0.6 y 0.8 µg/ml de Zn.

Análisis industriales

Depósitos de carbón

Fe (hierro)

Rango

100-700 µg/g de Fe

Preparación de muestras

Digiera 1.000 g de muestra con 10 ml de ácido sulfúrico y 5 ml de ácido nítrico en un vaso de precipitados con tapa. Lleve la mezcla a ebullición hasta que la solución se aclare y aparezcan vapores de trióxido de azufre. Retire la tapa y deje que la mezcla se evapore hasta obtener un volumen aproximado de 2 ml.

Si vuelve a precipitar materia carbonosa, añada 1 ml más de ácido nítrico y deje que vuelvan a generarse vapores.

Enfríe y transfiera la mezcla a un matraz volumétrico de 25 ml y afore con agua destilada. Prepare una solución analítica diluyendo 2 ml de la solución de muestra hasta 10 ml.

Para 627 µg/g de Fe, la solución analítica contendrá unos 5 µg/ml de Fe.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 2, 4, 6 y 8 µg/ml de Fe en ácido sulfúrico al 2 %.

V (vanadio)

Rango

30-50 µg/g de V

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de hierro en depósitos de carbón.

Use la solución original para el análisis.

Para 43 µg/g de V, la concentración de la solución será de aproximadamente 1.7 µg/ml de V en ácido sulfúrico al 10 %.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 1.0, 1.5, 2.0 y 2.5 µg/ml de V en ácido sulfúrico al 10 %.

Cemento

Al (aluminio)

Rango

Método apto hasta el 3 % de Al_2O_3

Análisis típico

SiO_2 : 25 %; Fe_2O_3 : 3 %; CaO: 64 %

MgO: 1 %; Na_2O : 0.2 %; K_2O : 0.3 %

Al_2O_3 : 3 %

Interferencias

La llama de óxido nítrico y acetileno ioniza el sodio y el calcio, lo que incrementa la absorbancia del aluminio.

El silicio reduce la absorbancia del aluminio debido a la formación de un complejo refractario.

Estos efectos pueden evitarse usando patrones que contengan concentraciones de estos y otros elementos idénticas a las de la muestra.

Preparación de muestras

Funda 0.500 g de muestra con 2 g de NaOH o Na₂O₂ en un crisol de platino o circonio (Nota 1).

Enfríe la mezcla fundida y disuélvala en 100 ml de agua tibia. Acidifique añadiendo lentamente 15 ml de ácido clorhídrico. Añada 5 ml de peróxido de hidrógeno de 10 volúmenes y caliente suavemente hasta una temperatura máxima de 60 °C. Diluya la mezcla hasta 250 ml.

Para un 3 % de Al₂O₃, la concentración de la solución será de unos 30 µg/ml de Al.

Nota 1: Si utiliza un crisol de platino, no eleve la temperatura por encima del nivel de calor que genere un color rojo opaco. Lo adecuado es llevar a cabo la fusión durante unos 3 minutos.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 20, 30 y 40 µg/ml de Al. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior los patrones contendrían:

Ca	1,000 µg/ml
Mg	150 µg/ml
Fe	40 µg/ml
Si	230 µg/ml
NaOH	0.8 g/100 ml
HCl	6 ml/100 ml

Ca (calcio)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en cemento.

Interferencias

A las concentraciones normales de las muestras, el silicio y el aluminio reducen la absorbancia del calcio un 50-70 % y el hierro, un 5-7 %. Estos efectos pueden evitarse usando una llama de óxido nítrico y acetileno.

La ionización parcial del calcio en esta llama se resuelve gracias al exceso de sodio utilizado en la disolución de la muestra.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en cemento.

Diluya una alícuota de 25 ml de la solución de muestra hasta 50 ml. Para un 64 % de CaO, la concentración de la solución final será de unos 450 µg/ml de Ca.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 250, 500 y 750 µg/ml de Ca. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior los patrones contendrían:

Al	15 µg/ml
Mg	75 µg/ml
Fe	20 µg/ml
Si	115 µg/ml
NaOH	0.4 g/100 ml
HCl	3 ml/100 ml

Fe (hierro)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en cemento.

Interferencias

Pueden esperarse interferencias asociadas a los elevados niveles de matriz presentes. Se recomienda usar una llama de óxido nítrico y acetileno para evitar este problema.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en cemento.

Para un 3 % de Fe₂O₃, la concentración de la solución será de unos 40 µg/ml de Fe.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 20, 40 y 60 µg/ml de Fe. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

NaOH (o Na ₂ O ₂)	0.8 g/100 ml
HCl	6 ml/100 ml
SiO ₂	500 µg/ml
CaO	1,280 µg/ml
Al ₂ O ₃	60 µg/ml

Mg (magnesio)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en cemento.

Interferencias

Las interferencias químicas del aluminio y el silicio pueden evitarse mediante el uso de una llama de óxido nítrico y acetileno.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en cemento.

Para un 1 % de MgO, la concentración de la solución será de unos 12 µg/ml de Mg.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 15, 20 y 25 µg/ml de Mg. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Al	30 µg/ml
Ca	900 µg/ml
Fe	40 µg/ml
Si	230 µg/ml
HCl	0.6 ml/100 ml
NaOH	0.08 g/100 ml

Ni (níquel)

Análisis típico

Ni: 100 µg/g Cr: 75 µg/g

Preparación de muestras

Digiera por duplicado muestras secas y finamente pulverizadas de 1,000 g con 35 ml de ácido clorhídrico (dilución 1:1) durante 10 minutos. Enfríe y transfiera las digestiones a matraces volumétricos de 100 ml (no es necesario filtrarlas). Añada 5 ml de una solución de 10 µg/ml de Ni en uno de los matraces y diluya ambas soluciones hasta 100 ml.

Preparación de patrones

Dado que se emplea el método de adición de patrón, no es necesario el emparejamiento con la matriz.

Si (silicio)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en cemento.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en cemento.

Para un 25 % de SiO₂, la concentración de la solución será de unos 230 µg/ml de Si.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 200, 250 y 300 µg/ml de Si. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Na	4,500 µg/ml
Ca	1,000 µg/ml
Mg	150 µg/ml
Fe	40 µg/ml
Al	30 µg/ml
HCl	6 ml/100 ml

Superficies cerámicas (esmaltadas)

Cd (cadmio)

Preparación de muestras

Consulte el procedimiento recomendado para la determinación de plomo extraído de superficies cerámicas esmaltadas.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 0.2, 0.5, 1.0 y 2.0 µg/ml de Cd en ácido acético al 4 %.

Pb (plomo)

Preparación de muestras

Lave los productos enviados para su análisis con un detergente no iónico; después, aclárelos con agua corriente y, por último, con agua destilada. Llene cada elemento seco con ácido acético al 4 % y manténgalo a temperatura ambiente (20 °C) durante 24 horas. Registre el volumen de disolvente y use un vidrio de reloj a modo de tapa para evitar la evaporación.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 2, 5, 10 y 20 µg/ml de Pb en ácido acético al 4 %.

Arcilla

Ca (calcio)

Muestra típica

Caolín pétreo	SiO ₂ : 43.6 %	Al ₂ O ₃ : 38.8 %
	MgO: 0.15 %	CaO: 0.10 %
	SrO: 0.18 %	

Interferencias

Para resolver las interferencias interelementales se usó la llama de óxido nítrico y acetileno. La adición de potasio (2,000-5,000 µg/ml) evita la pérdida de sensibilidad provocada por la ionización.

Preparación de muestras

Deposite 0.2000 g de muestra seca (2 horas a 140 °C) en un recipiente a presión revestido de PTFE (1). Añada una gota de ácido clorhídrico y otra de ácido nítrico; después, agregue lentamente 4 ml de ácido fluorhídrico. Selle el recipiente e introdúzcalo en un horno a 125 °C durante dos horas. Enfríe el recipiente, ábralo y transfiera la solución a un crisol de platino.

Añada 5 ml de ácido fluorhídrico y 5 ml de ácido perclórico, y caliente hasta que se generen vapores blancos de ácido perclórico. Después, enfríe la mezcla y añada 2 ml de ácido clorhídrico. Caliente la muestra para disolver las sales.

Transfírela a un matraz volumétrico de plástico de 50 ml, añada cloruro de potasio hasta obtener una concentración final de 5,000 µg/ml de K y afore con agua destilada. Para una muestra con un 0.1 % de CaO, la solución contendrá 3 µg/ml de Ca.

NOTA	Siempre que sea posible, sustituya el material de laboratorio de plástico por otro de vidrio normal. La solución preparada debe almacenarse en un cilindro de plástico.
-------------	---

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 1, 2, 4 y 5 µg/ml de Ca.

Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso anterior los patrones deberían contener:

Al ₂ O ₃	310 µg/ml
K	5,000 µg/ml
HCl	2 ml/50 ml
HClO ₄	5 ml/50 ml

Referencias

- Bernas, B., Anal. Chem., 40, 1682 (1968).
- "Methods for Analysis of NBS Clay Standards", Special Publication 260-37, junio (1972).

Mg (magnesio)

Muestra típica

Caolín pétreo	SiO ₂ : 43.6 %	Al ₂ O ₃ : 38.8 %
	MgO: 0.15 %	CaO: 0.10 %
	SrO: 0.18 %	

Interferencias

Las interferencias químicas del aluminio y el silicio pueden evitarse mediante el uso de una llama de óxido nítrico y acetileno.

Preparación de muestras

Consulte el procedimiento recomendado para la determinación de calcio en arcilla. Para una muestra con un 0.15 % de MgO, la solución contendrá 3.68 µg/ml de Mg.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración de 0, 2, 5 y 10 µg/ml de Mg. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales.

SiO ₂	350 µg/ml
Al ₂ O ₃	310 µg/ml
K	5,000 µg/ml
HCl	2 ml/50 ml
HClO ₄	5 ml/50 ml

Sr (estroncio)

Rango típico

Caolín pétreo	SiO ₂ : 43.6 %	Al ₂ O ₃ : 38.8 %
	MgO: 0.15 %	CaO: 0.10 %
	SrO: 0.18 %	

Interferencias

Las interferencias químicas del aluminio y el silicio pueden evitarse mediante el uso de una llama de óxido nítrico y acetileno.

La ionización del estroncio se elimina mediante la adición de nitrato o cloruro de potasio.

Preparación de muestras

Consulte el procedimiento recomendado para la determinación de calcio en arcilla. Para una muestra con un 0.18 % de SrO, la solución contendrá 7.9 µg/ml de Sr.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 2, 5 y 10 µg/ml de Sr. Asegúrese de que todas las soluciones patrón contengan los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales.

Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

SiO ₂	350 µg/ml
Al ₂ O ₃	310 µg/ml
K	5,000 µg/ml
HCl	2 ml/50 ml
HClO ₄	5 ml/50 ml

Soluciones de electrodeposición

Cu (cobre)

Análisis típico

Solución de níquel (tipo Watts)	
Sulfato de níquel (NiSO ₄ · 6 H ₂ O):	30.0 % p/p
Cloruro de níquel (NiCl ₂ · 6 H ₂ O):	5.2 %
Ácido bórico:	4.5 %
Agua:	60.3 %

Interferencias

El método de adición de patrón se utiliza para compensar las diferencias de viscosidad y efectos de la matriz de la muestra.

Preparación de muestras

Utilice la muestra directamente.

Preparación de patrones

Prepare un patrón de 50 µg/ml de Cu; para ello, tome 5 ml de un patrón de 1,000 µg/ml de Cu y dilúyalo hasta 100 ml con agua destilada.

Pipetee alícuotas de 10 ml de la solución de muestra en cuatro matraces volumétricos de 50 ml.

Añada 0, 1, 2 y 5 ml de patrón de 50 µg/ml de Cu y afore con agua destilada.

Los patrones de adición contendrán 0, 1, 2 y 5 µg/ml de cobre añadido, respectivamente.

Fe (hierro)

Análisis típico

Solución de níquel (tipo Watts)

Sulfato de níquel ($\text{NiSO}_4 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$): 30.0 % p/p

Cloruro de níquel ($\text{NiCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$) 5.2 %

Ácido bórico: 4.5 %

Agua: 60.3 %

Interferencias

Las interferencias de la matriz se minimizan mediante la aplicación del método de adición de patrón.

Preparación de muestras

Utilice la muestra directamente.

Preparación de patrones

Prepare un patrón de 50 µg/ml de Fe; para ello, diluya 5 ml de un patrón de 1,000 µg/ml de Fe hasta 100 ml con agua destilada.

Pipetee alícuotas de 10 ml de la muestra en cuatro matraces volumétricos de 50 ml y añada 0, 1, 2 y 5 ml de patrón de 50 µg/ml de Fe.

Afore con agua destilada.

Los patrones preparados contendrán 0, 1, 2 y 5 µg/ml de hierro añadido.

Pb (plomo)

Análisis típico

Solución de níquel (tipo Watts) idéntica a la del cobre para soluciones de electrodeposición.

Interferencias

El método de adición de patrón se utiliza para compensar la matriz de la muestra.

Preparación de muestras

Utilice la muestra directamente.

Preparación de patrones

Diluya 5 ml de una solución de 1,000 µg/ml de Pb hasta 100 ml para obtener un patrón de 50 µg/ml de Pb.

Adición de patrón

Pipetee alícuotas de 10 ml de la solución de muestra en cinco matraces volumétricos de 50 ml.

Añada 0, 1, 2, 5 y 10 ml de patrón de 50 µg/ml de Pb y afore con agua destilada. Las soluciones preparadas contendrán 0, 1, 2, 5 y 10 µg/ml de plomo añadido.

Zn (cinc)

Análisis típico

Solución de níquel (tipo Watts) idéntica a la del cobre para soluciones de electrodeposición.

Interferencias

Las interferencias asociadas a la matriz se minimizan mediante la aplicación del método de adición de patrón.

Preparación de muestras

Prepare un patrón de 10 µg/ml de Zn; para ello, diluya 1 ml de un patrón de 1,000 µg/ml de Zn hasta 100 ml.

Adición de patrón

Pipetee alícuotas de 10 ml de la solución en cinco matraces volumétricos de 50 ml.

Añada 0, 1, 2, 5 y 10 ml de patrón de 10 µg/ml de Zn y afore con agua destilada.

Los patrones preparados contendrán 0, 0.2, 0.4, 1.0 y 2.0 µg/ml.

Talco

As (arsénico)

Técnica de generación de vapor

A bajas concentraciones, este elemento puede determinarse mediante la técnica de generación de vapor. Los detalles de los procedimientos adecuados se proporcionan en el manual de funcionamiento incluido con el accesorio de generación de vapor de Agilent.

Preparación de patrones

Consulte la sección sobre determinación de arsénico en agua.

Rango

50-500 ng de arsénico

0.1-1.0 µg/g de arsénico en las condiciones del método especificado. El rango analítico se puede modificar usando diferentes pesos de muestra.

Análisis típico

0.16 µg/g de arsénico en talco cosmético.

Interferencias

Pueden producirse interferencias químicas asociadas a la generación de arsina. Los agentes oxidantes pueden evitar la reacción por completo. En particular, no debe haber exceso de ácido nítrico en la solución de prueba. No se pueden tolerar grandes excesos de metales como el cobre, que forma un precipitado con el yoduro potásico.

Preparación de muestras

Suspenda 2.500 g de una muestra de talco finamente molido en 50 ml de una mezcla de ácido clorhídrico y sulfúrico. Añada un exceso de yoduro de potasio para reducir el arsénico (unos 0.5 g). Agite bien y añada gota a gota una solución de cloruro estañoso al 20 % para eliminar el yodo precipitado. Deje reposar la mezcla durante 45 minutos y revuélvala a menudo; si es necesario, vuelva a agregar cloruro estañoso al 20 % para garantizar que la reacción se complete.

Filtre la mezcla usando un filtro de papel fino (Whatman de grado 542) para retirar el talco suspendido; lávelo con ácido clorhídrico y sulfúrico (50 % v/v). Aplique técnicas normales de filtración para reciclar el filtrado hasta que quede limpio. Transfiera la mezcla a un matraz volumétrico de 100 ml y afore con ácido clorhídrico y sulfúrico hasta obtener una solución con una concentración de ácido del 50 % v/v.

Tome alícuotas de 20 ml de la solución preparada para su análisis. Para 0.16 µg/g de arsénico, la solución analítica contendrá unos 80 ng de arsénico.

Preparación de patrones

Prepare una solución patrón que contenga 0.5 µg/ml de arsénico en ácido clorhídrico al 2 %.

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 50, 100, 200, 300, 400 y 500 ng de arsénico para una alícuota de 20 ml en ácido al 50 % v/v. Transfiera alícuotas de 0, 0.5, 1, 2, 3, 4 y 5 ml del patrón de 0.5 µg/ml a matraces volumétricos de 100 ml y afore con una mezcla de ácido clorhídrico y sulfúrico.

Notas:

- Todas las determinaciones se llevarán a cabo en una matriz ácida con un 40 % de ácido clorhídrico y un 10 % de ácido sulfúrico; es decir, con una concentración total de ácido del 50 % (v/v).
- A la longitud de onda de 193.7 nm, la absorción no atómica producida por las especies moleculares de la muestra puede exigir usar corrección del ruido de fondo.

Calcita

As (arsénico)

Técnica de generación de vapor

A bajas concentraciones, este elemento puede determinarse mediante la técnica de generación de vapor. Los detalles de los procedimientos adecuados se proporcionan en el manual de funcionamiento incluido con el accesorio de generación de vapor de Agilent.

Rango

50-500 ng de arsénico.

0.2-4.0 µg/g de arsénico, en función de las condiciones analíticas.

Análisis típico

0.25 µg/g de arsénico en calcita de calidad farmacéutica.

Interferencias

Consulte la sección sobre determinación de arsénico en talco.

Preparación de muestras

Disuelva 1.250 g de calcita en un volumen mínimo de ácido clorhídrico concentrado. Añada 20 ml de ácido clorhídrico y sulfúrico (50 % v/v). Añada yoduro potásico en exceso (unos 0.5 g) para reducir el arsénico. Revuelva bien y añada gota a gota una solución de cloruro estañoso al 20 % para eliminar el yodo liberado. Deje reposar la mezcla durante 45 minutos y revuélvala a menudo; si es necesario, añada unas gotas más de cloruro estañoso al 20 % para garantizar que haya presente un exceso de reductor. Transfiera la mezcla a un matraz volumétrico de 100 ml y afore con ácido clorhídrico y sulfúrico (50 % v/v).

Tome alícuotas de 20 ml de la solución preparada para la determinación de arsénico en el rango de 0.2-2.0 µg/g.

Para ampliar el rango analítico lineal a 0.4-4.0 µg/g de arsénico, diluya la solución preparada (dilución 1:1) con ácido clorhídrico y sulfúrico y tome alícuotas de 20 ml de la solución diluida.

Preparación de patrones

Prepare un patrón que contenga 0.5 µg/ml de arsénico en ácido clorhídrico al 2 %.

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 50, 100, 200, 300, 400 y 500 ng de arsénico en alícuotas de 20 ml con una concentración total de ácido del 50 % v/v (consulte la sección sobre determinación de arsénico en talco).

Caolín

As (arsénico)

Técnica de generación de vapor

A bajas concentraciones, este elemento puede determinarse mediante la técnica de generación de vapor. Los detalles de los procedimientos adecuados se proporcionan en el manual de funcionamiento incluido con el accesorio de generación de vapor de Agilent.

Rango

50-500 ng de arsénico

0.2-2.0 µg/g de arsénico para caolín de calidad farmacéutica

2.0-20.0 µg/g de arsénico para caolín de calidad industrial alta

Interferencias

Consulte la sección sobre determinación de arsénico en talco.

Preparación de muestras

Rango: 0.2-2.0 µg/g de arsénico

Suspenda 1.250 g de una muestra de caolín finamente molido en 20 ml de una mezcla de ácido clorhídrico y sulfúrico. Añada yoduro potásico en exceso (unos 0.5 g) para reducir el arsénico. Agite bien y añada gota a gota cloruro estañoso al 20 % para eliminar el yodo liberado. Deje reposar la mezcla durante 45 minutos y revuélvala a menudo; si es necesario, añada unas gotas más de cloruro estañoso al 20 % para garantizar que haya presente un exceso de reductor. Transfiera la mezcla a un matraz volumétrico de 100 ml y afore con ácido clorhídrico y sulfúrico (50 % v/v).

Tome alícuotas de 20 ml de la solución preparada para la determinación de arsénico en el rango de 0.2-2.0 µg/g.

Rango: 2.0-20.0 µg/g de arsénico

Use 0.1250 g de muestra para preparar una solución conforme al procedimiento anterior. Tome alícuotas de 20 ml de la solución preparada para la determinación de arsénico en el rango de 2.0-20.0 µg/g.

Preparación de patrones

Prepare un patrón que contenga 0.5 µg/ml de arsénico en ácido clorhídrico al 2 %. Prepare patrones de calibración que contengan 0, 50, 100, 200, 300, 400 y 500 ng de arsénico en alícuotas de 20 ml con una concentración total de ácido del 50 % v/v (consulte la sección sobre determinación de arsénico en talco).

Minerales

Fluorita

Ba (bario)

Análisis típico

CaF₂: 98 % Ba: 0.04 %

Interferencias

Los fluoruros deben eliminarse de la muestra durante la etapa de generación de vapores para evitar la precipitación de fluoruro de bario insoluble.

Preparación de muestras

Disuelva 0.500 g de fluorita en 3 ml de ácido clorhídrico y evapore la mezcla hasta que quede seca dos veces. Enfríe la mezcla, añada 2 ml de ácido perclórico y caliente todo hasta que se generen vapores. Enfríe la mezcla, añada 2 ml de ácido fluorhídrico y caliente todo hasta que aparezcan vapores de ácido perclórico.

Enfríe la mezcla, disuélvala en agua y dilúyala hasta 100 ml añadiendo 10 ml de una solución de 20,000 µg/ml de potasio como supresor de ionización.

Para un 0.04 % de Ba, la concentración de la solución será de unos 2 µg/ml de Ba.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 1, 2 y 3 µg/ml de Ba. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Ca:	2,500 µg/ml
K:	2,000 µg/ml

Yeso

Ca (calcio)

Análisis típico

Ca: 25 % SO₄: 56 %

Interferencias

Los iones sulfato reducen la absorbancia del calcio un 30 %. Este efecto puede evitarse fácilmente usando una llama de óxido nítrico y acetileno. Esta llama ioniza parcialmente el calcio. Para eliminar la ionización, añada nitrato o cloruro de potasio hasta obtener una concentración final de 2,000 µg/ml de potasio en todas las soluciones, incluido el blanco.

Preparación de muestras

Disuelva 1.000 g de muestra en 20 ml de ácido clorhídrico (dilución 1:1).

Enfríe y diluya la mezcla hasta 100 ml.

Diluya una alícuota de 1 ml de la solución de muestra hasta 100 ml y añada 2,000 µg/ml de potasio.

Para un 25 % de Ca, la concentración de la solución final será de unos 25 µg/ml de Ca.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 20, 25 y 30 µg/ml de Ca. Cada solución debe contener 2,000 µg/ml de potasio.

Cianita

Al (aluminio)

Rango

15-25 % de Al

Análisis típico

Al: 24 % Si: 22 % Fe: 0.1 %

Interferencias

El silicio reduce la absorbancia del aluminio debido a la formación de un complejo refractario. Esto se evita usando patrones que contengan una concentración de silicio idéntica a la de la muestra.

Preparación de muestras

Funda 1.000 g de mena finamente molida con 2.5 g de microesferas de NaOH en un crisol de circonio

Enfríe la mezcla fundida y disuélvala en agua tibia. Añada 20 ml de ácido clorhídrico (dilución 1:1) y caliente suavemente la mezcla añadiendo poco a poco peróxido de hidrógeno de 30 volúmenes hasta que la solución se aclare. Para evitar la hidrólisis del silicio, no caliente por encima de 60 °C. Diluya la mezcla hasta 500 ml. Para un 24 % de Al, la concentración de la solución será de unos 480 µg/ml de Al.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 300, 400 y 500 µg/ml de Al.

Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior los patrones contendrían:

Si	450 µg/ml
Na	3,000 µg/ml
HCl (dilución 1:1)	4 ml/100 ml

Fe (hierro)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en menas de cianita.

Interferencias

Se ha comprobado que los niveles elevados de aluminio y silicio reducen ligeramente la absorbancia del hierro; por lo tanto, es necesario emparejar los patrones y las muestras en cuanto a niveles de matriz.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en menas de cianita.

Para un 0.1 % de Fe, la concentración de la solución será de unos 2 µg/ml de Fe.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 1, 2 y 3 µg/ml de Fe. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Al	480 µg/ml
Si	440 µg/ml
NaOH	0.5 g/100 ml
HCl (dilución 1:1)	4 ml/100 ml

Si (silicio)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en menas de cianita.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en menas de cianita.

Para un 22 % de Si, la concentración de la solución será de unos 440 µg/ml de Si.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 200, 400 y 600 µg/ml de Si. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Na	3,000 µg/ml
Al	500 µg/ml
HCl (dilución 1:1)	4 ml/100 ml

Petalita

Li (litio)

Análisis típico

Li₂O: 4 % SiO₂: 75 % Al₂O₃: 15 %

Preparación de muestras

Funda 0.5 g de muestra finamente molida con 2 g de hidróxido de potasio en un crisol de circonio aplicando calor que genere un color rojo opaco durante 15 minutos y deje enfriar la mezcla. Disuelva la torta en 200 ml de agua, 10 ml de ácido clorhídrico y 5 ml de peróxido de hidrógeno de 10 volúmenes. Diluya la mezcla hasta 500 ml.

Para un 4 % de Li₂O en la muestra, la concentración de la solución será de unos 20 µg/ml.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 10, 20 y 30 µg/ml de Li. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

KOH	2 g/500 ml
HCl	10 ml/500 ml
SiO ₂	0.375 g/500 ml
Al ₂ O ₃	0.075 g/500 ml

Deben fundirse y tratarse igual que la muestra.

Cuarzo

Ti (titanio)

Análisis típico

Ti: 0.014 %

Interferencias

El método de adición de patrón se utiliza para compensar los efectos de la matriz.

Preparación de muestras

Digiera réplicas de muestras de 2 g con 10 ml de ácido fluorhídrico y 5 ml de ácido nítrico en vasos de precipitados de PTFE. Evapore hasta que quede un volumen aproximado de 2 ml para eliminar el exceso de silicio. Enfríe la mezcla y añada 4 ml de ácido fluorhídrico y 1 g de ácido bórico. Transfiera las mezclas a matraces volumétricos de 50 ml.

En una de las soluciones, añada 2 ml de un patrón de 100 µg/ml de Ti y afore con agua destilada para obtener un patrón de adición que contenga 4 µg/ml de Ti.

Pueden llevarse a cabo otras adiciones de forma similar para obtener soluciones de adición de patrón que contengan 8 y 12 µg/ml de Ti. Para un 0.014 % de Ti, la solución original de muestra contendrá unos 6 µg/ml de Ti.

Preparación de patrones

Prepare una solución patrón que contenga 100 µg/ml de Ti.

Berilio

Be (berilio)

Análisis típico

BeO: 14 % Al₂O₃: 19 % SiO₂: 67 %

Interferencias

Puede observarse una reducción de la absorbancia provocada por los componentes de la matriz; dicho efecto puede minimizarse emparejando las muestras y los patrones.

Preparación de muestras

Funda 0.25 g de mena finamente pulverizada con 1 g de bifluoruro de potasio en un crisol de níquel. Una vez que esté fría, disperse la mezcla fundida en 150 ml de ácido sulfúrico; después, caliente hasta que aparezcan vapores. Diluya la mezcla hasta 100 ml en un matraz volumétrico de plástico. Diluya 2 ml de solución de muestra hasta 100 ml.

Para un 14 % de BeO, la concentración de la solución final será de unos 4 µg/ml de Be.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 2, 4 y 6 µg/ml de Be. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Si	15 µg/ml
Al	5 µg/ml

Concentrado de plomo

Cu (cobre)

Análisis típico

Cu: 5 % Pb: 55 % Zn: 20 %

Preparación de muestras

Disuelva 0.100 g de mena en 5 ml de ácido perclórico. Caliente la mezcla hasta que se generen vapores de ácido perclórico para eliminar el azufre. Una vez evaporado el azufre, enfríe la solución y dilúyala hasta 100 ml. Diluya 10 ml de esta solución hasta 100 ml.

Para un 5 % de Cu, la concentración de la solución será de unos 5 µg/ml de Cu.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 1, 2 y 5 µg/ml de Cu. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Pb	55 µg/ml
Zn	20 µg/ml

Menas de tantalita

Nb (niobio)

Análisis típico (concentrado de mena)

Ta₂O₅: 50 % TiO₂: 2 % Nb₂O₅: 10 % SnO₂: 15 %

Preparación de muestras

Funda 1.000 g de muestra con 3 g de hidróxido de sodio en un crisol de circonio aplicando calor que genere un color rojo opaco hasta obtener una mezcla fundida clara. Enfríe y disperse la torta en 100 ml de agua en un vaso de precipitados de PTFE. Añada 5 ml de ácido clorhídrico y 4 ml de ácido fluorhídrico, caliente la mezcla y añada 4 ml de peróxido de hidrógeno de 10 volúmenes para aclarar la solución. Enfríe la solución y dilúyala hasta 200 ml en un matraz de plástico. Para un 10 % de Nb₂O₅, la concentración de la solución será de unos 350 µg/ml de Nb.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 250, 500 y 750 µg/ml de Nb. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Ta ₂ O ₅	2,500 µg/ml
SnO ₂	800 µg/ml
NaOH	1.5 g/100 ml
HCl	2.5 ml/100 ml
HF	2 ml/100 ml

Sn (estaño)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de niobio en menas de tantalita.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de niobio en menas de tantalita.

Para un 15 % de SnO₂, la concentración de la solución será de unos 600 µg/ml.

Preparación de patrones

Prepare patrones que contengan 0, 200, 400, 600 y 800 µg/ml de Sn.

Cada solución patrón debe contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que la muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Para la muestra típica anterior, cada patrón debería contener

Ta	2,000 µg/ml
Nb	350 µg/ml
NaOH	1.5 g/100 ml
HCl	2.5 ml/100 ml
HF	2 ml/100 ml

Ta (tantalio)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de niobio en menas de tantalita.

Interferencias

La solución de muestra contiene altas concentraciones de sodio y fluoruros; los patrones deben contener esas mismas concentraciones.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de niobio en concentrados de menas de tantalita. Diluya 25 ml de solución de muestra hasta 50 ml.

Para un 50 % de Ta_2O_5 , la concentración de la solución será de unos 1,000 µg/ml de Ta.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 500, 1,000 y 1,500 µg/ml de Ta. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Nb_2O_5	250 µg/ml
SnO_2	400 µg/ml
NaOH	0.75 g/100 ml
HCl	1.2 ml/100 ml
HF	1 ml/100 ml

Ti (titanio)

Análisis típico (concentrado de mena)

Consulte la sección sobre determinación de niobio en menas de tantalita.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de niobio en menas de tantalita. Para un 2 % de TiO_2 en una muestra de 1.000 g, la concentración de la solución será de 60 µg/ml de Ti.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 25, 50 y 75 µg/ml de Ti. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Ta_2O_5	2,500 µg/ml
Nb_2O_5	500 µg/ml
SnO_2	800 µg/ml
NaOH	1.5 g/100 ml
HCl	2.5 ml/100 ml
HF	2 ml/100 ml

Wolframita

W (wolframio)

Análisis típico

WO_3 : 65 % SiO_2 : resto MnO_2 : trazas

Preparación de muestras

Funda muestras de 0.500 g con 3 g de hidróxido de potasio en crisoles de circonio aplicando calor que genere un color rojo opaco hasta obtener una mezcla fundida clara. Disuelva la torta en 200 ml de agua hirviendo. Añada 20 ml de ácido fosfórico, caliente ligeramente la mezcla y añada 5 ml de peróxido de hidrógeno de 10 volúmenes para oxidar todas las sales insolubles de manganeso. Enfríe y diluya la mezcla hasta 500 ml.

Para un 65 % de WO_3 , la concentración de la muestra será de unos 515 µg/ml de W.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 250, 500 y 750 µg/ml de W. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

SiO_2	0.16 g/500 ml
KOH	3 g/500 ml
H_3PO_4	20 ml/500 ml

deben prepararse de forma idéntica a las muestras.

Escorias de ferromanganeso

Ba (bario)

Análisis típico

Al_2O_3 : 15 %	SiO_2 : 25 %
FeO: 1 %	Mn: 35 %
MgO: 2 %	$Na_2O + K_2O$: 2 %
TiO_2 : 0.5 %	BaO: 5 %

Preparación de muestras

Disuelva 2.000 g de mena finamente pulverizada en 20 ml de agua y 40 ml de ácido clorhídrico. Filtre la mezcla en un matraz de 200 ml y provoque la ignición del filtro en un crisol de platino con 3 g de carbonato sódico. Disuelva la mezcla fundida en 15 ml de ácido clorhídrico y 5 ml de peróxido de hidrógeno al 3 %; después, diluya todo hasta 200 ml.

Añada 20 ml de solución de 10,000 µg/ml de sodio (como supresor de ionización) a 5 ml de la solución y diluya la mezcla hasta 100 ml.

Para un 5 % de BaO, la concentración de la solución será de unos 23 µg/ml de Ba.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 10, 20 y 30 µg/ml de Ba. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Al	40 µg/ml
Si	60 µg/ml
Mn	150 µg/ml
Na ₂ CO ₃	0.07 g/100 ml
HCl	1.8 ml/100 ml

Fe (hierro)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de bario en escorias de ferromanganeso.

Interferencias

Se ha comprobado que los elevados niveles presentes de aluminio, silicio y manganeso reducen la absorbancia del hierro. Asimismo, se ha observado que el uso de una llama de óxido nitroso y acetileno evita estas interferencias.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de bario en escorias de ferromanganeso. Use la solución sin diluir.

Para un 1 % de FeO, la concentración de la solución será de unos 77 µg/ml de Fe.

Preparación de patrones

Prepare soluciones patrón de calibración que contengan 0, 50, 100 y 150 µg/ml de Fe. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Al ₂ O ₃	1,500 µg/ml
SiO ₂	2,500 µg/ml
Mn	3,500 µg/ml
MgO	200 µg/ml
TiO	50 µg/ml
Ba	50 µg/ml
HCl	27 ml/100 ml

Mg (magnesio)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de bario en escorias de ferromanganeso.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de bario en escorias de ferromanganeso.

Para un 2 % de MgO, la concentración de la solución será de unos 6 µg/ml de Mg.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 5, 10 y 15 µg/ml de Mg. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Al	40 µg/ml
Si	60 µg/ml
Mn	150 µg/ml
Na ₂ CO ₃	0.07 g/100 ml
HCl	1.8 ml/100 ml

Menas de antimonio

Hg (mercurio)

Rango

Hasta un 0.5 % de antimonio en concentrados de menas de antimonio.

Preparación de muestras

Pese de forma precisa 1.000 g de mena finamente molida en un matraz de Erlenmeyer de 250 ml y añada lentamente 5 ml de bromo al 40 % v/v en tetracloruro de carbono. Una vez que la reacción violenta inicial cese, deje reposar la solución durante 10 minutos. Añada 5 ml de agua regia (ácido nítrico y ácido clorhídrico en proporción 1:3); deje reposar la solución durante otros cinco minutos y después caliéntela suavemente para eliminar el exceso de bromo.

Enfríe la solución, añada 20 ml de ácido tartárico al 10 % y caliente suavemente la mezcla durante dos minutos.

Enfríe la mezcla, añada 5 ml de ácido clorhídrico y diluya todo hasta 100 ml.

Para un 0.5 % de Hg, la concentración de la solución será de unos 50 µg/ml de Hg.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 25, 50 y 100 µg/ml de Hg. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

2.5 %	Ácido tartárico
5 %	Ácido clorhídrico

Menas de bórax

B (boro)

Análisis típico

B: 14 % Ca: 20 % H₂O: 20 %
Si: 2 % Ti: 0.01 %

Preparación de muestras

Pese por duplicado muestras de 1.000 g finamente molidas en matraces de Erlenmeyer lavados con ácido. Añada 100 ml de agua y 5 ml de ácido clorhídrico en cada matraz y mantenga las mezclas justo por debajo del punto de ebullición durante 1 hora. Enfríe las mezclas y fíltrelas usando un filtro de papel Whatman de grado 546 en un matraz volumétrico de 200 ml; lave el filtro con agua y afore el filtrado.

Seque el precipitado, calcínelo en un crisol de circonio, enfríelo y fúndalo con 2 g de hidróxido de sodio aplicando calor que genere un color rojo opaco hasta obtener una mezcla fundida clara. Enfríe el crisol y añada 2 ml de agua para comenzar a disolver la mezcla fundida. Después, transfiera el contenido del crisol a un vaso de precipitados de 250 ml y añada 50 ml de agua para lavar la torta de material fundido. Caliente ligeramente la solución para dispersar la torta; después, déjela enfriar hasta temperatura ambiente y neutralícela hasta pH = 5 añadiendo poco a poco ácido clorhídrico diluido (dilución 1:3). Transfiera la mezcla a un matraz volumétrico de 100 ml y afore.

Para un 14 % de B, la concentración de la solución será de unos 700 µg/ml de B.

Preparación de patrones

Prepare patrones que contengan 200, 600 y 1,000 µg/ml de B.

Si (silicio)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de boro en menas de bórax.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de boro en menas de bórax.

Para un 2 % de Si, la concentración de la solución será de unos 200 µg/ml de Si.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 100, 150 y 200 µg/ml de Si. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Na	11,500 µg/ml
Ca	2,000 µg/ml
B	1,400 µg/ml

Menas de cromo

Cr (cromo)

Análisis típico

Cr₂O₃: 54 % FeO: 20 %
SiO₂: 4 %

Interferencias

Los elevados niveles de hierro presentes pueden provocar interferencias, que pueden evitarse mediante el uso de una llama de óxido nítrico y acetileno.

Preparación de muestras

Funda 0.500 g de una muestra seca y finamente molida con 2 g de Na₂O₂ en un crisol de circonio.

Enfríe la mezcla fundida y disuélvala en 70 ml de agua, 5 ml de ácido nítrico y 5 ml de peróxido de hidrógeno de 10 volúmenes.

Diluya la mezcla hasta 100 ml.

Diluya 1.0 ml de esta solución hasta 100 ml.

Para un 54 % de Cr₂O₃, la concentración de la solución final será de unos 19 µg/ml de Cr.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 15, 20 y 25 µg/ml de Cr. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Fe	8 µg/ml
Na ₂ O ₂	0.02 g/100 ml
Ácido nítrico	0.05 ml/100 ml

Fe (hierro)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de cromo en menas de cromo.

Interferencias

A la hora de preparar la solución de muestra se utiliza una elevada relación de dilución para evitar las interferencias del cromo en presencia de ácido clorhídrico.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de cromo en menas de cromo.

Diluya 1 ml de solución de muestra hasta 100 ml.

Para un 20 % de FeO, la concentración de la solución será de unos 8 µg/ml de Fe.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 5, 10 y 15 µg/ml de Fe. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Cr	20 µg/ml
Na ₂ O ₂	0.02 g/100 ml
Ácido nítrico	0.05 ml/100 ml

Menas de oro

Ag (plata)

Análisis típico

Fe: 12.3 % Zn: 350 µg/g
 Ag: 6 µg/g Li: 70 µg/g

Preparación de muestras

Digiera 1.500 g de mena finamente molida con 5 ml de ácido clorhídrico, 5 ml de ácido nítrico y 5 ml de ácido fluorhídrico en un vaso de precipitados de PTFE. Una vez que la solución se haya aclarado, añada 5 ml de ácido sulfúrico y evapore hasta obtener un volumen bajo para eliminar el ácido fluorhídrico. Enfríe y transfiera la mezcla a un matraz volumétrico de 50 ml y afore con agua destilada. Para 6 µg/g de Ag, la concentración de la solución será de unos 0.2 µg/ml de Ag.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 0.1, 0.2, 0.3 y 0.5 µg/ml de Ag. Los patrones deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales.

Por ejemplo, en el caso típico anterior los patrones contendrían 3,700 µg/ml de Fe.

Au (oro)

Rango

Hasta solo 0.05 µg/g

Interferencias

No se han observado interferencias al aplicar este procedimiento.

Preparación de muestras

Digiera por duplicado lotes de 2.5 g de mena finamente pulverizada (malla +200) en 5 ml de ácido clorhídrico. Añada 3 ml de ácido nítrico y evapore lentamente la mezcla hasta secarla. Añada 15 ml de ácido clorhídrico y 40 ml de agua caliente a cada una de las muestras y déjelas enfriar.

Añada a una de las muestras 1 ml de una solución patrón de 5.0 µg/ml de Au.

Añada 5 ml de ácido bromhídrico a cada una de las soluciones y extraiga el complejo de bromuro de oro en 5 ml de metil isobutil cetona.

Preparación de patrones

Prepare una solución de 5.0 µg/ml de oro.

Fe (hierro)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de plata en menas de oro.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de plata en menas de oro.

Diluya 5 ml de la solución preparada hasta 100 ml. Para un 12.3 % de Fe, la solución analítica contendrá unos 185 µg/ml de Fe.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 50, 100, 150 y 200 µg/ml de Fe.

Li (litio)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de plata en menas de oro.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de plata en menas de oro.

Use la solución preparada para el análisis.

Para 70 µg/g de Li, la concentración de la muestra será de unos 2 µg/ml de Li.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 1, 2, 3 y 4 µg/ml de Li. Los patrones deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales.

Por ejemplo, en el caso típico anterior los patrones contendrían 3,700 µg/ml de Fe.

Zn (cinc)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de plata en menas de oro.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de plata en menas de oro.

Diluya 5 ml de la solución preparada hasta 100 ml. Para 350 µg/g de Zn, la solución analítica contendrá unos 0.5 µg/ml de Zn.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 0.2, 0.4, 0.6 y 1.0 µg/ml de Zn. Los patrones deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior los patrones contendrían 185 µg/ml de Fe.

Menas de hierro

Co (cobalto)

Análisis típico

Fe: 60 % Si: 4 % Co: 0.001 %

Interferencias

El elevado nivel de hierro puede provocar interferencias importantes; debe utilizarse una técnica de extracción en disolvente para eliminar el exceso de hierro.

Preparación de muestras

Digiera 2.000 g de mena finamente molida en 25 ml de ácido clorhídrico. Evapore la mezcla hasta secarla y vuelva a disolverla en un volumen mínimo de ácido clorhídrico al 50 %. Filtre la mezcla y lave el residuo con un volumen mínimo de ácido clorhídrico al 20 % y agua calientes. Provoque la ignición del residuo y guárdelo para su posterior tratamiento.

Evapore el filtrado hasta formar una pasta y disuélvala nuevamente en 20 ml de ácido clorhídrico. Oxide la solución añadiendo ácido nítrico gota a gota. Lave la solución con ácido clorhídrico en un embudo de decantación de 100 ml. Añada 50 ml de acetato de isobutilo y agite la mezcla durante 30 segundos. Transfiera la fracción acuosa a un segundo embudo de decantación.

Lave la fracción orgánica con 5 ml de ácido clorhídrico y añada el líquido de lavado al segundo embudo de decantación. Repita la extracción anterior usando para el lavado 30 ml de acetato de isobutilo y 5 ml de ácido clorhídrico.

Evapore la mezcla de fracciones acuosas y líquidos de lavado hasta que quede casi completamente seca. Disuelva la pasta en 5 ml de ácido nítrico al 50 % (v/v). Esta será la solución A.

Caliente el residuo de ignición con 5 ml de ácido fluorhídrico y 2-3 gotas de ácido sulfúrico para eliminar el SiO_2 .

Evapore la mezcla hasta secarla y fúndala con 0.2 g de carbonato sódico.

Extraiga la mezcla fundida con ácido nítrico al 10 % y mézclela con la solución A.

Transfiera la mezcla de soluciones acuosas a un matraz volumétrico de 25 ml y afore.

Para un 0.001 % de Co, la concentración de la solución será de alrededor de 1 µg/ml de Co.

NOTA

Todas las diluciones de ácidos en forma de porcentaje son diluciones v/v.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 0.5, 1.0 y 1.5 µg/ml de Co. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Ácido nítrico: 10 ml/100 ml
 Na_2CO_3 : 0.8 g/100 ml

Menas de rutilo y circón

Al (aluminio)

Rango

Método apto para arenas de rutilo y circón con hasta un 0.05 % de Al_2O_3 .

Análisis típico

Rutilo

Cr_2O_3 : 0.13 % V_2O_5 : 0.7 % ZrO_2 : 0.68 %

SnO_2 : 0.02 % Al_2O_3 : 1 % Nb_2O_5 : 0.2 %

TiO_2 y SiO_2 : resto.

Interferencias

El silicio y el titanio reducen la absorbancia del aluminio debido a la formación de complejos refractarios. Este efecto puede evitarse usando patrones que contengan una concentración de estos elementos idéntica a la de la muestra.

Preparación de muestras

Funda una muestra previamente pesada (0.5 g) con 2.5 g de microesferas de KOH en un crisol de circonio. Enfríe la mezcla fundida y disuélvala en 70 ml de agua caliente y 1 ml de ácido fluorhídrico. Añada 15 ml de ácido sulfúrico (dilución 1:1) y caliente suavemente la mezcla para garantizar que la solución quede clara. Diluya la mezcla hasta 100 ml. Para un 1 % de Al_2O_3 , la concentración de la solución será de unos 3 µg/ml de Al.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 1, 3, 5 y 10 µg/ml de Al. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Si	1,500 µg/ml
Ti	3,000 µg/ml
H_2SO_4 (1:1)	15 ml/100 ml
HF	1 ml/100 ml
KOH	2.5 g/100 ml

Cr (cromo)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en menas de rutilo y circón.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en menas de rutilo y circón.

Para un 0.13 % de Cr_2O_3 , la concentración de la solución será de unos 4.5 µg/ml de Cr.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 5, 10 y 15 µg/ml de Cr. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Si	1,500 µg/ml
Ti	3,000 µg/ml
H ₂ SO ₄ (1:1)	15 ml/100 ml
HF	1 ml/100 ml
KOH	2.5 g/100 ml

Sn (estaño)

Rango

Método apto para menas y arenas que contengan solo un 0.02 % de SnO₂.

Interferencias

A 224.6 nm, las especies no atómicas pueden presentar absorbancia, incluso en la llama de óxido nitroso y acetileno. Utilice un corrector de ruido de fondo.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en menas de rutilo y circón, pero use muestras de 1.000 g.

Para un 0.02 % de SnO₂, la concentración de la solución será de unos 1.5 µg/ml de Sn.

Preparación de patrones

Prepare patrones que contengan 0, 1.0, 1.5 y 2.0 µg/ml de Sn.

Cada solución patrón debe contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que la muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Para la muestra típica anterior, cada patrón debería contener:

Si	3,000 µg/ml
Ti	6,000 µg/ml
KOH	2.5 g/100 ml
H ₂ SO ₄ (1:1)	15 ml/100 ml
HF	1 ml/100 ml (si se utiliza para la muestra)

V (vanadio)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en menas de rutilo y circón.

Interferencias

El titanio y el silicio pueden provocar interferencias. Es esencial igualar las matrices.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en menas de rutilo y circón.

Para un 0.7 % de V₂O₅ en rutilo, la concentración de la solución será de 10 µg/ml de V.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 5, 10, 15 y 20 µg/ml de V. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

KOH	2.5 g/100 ml
H ₂ SO ₄ (1:1)	15 ml/100 ml
HF	10 ml/100 ml de HF al 10 % (si se utiliza para la muestra)
Si	1,500 µg/ml
Ti	3,000 µg/ml

Zr (circonio)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en menas de rutilo y circón.

Interferencias

Existen muchos elementos interferentes, en particular el titanio, el silicio y los ácidos. Los efectos pueden minimizarse usando una llama más oxidante.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en menas de rutilo y circón, pero use muestras de 1.000 g (al igual que para el estaño). Para un 0.68 % de ZrO₂ en una muestra de 1.000 g, la concentración de la solución será de unos 50 µg/ml de Zr.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 25, 50 y 75 µg/ml de Zr. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Si	3,000 µg/ml
Ti	6,000 µg/ml
KOH	2.5 g/100 ml
H ₂ SO ₄ (1:1)	15 ml/100 ml
HF	1 ml/100 ml (si se utiliza para la muestra)

Menas de sulfuros

Cu (cobre)

Rango

0.05-0.25 % de Cu

Referencias

1. Rawling, B.S., Amos, M.D., Proc. Aust. Inst. Min. Met., 6, 1035 (1965).

Preparación de muestras

Disuelva 1.000 g de una muestra seca y finamente molida calentándola suavemente con 20 ml de ácido clorhídrico en un vaso de precipitados con tapa; no lleve la mezcla a ebullición. Reduzca el volumen hasta unos 10 ml; añada 5 ml de ácido nítrico y evapore hasta obtener sales húmedas. Añada 5 ml de ácido clorhídrico (dilución 1:1) y caliente suavemente la mezcla para disolver las sales. Enfíe y transfiera la mezcla a un matraz volumétrico de 100 ml y afofe con acetato de amonio al 10 % p/v para mantener el plomo en la solución.

Para un 0.08 % de Cu, la concentración de la solución será de unos 8 µg/ml de Cu.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 5, 10, 15, 20 y 25 µg/ml de Cu. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales

Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Pb	450 µg/ml
Zn	700 µg/ml
HCl (dilución 1:1)	5 ml/10 ml
Acetato de amonio	10 % p/v

Pb (plomo)

Rango

2.0-20.0 % de Pb

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de cobre en menas de sulfuros.

Tome 2 ml de la solución preparada y añada 5 ml de ácido clorhídrico (dilución 1:1). Diluya la mezcla hasta 100 ml con acetato de amonio al 10 % p/v.

Para un 4.5 % de Pb, la solución diluida contendrá unos 9 µg/ml de Pb.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 5, 10, 20, 30 y 40 µg/ml de Pb. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales.

Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

HCl (dilución 1:1)	5 ml/100 ml
Acetato de amonio	10 % p/v

Sb (antimonio)

Análisis típico

15.5 % de Sb (menas tipo estibina)

Reactivos

Mezcla de bromo y tetracloruro de carbono (proporción 2:3):

Prepare una mezcla de bromo y tetracloruro de carbono (ambos de calidad de reactivo analítico) añadiendo 60 ml de tetracloruro de carbono a 40 ml de bromo.

ADVERTENCIA



Peligro por toxicidad y corrosividad del líquido

El bromo (líquido/vapor) es muy corrosivo y tóxico. Tome las precauciones oportunas a la hora de manipular esta sustancia química; de lo contrario, podrían producirse lesiones graves.

Agua regia (ácido clorhídrico y ácido nítrico en proporción 3:1):

Prepare 100 ml de agua regia mezclando 75 ml de ácido clorhídrico concentrado y 25 ml de ácido nítrico concentrado.

Solución de ácido tartárico (10 % p/v):

Disuelva 10 g de ácido tartárico (calidad de reactivo analítico) en 100 ml de agua destilada.

Preparación de muestras

Seque una fracción de muestra finamente molida a 110 °C. Pese 0.500 g de muestra seca en un vaso de precipitados con tapa y añada 10 ml de la mezcla de bromo y tetracloruro de carbono. Deje reposar la mezcla durante 10 minutos y remueva periódicamente con movimientos circulares del recipiente. Añada 10 ml de agua regia y deje reposar la mezcla durante otros 10 minutos. Con el vaso de precipitados tapado, caliente suavemente la mezcla en un baño de agua para eliminar el exceso de bromo (1-1.5 horas). No evapore la mezcla hasta secarla. Añada 20 ml de una solución de ácido tartárico (10 % p/v) y caliente la mezcla durante otros 2 minutos. Enfríe y transfiera la mezcla a un matraz volumétrico de 100 ml y afore con agua destilada.

Para el análisis, añada 10 ml de la solución preparada a 10 ml de ácido clorhídrico y diluya todo hasta 100 ml.

Para un 15.5 % de Sb, la solución analítica contendrá unos 78 µg/ml de Sb.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 50, 75 y 100 µg/ml de Sb.

Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Ácido clorhídrico	10 ml/100 ml
Ácido tartárico (10 % p/v)	2 ml/100 ml

Zn (cinc)

Rango

6.5-15.0 % de Zn

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de cobre en menas de sulfuros.

Tome 2 ml de la solución preparada y añada 5 ml de ácido clorhídrico (dilución 1:1). Diluya la mezcla hasta 100 ml con acetato de amonio al 10 % p/v. Para un 6.7 % de Zn, la solución diluida contendrá unos 14 µg/ml de Zn.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 10, 20 y 30 µg/ml de Zn. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales.

Por ejemplo, en el caso típico anterior los patrones contendrían:

HCl (dilución 1:1)	5 ml/100 ml
Acetato de amonio	10 % p/v

Menas de estaño

Sn (estaño)

Rango

Método apto para niveles próximos al 0.1 %.

Análisis típico

Sn: 0.15 % WO₃: 0.2 %

SiO₂: resto

Interferencias

A 224.6 nm, las especies no atómicas pueden presentar absorbancia, incluso en la llama de óxido nítrico y acetileno. Utilice un corrector de ruido de fondo para comprobar si existe absorción no atómica.

Preparación de muestras

Funda 1.000 g de muestra con 5 g de peróxido sódico en un crisol de circonio aplicando calor que genere un color rojo opaco hasta obtener una mezcla fundida clara.

Enfríe la mezcla y disuélvala en agua en un vaso de precipitados de PTFE. Neutralice la mezcla a pH 7 con ácido nítrico (añádalo lentamente). Añada 4 ml de ácido fluorhídrico y 3 g de ácido bórico; diluya la mezcla hasta 100 ml en un matraz volumétrico de plástico. Para un 0.15 % de Sn, esto equivale a 15 µg/ml de Sn en solución.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 5, 10 y 15 µg/ml de Sn.

Cada solución patrón debe contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que la muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Para la muestra típica anterior, los patrones deberían contener:

Si	4,500 µg/ml
Na	30,000 µg/ml
HF	4 ml/100 ml
H ₃ BO ₃	3 g/100 ml

W (wolframio)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de estaño en menas de estaño.

Interferencias

El SiO₂ se separa y se utiliza el método de adición de patrón para compensar las interferencias del Ca.

Preparación de muestras

Añada 50 ml de ácido clorhídrico a muestras de 1.000 g y caliente las mezclas a 70 °C durante 3 horas. Deje reposar las mezclas hasta el día siguiente y evapórelas hasta 10 ml para eliminar el exceso de ácido. Enfríe y diluya las mezclas hasta 100 ml. Para un 0.2 % de WO₃ en una muestra de 1.000 g, esto equivale a 16 µg/ml de W en solución. Una alícuota de 20 ml contiene unos 320 µg de W.

Preparación de patrones

Se necesita una solución madre de 1,000 µg/ml.

Metalurgia

Aceros al carbono

Cu (cobre)

Análisis típico

Cu: 1 % Si: 1 % Mn: 1 % V: 0.2 %

Ni: 0.1 % Ti: 0.1 % Fe: 90 % C y S: resto

Preparación de muestras

Pese 2.000 g de muestra en un vaso de precipitados de PTFE, añada 5 ml de ácido nítrico y caliente lentamente la mezcla. Añada 5 ml de ácido clorhídrico gota a gota, revolviendo constantemente hasta que la reacción cese. Caliente hasta cerca del punto de ebullición durante media hora y deje enfriar la mezcla. Añada muy lentamente 2 ml de ácido fluorhídrico, de tal forma que la temperatura de la mezcla no supere los 35-40 °C, y deje reposar la mezcla durante media hora para disolver el silicio, el titanio y el vanadio.

Filtre la solución para eliminar el carbono. Calcine el filtro y el residuo en un crisol de platino. Aclare el crisol con unas gotas de ácido fluorhídrico y ácido clorhídrico y añada ese líquido al filtrado. Diluya la mezcla hasta 200 ml en un matraz volumétrico de plástico. Diluya 10 ml de esta solución hasta 100 ml.

Para un 1 % de Cu, la concentración de la solución final será de unos 10 µg/ml.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 5, 10 y 15 µg/ml de Cu. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Fe	900 µg/ml
----	-----------

Ti (titanio)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de cobre en aceros al carbono.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de cobre en aceros al carbono; use la solución de muestra sin diluir que contiene unos 10 µg/ml de Ti.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 5, 10 y 15 µg/ml de Ti. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Fe	1 %
----	-----

A esta concentración se eliminarán el resto de interferencias.

Aleaciones de hierro

Al (aluminio)

Análisis típico

Al: 0.005 % Mn: 0.75 %

Cr: 0.04 % Si: 0.03 %

Cu: 0.02 % Fe: resto

Interferencias

El gran exceso de hierro en la matriz provoca efectos de interferencia a la hora de determinar cada uno de los elementos a nivel de trazas. Esto se minimiza mediante el uso de patrones que contengan una cantidad de hierro similar a la de la muestra.

En el análisis total de elementos a nivel de trazas de una muestra compleja, una alternativa al uso de patrones monoelementales es preparar un conjunto de patrones compuestos que incluyan una base de los elementos principales de la matriz. Dicho conjunto de patrones puede utilizarse para determinar todos los metales a nivel de trazas presentes en la muestra original. Un ejemplo de esto es la determinación de Al, Cr, Cu, Mn y Si en una aleación de hierro.

La llama de óxido nítrico y acetileno ioniza parcialmente el aluminio. Para eliminar la ionización, añada nitrato o cloruro de potasio hasta obtener una concentración final de 1,000 µg/ml de potasio en todas las soluciones de muestra y patrón, incluido el blanco.

Preparación de muestras

Caliente suavemente 2.000 g de muestra con 25 ml de ácido clorhídrico y ácido nítrico (proporción 3:1) en un vaso de precipitados con tapa. Una vez que la reacción inicial haya cesado, lleve a ebullición la mezcla durante 2-3 minutos para completar la disolución. Enfríe y transfiera la mezcla a un matraz volumétrico de 100 ml y añada 1 ml de una solución de cloruro potásico que contenga 100 g/l de potasio. Afore con agua destilada.

Para un 0.005 % de Al, la solución de muestra contendrá alrededor de 1 µg/ml de Al y 1,000 µg/ml de potasio añadido.

Preparación de patrones compuestos

Prepare un conjunto de patrones compuestos que contengan diversas concentraciones de Al, Cr, Cu, Mn y Si en una matriz de hierro puro. Las soluciones deben prepararse conforme a las especificaciones de las Tablas 1 y 2

NOTA

Añada cloruro de potasio a cada solución patrón compuesta hasta obtener una concentración final de 1,000 µg/ml de potasio.

Matriz básica

Disuelva réplicas de lotes de 2.000 g de hierro puro en 25 ml de ácido clorhídrico y ácido nítrico (proporción 3:1).

Añada alícuotas de soluciones monoelementales para obtener patrones con el rango deseado de concentraciones en un volumen final de 100 ml.

Soluciones de adición de elementos

Consulte las condiciones estándares para cada uno de los elementos para la preparación de soluciones patrón madre.

Prepare soluciones de adición con las concentraciones especificadas en la Tabla 1. Añada alícuotas de las soluciones de adición a la matriz básica anterior. Afore hasta 100 ml para obtener el conjunto de patrones que aparecen en la Tabla 2

Tabla 1

Elemento	Concentración (µg/ml)	Alícuotas (ml)			
		S1	S2	S3	S4
Al	10	0	5	10	15
Cr	100	0	3	7	10
Cu	100	0	2	4	6
Mn	1,000	0	10	15	20
Si	50	0	5	10	15
K	100,000	1	1	1	1

Tabla 2

N.º de patrón	S1	S2	S3	S4
Base: Fe (g/100 ml)	2	2	2	2
Elemento a nivel de trazas	Concentración (µg/ml)			
Al	0	0.5	1.0	1.5
Cr	0	3.0	7.0	10.0
Cu	0	2.0	4.0	6.0
Mn	0	100	150	200
Si	0	2.5	5.0	7.5
Supresor de ionización K	1,000	1,000	1,000	1,000

Por ejemplo:

Solución de adición de aluminio:

Prepare una solución que contenga 10 µg/ml de Al.

Prepare cuatro soluciones patrón compuestas según se especifica en la Tabla 2; para ello, use la matriz básica y las soluciones de adición de elementos indicadas en la Tabla 1. Es decir, para la adición de aluminio no se añadiría solución madre de aluminio (10 µg/ml) al patrón "S1", se añadirían 5 ml al patrón "S2", etc.

A continuación, agregue soluciones de adición para el resto de los elementos especificados en la Tabla 1 usando alícuotas adecuadas de las soluciones madre de dichos elementos. Añada 1 ml de una solución que contenga 100 g/l de potasio a cada uno de los cuatro patrones compuestos. Por último, afore los cuatro patrones compuestos a 100 ml con agua destilada.

Los patrones compuestos contendrán 0, 0.5, 1 y 1.5 µg/ml de Al.

Cr (cromo)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aleaciones de hierro.

Interferencias

Para compensar el gran exceso de hierro en la muestra se utiliza un conjunto de patrones compuestos, preparados en una matriz de hierro puro. Las interferencias químicas del hierro pueden evitarse mediante el uso de una llama de óxido nítrico y acetileno.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aleaciones de hierro.

Para un 0.04 % de Cr, la concentración de la solución de muestra será de unos 8 µg/ml de Cr.

Preparación de patrones

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aleaciones de hierro.

Los patrones compuestos contendrán 0, 3, 7 y 10 µg/ml de Cr.

Cu (cobre)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aleaciones de hierro.

Interferencias

Para compensar el gran exceso de hierro en la muestra se utiliza un conjunto de patrones compuestos, preparados en una matriz de hierro puro.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aleaciones de hierro.

Para un 0.02 % de Cu, la concentración de la solución de muestra será de unos 4 µg/ml de Cu.

Preparación de patrones

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aleaciones de hierro.

Los patrones compuestos contendrán 0, 2, 4 y 6 µg/ml de Cu.

K (potasio)

Análisis típico

Fe: 63 % Ti: 1.2 % Si: 3 %

K: 0.09 % Al: 1.4 % Na: 0.17 %

Preparación de muestras

Coloque muestras previamente pesadas de 0.5 g en vasos de precipitados de PTFE. Añada 20 ml de ácido nítrico y 10 ml de ácido clorhídrico y caliente lentamente la mezcla. Una vez que la reacción cese, caliente la mezcla hasta cerca de la ebullición durante 30 minutos; después, enfriela. Añada 10 ml de ácido fluorhídrico y mantenga la temperatura por debajo de 50 °C para evitar la pérdida de silicio. Deje reposar la mezcla durante 5 minutos; luego, añada 0.5 g de ácido bórico para eliminar el exceso de fluoruros y disolver los fluoruros de hierro que hayan precipitado. Diluya la mezcla hasta 100 ml; después, diluya de nuevo 2 ml hasta 100 ml para la determinación de potasio. Para un 0.09 % de K en una muestra de 0.5 g, la concentración de la solución será de alrededor de 1 µg/ml de K.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración de 0, 0.5, 1.0 y 1.5 µg/ml de K; además, todos ellos deben contener 600 µg/ml de hierro para que sean similares a la matriz de la solución de muestra.

Mn (manganeso)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aleaciones de hierro.

Interferencias

Para compensar el gran exceso de hierro en la muestra se utiliza un conjunto de patrones compuestos, preparados en una matriz de hierro puro.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aleaciones de hierro.

Para un 0.75 % de Mn, la concentración de la solución de muestra será de unos 150 µg/ml de Mn.

Preparación de patrones

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aleaciones de hierro.

Los patrones compuestos contendrán 0, 100, 150 y 200 µg/ml de Mn.

Si (silicio)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aleaciones de hierro.

Interferencias

Para compensar el gran exceso de hierro en la muestra, se utiliza un conjunto de patrones compuestos, preparados en una matriz de hierro puro.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aleaciones de hierro.

Para un 0.03 % de Si, la concentración de la solución de muestra será de unos 6 µg/ml de Si.

Preparación de patrones

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aleaciones de hierro.

Los patrones compuestos contendrán 0, 2.5, 5 y 7.5 µg/ml de Si.

Ferrosilicio

Al (aluminio)

Rango

0.2-5 % de Al

Análisis típico

Ferrosilicio (FeSi): 90 % Al: 2 % Ca: 0.5 %

Interferencias

El silicio reduce la absorbancia del aluminio en hasta un 30 %. Esto se evita usando patrones que contengan una concentración de silicio idéntica a la de la muestra.

La llama de óxido nítrico y acetileno ioniza parcialmente el aluminio. Para eliminar la ionización, añada una solución de nitrato o cloruro de potasio hasta obtener una concentración final de 2,000 µg/ml de potasio en todas las soluciones, incluido el blanco.

Preparación de muestras

Disuelva 1,000 g de muestra en 5 ml de agua, 10 ml de ácido nítrico y 10 ml de ácido fluorhídrico en un vaso de precipitados de PTFE.

Evapore la mezcla hasta secarla y disuelva el residuo en 10 ml de ácido nítrico, 10 ml de agua y 5 ml de peróxido de hidrógeno de 10 volúmenes.

Diluya la mezcla hasta 250 ml y añada potasio hasta alcanzar una concentración de 2,000 µg/ml. Para un 2 % de Al, la concentración de la solución será de unos 80 µg/ml de Al.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 50, 100 y 200 µg/ml de Al. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior los patrones contendrían:

Fe	2,400 µg/ml
Si	1,200 µg/ml
K	2,000 µg/ml
HNO ₃	4 ml/100 ml

Ca (calcio)

Interferencias

El silicio, el aluminio y el hierro reducen la absorbancia del calcio en diversos grados. Esto puede evitarse usando una llama de óxido nítrico y acetileno, así como patrones que contengan estos elementos principales de la matriz en concentraciones idénticas a las de la muestra. La llama de óxido nítrico y acetileno ioniza parcialmente el calcio. Para eliminar la ionización, añada nitrato o cloruro de potasio hasta obtener una concentración final de 2,000 µg/ml de potasio en todas las soluciones, incluido el blanco.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en ferrosilicio.

Para un 0.5 % de Ca, la concentración de la solución será de unos 20 µg/ml de Ca.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 10, 20 y 30 µg/ml de Ca. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Fe	2,400 µg/ml
Si	1,200 µg/ml
K	2,000 µg/ml
HNO ₃	4 ml/100 ml

Aceros

Al (aluminio)

Rango

2-4 % de Al

Análisis típico

Fe: 83 % Si: 1.4 % Ca: 0.52 %
 Mg: 0.36 % Ti: 1.2 % V: 0.6 %
 Mn: 0.08 % Al: 3 % Na: 0.17 %
 Remanente: Cr, Ni, etc.

Interferencias

El silicio reduce la absorbancia del aluminio en hasta un 30 %. Esto se evita usando patrones que contengan una concentración de silicio idéntica a la de la muestra.

La llama de óxido nítrico y acetileno ioniza parcialmente el aluminio. Para eliminar la ionización, añada una solución de nitrato o cloruro de potasio hasta obtener una concentración final de 2,000 µg/ml de potasio en todas las soluciones, incluido el blanco.

Preparación de muestras

Disuelva 0.500 g de muestra en 20 ml de ácido nítrico y 10 ml de ácido clorhídrico en un vaso de precipitados de PTFE. Caliente la mezcla para favorecer la disolución.

Enfríe la mezcla y añada lentamente 10 ml de ácido fluorhídrico, de tal forma que la temperatura del vaso de precipitados se mantenga entre 50 y 60 °C para evitar la volatilización del silicio.

Añada 0.5 g de ácido bórico (calidad de reactivo analítico) para formar un complejo con el exceso de ácido fluorhídrico; añada también 0.2 g de potasio en forma de nitrato y diluya la mezcla hasta 100 ml.

Para un 3 % de Al, la concentración de la solución será de unos 150 µg/ml de Al.

Notas:

Si no hay silicio, titanio ni niobio presentes en la muestra, puede omitirse el tratamiento con ácido fluorhídrico.

Use el método de adición de patrón para corregir la matriz compleja de las soluciones de muestra.

Preparación de patrones

Prepare patrones que contengan 0, 50 y 100 µg/ml de Al añadido; para ello, pipetee alícuotas de una solución de 1,000 µg/ml de Al en alícuotas de 25 ml de la solución de muestra. Diluya la mezcla hasta 50 ml.

Mn (manganeso)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aceros.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aceros. Para un 0.08 % de Mn, la concentración de la solución será de 4 µg/ml de Mn.

Preparación de patrones

Únicamente se requiere la solución patrón de 1,000 µg/ml de Mn. El procedimiento de adición de patrón se usa para evitar el emparejamiento con la matriz compleja de la solución.

Na (sodio)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aceros.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aceros. Para un 0.17 % de Na en una muestra de 0.500 g, la concentración de la solución será de 8.5 µg/ml.

Preparación de patrones

Diluya la solución patrón de 1,000 µg/ml hasta 100 µg/ml. Dado que se emplea el método de adición de patrón, no es necesario el emparejamiento con la matriz.

Si (silicio)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aceros.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aceros.

Preparación de patrones

Prepare patrones que contengan 0, 20 y 40 µg/ml de Si añadido; para ello, pipetee alícuotas de 0, 1 y 2 ml de un patrón de 1,000 µg/ml de Si en alícuotas de 25 ml de la solución de muestra. Diluya la mezcla hasta 50 ml.

Ti (titanio)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aceros.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aceros.

Para un 1.2 % de Ti, la concentración de la solución será de unos 60 µg/ml de Ti.

Preparación de patrones

Únicamente se requiere la solución madre de 1,000 µg/ml; el método de adición de patrón se usa para evitar el emparejamiento de las muestras y los patrones.

V (vanadio)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aceros.

Interferencias

Muchos elementos presentes provocarán interferencias. Use el método de adición de patrón para compensar dichas interferencias.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aceros.

Preparación de patrones

Únicamente será necesaria una solución acuosa, ya que se usará el método de adición de patrón.

Acero inoxidable

Cr (cromo)

Análisis típico

Cr: 15 %	Nb: 1 %	Si: 0.5 %
Mn: 2 %	Ni: 8 %	Ta: 0.04 %
Mo: 0.03 %	Fe: resto	

Interferencias

Para evitar las interferencias químicas del hierro y el níquel se usa una llama de óxido nitroso y acetileno.

Se añade etanol al 50 % (v/v) para mejorar la sensibilidad.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de niobio en acero inoxidable.

Tome 2 ml de la solución preparada y añada 2 ml de ácido clorhídrico y 50 ml de etanol. Diluya la mezcla hasta 100 ml con agua destilada.

Para un 15 % de Cr, la solución diluida contendrá unos 75 µg/ml de Cr.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 25, 50, 75 y 100 µg/ml de Cr. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales.

Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Fe	500 µg/ml
Ni	40 µg/ml
Ácido clorhídrico	2 ml/100 ml
Etanol	50 ml/100 ml

Mn (manganeso)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de cromo en acero inoxidable.

Interferencias

Se añade etanol al 50 % (v/v) para mejorar la sensibilidad y minimizar las interferencias.

Referencias

1. Hubbard, D.B. y Monks, H.H., Anal. Chim. Acta, 47, 197 (1969).

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de niobio en acero inoxidable.

Tome 2 ml de la solución preparada y añada 2 ml de ácido clorhídrico y 50 ml de etanol. Diluya la mezcla hasta 100 ml con agua destilada.

Para un 2 % de Mn, la solución diluida contendrá unos 10 µg/ml de Mn.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 5, 10, 15 y 20 µg/ml de Mn. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales.

Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Fe	500 µg/ml
Cr	75 µg/ml
Ni	40 µg/ml
Ácido clorhídrico	2 ml/100 ml
Etanol	50 ml/100 ml

Mo (molibdeno)

Rango

0.2-0.8 % de Mo

Preparación de muestras

Disuelva muestras de 1,000 g en 30 ml de agua regia diluida (dilución 1:1). Lleve la mezcla a ebullición durante 5 minutos, añádale 30 ml de agua, fíltrela y dilúyala hasta 250 ml. Para un 0.5 % de Mo en una muestra de 1,000 g, la concentración de la solución será de 20 µg/ml de Mo.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 15, 20 y 30 µg/ml de Mo; todos ellos deben contener 3,000 µg/ml de Fe para que sean similares a las muestras.

Ni (níquel)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de cromo en acero inoxidable.

Interferencias

Para evitar las interferencias del hierro y el cromo en la matriz de ácido clorhídrico se usa una llama de óxido nitroso y acetileno.

Se añade etanol al 50 % (v/v) para mejorar la sensibilidad.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de niobio en acero inoxidable.

Tome 2 ml de la solución preparada y añada 2 ml de ácido clorhídrico y 50 ml de etanol. Diluya la mezcla hasta 100 ml con agua destilada.

Para un 8 % de Ni, la solución diluida contendrá unos 40 µg/ml de Ni.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 10, 30 y 50 µg/ml de Ni. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales.

Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Fe	500 µg/ml
Cr	75 µg/ml
Ácido clorhídrico	2 ml/100 ml
Etanol	50 ml/100 ml

Nb (niobio)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de cromo en acero inoxidable.

Interferencias

Muchos de los elementos presentes provocan interferencias. Añada fluoruro de amonio y etanol a la solución para incrementar la absorbancia del niobio y eliminar las interferencias.

Referencias

1. Headridge, J.B. y Hubbard, D.P., Anal. Chim. Acta, 37, 151 (1967).
2. Bond, A.M., Anal. Chem., 42, 932 (1970).

Preparación de muestras

Disuelva muestras de 2.5 g en 10 ml de ácido clorhídrico y añada cuidadosamente y gota a gota 3 ml de ácido nítrico y 2 ml de ácido fluorhídrico en un vaso de precipitados de PTFE. Evapore la mezcla hasta obtener sales húmedas. Disuelva las sales en 5 ml de ácido clorhídrico, 2 ml de ácido fluorhídrico y 5 ml de agua. Añada 10 ml de fluoruro de amonio 1 M y 50 ml de etanol; diluya la mezcla hasta 100 ml en un matraz volumétrico de plástico. Para un 1 % de Nb, la concentración de la solución será de 250 µg/ml.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 100, 150, 200 y 250 µg/ml de Nb. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

HCl	5 %
HF	2 %
Etanol	50 %
NH ₄ F	10 ml/100 ml de solución 1 M
Fe	2.5 g/100 ml

Ta (tantalio)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de cromo en acero inoxidable.

Interferencias

Para mejorar la sensibilidad y minimizar las interferencias se usan fluoruro de amonio y etanol.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de niobio en acero inoxidable.

Para un 0.04 % de Ta, la concentración de la solución será de unos 10 µg/ml de Ta.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 5, 10, 15 y 20 µg/ml de Ta. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

HCl	5 ml/100 ml
Cr	3,750 µg/ml
HF	2 ml/100 ml
Ni	2,000 µg/ml
NH ₄ F	10 ml/100 ml
Mn	500 µg/ml de solución 1 M
Fe	2.5 g/100 ml
Nb	250 µg/ml
Etanol	50 ml/100 ml

Aleaciones de aluminio y silicio

Al (aluminio)

Análisis típico

Al: 84.7 %	Mg: 0.02 %	Si: 13.2 %
Cu: 1.0 %	Mn: 0.13 %	Sn: 0.05 %
Fe: 0.4 %	Pb: 0.05 %	Zn: 0.45 %

Interferencias

La llama de óxido nitroso y acetileno ioniza parcialmente el aluminio. Para eliminar la ionización, añada nitrato o cloruro de potasio hasta obtener una concentración final de 2,000 µg/ml de potasio en todas las soluciones, incluido el blanco.

Preparación de muestras

Deposite 1.000 g de muestra en un vaso de precipitados de PTFE con tapa colocada en un baño de refrigeración. Añada 20 ml de ácido clorhídrico gota a gota y deje que la reacción cese entre las adiciones.

ADVERTENCIA



La reacción será violenta y el vaso de precipitados debe permanecer refrigerado durante la adición del ácido; de lo contrario, podrían producirse lesiones graves.

Añada 4 ml de ácido fluorhídrico y deje reposar la mezcla durante 10 minutos, teniendo cuidado de que la temperatura no supere los 50-60 °C. Añada 4 ml de ácido nítrico gota a gota; de nuevo, asegúrese de que la mezcla permanezca refrigerada durante la reacción. Enfíe la mezcla y añada 0.5 g de ácido bórico (calidad de reactivo analítico) para formar un complejo con el exceso de fluoruros. Transfiera la mezcla a un matraz volumétrico de 100 ml y afore con agua destilada.

Para el análisis, tome 5 ml de la solución preparada, añada 2 ml de una solución que contenga 100 g/l de potasio y afore hasta 100 ml con agua destilada.

Para un 84.7 % de Al, la solución analítica contendrá unos 425 µg/ml de Al y 2,000 µg/ml de potasio añadido.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 200, 300, 400 y 500 µg/ml de Al. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Si	70 µg/ml
K	2,000 µg/ml
Ácido clorhídrico	1 ml/100 ml
Ácido bórico	0.025 g/100 ml

Cu (cobre)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aleaciones de aluminio y silicio.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aleaciones de aluminio y silicio.

Use la solución diluida; para un 1.0 % de Cu, la concentración de la solución será de unos 5 µg/ml de Cu.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 2, 4 y 6 µg/ml de Cu. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Al	425 µg/ml
Si	70 µg/ml
K	2,000 µg/ml
Ácido clorhídrico	1 ml/100 ml
Ácido bórico	0.025 g/100 ml

Fe (hierro)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aleaciones de aluminio y silicio.

Interferencias

Para evitar las posibles interferencias químicas de las matrices complejas se usa una llama de óxido nitroso y acetileno.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aleaciones de aluminio y silicio.

Use la solución sin diluir; para un 0.4 % de Fe, la concentración de la solución será de unos 40 µg/ml de Fe.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 20, 30, 40 y 50 µg/ml de Fe. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Al	8,500 µg/ml
Si	1,300 µg/ml
Ácido clorhídrico	20 ml/100 ml
Ácido nítrico	4 ml/100 ml
Ácido fluorhídrico	4 ml/100 ml
Ácido bórico	0.5 g/100 ml

Mg (magnesio)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aleaciones de aluminio y silicio.

Interferencias

Para evitar las interferencias de la matriz de aluminio y silicio se usa una llama de óxido nítrico y acetileno.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aleaciones de aluminio y silicio.

Use la solución diluida; para un 0.02 % de Mg, la concentración de la solución será de unos 0.1 µg/ml de Mg.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 0.05, 0.1 y 0.2 µg/ml de Mg. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Al	425 µg/ml
Si	70 µg/ml
K	2,000 µg/ml
Ácido clorhídrico	1 ml/100 ml
Ácido bórico	0.025 g/100 ml

Mn (manganeso)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aleaciones de aluminio y silicio.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aleaciones de aluminio y silicio.

Use la solución sin diluir; para un 0.13 % de Mn, la concentración de la solución será de unos 13 µg/ml de Mn.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 10, 15 y 20 µg/ml de Mn. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Al	8,500 µg/ml
Si	1,300 µg/ml
Ácido clorhídrico	20 ml/100 ml
Ácido nítrico	4 ml/100 ml
Ácido fluorhídrico	4 ml/100 ml
Ácido bórico	0.5 g/100 ml

Pb (plomo)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aleaciones de aluminio y silicio.

Interferencias

A la longitud de onda de 217.0 nm, las especies no atómicas presentan una absorción intensa en la llama de aire y acetileno. Utilice un corrector de ruido de fondo para comprobar si existe absorción no atómica.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aleaciones de aluminio y silicio. Use la solución sin diluir; para un 0.05 % de Pb, la concentración de la solución será de unos 5 µg/ml de Pb.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 2, 4, 6 y 8 µg/ml de Pb. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Al	8,500 µg/ml
Si	1,300 µg/ml
Ácido clorhídrico	20 ml/100 ml
Ácido nítrico	4 ml/100 ml
Ácido fluorhídrico	4 ml/100 ml
Ácido bórico	0.5 g/100 ml

Si (silicio)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aleaciones de aluminio y silicio.

Preparación de muestras

Use la solución diluida; para un 13.2 % de Si, la concentración de la solución será de unos 70 µg/ml de Si.

Preparación de patrones

Consulte las condiciones estándares indicadas para el silicio.

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 50, 75 y 100 µg/ml de Si. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Al	425 µg/ml
K	2,000 µg/ml
Ácido clorhídrico	1 ml/100 ml
Ácido bórico	0.025 g/100 ml

Sn (estaño)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aleaciones de aluminio y silicio.

Interferencias

A 224.6 nm, las especies no atómicas pueden presentar una absorción intensa en la llama. Utilice un corrector de ruido de fondo para comprobar si existe absorción no atómica.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aleaciones de aluminio y silicio.

Use la solución sin diluir; para un 0.05 % de Sn, la concentración de la solución será de unos 5 µg/ml de Sn.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 2, 4, 6 y 8 µg/ml de Sn. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Al	8,500 µg/ml
Si	1,300 µg/ml
Ácido clorhídrico	20 ml/100 ml
Ácido nítrico	4 ml/100 ml
Ácido fluorhídrico	4 ml/100 ml
Ácido bórico	0.5 g/100 ml

Zn (cinc)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aleaciones de aluminio y silicio.

Interferencias

A la longitud de onda de 213.9 nm, las especies no atómicas presentan una absorción intensa en la llama. Utilice un corrector de ruido de fondo para comprobar si existe absorción no atómica.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aleaciones de aluminio y silicio.

Use la solución diluida; para un 0.45 % de Zn, la concentración de la solución será de unos 2 µg/ml de Zn.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 0.5, 1.0, 2.0 y 2.5 µg/ml de Zn. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Al	425 µg/ml
Si	70 µg/ml
K	2,000 µg/ml
Ácido clorhídrico	1 ml/100 ml
Ácido bórico	0.025 g/100 ml

Aleaciones de cobre y berilio

Be (berilio)

Análisis típico

Be: 2 % Cu: 98 %

Preparación de muestras

Disuelva 1.000 g de aleación en 5 ml de ácido nítrico diluido (dilución 1:4) sin calentar la mezcla. Diluya la mezcla hasta 1 litro con agua destilada. Para un 2 % de Be, la concentración de la solución será de unos 20 µg/ml de Be.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 10, 20 y 30 µg/ml de Be. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían: 2,000 µg/ml de Cu

Latón

Cu (cobre)

Análisis típico

Cu: 70 % Zn: 29 % Fe: 0.01 %

Preparación de muestras

Disuelva 1.000 g de latón en 5 ml de ácido clorhídrico y 5 ml de ácido nítrico. Una vez que la reacción inicial haya cesado, caliente la mezcla hasta cerca del punto de ebullición durante 5-10 minutos.

Enfríe y diluya la mezcla hasta 500 ml.

Para un 70 % de Cu, la concentración de la solución será de unos 1,400 µg/ml de Cu.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0; 1,000; 1,500 y 2,000 µg/ml de Cu. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían: 600 µg/ml de Zn

Bronce

Al (aluminio)

Rango

0-20 % de Al

Análisis típico

Cu: 82 % Fe: 3 % Pb: 4 %

Ni: 1.3 % Zn: 0.01 % Al: 9 %

Sb: 0.1 %

Interferencias

La llama de óxido nítrico y acetileno ioniza parcialmente el aluminio. Para eliminar la ionización, añada nitrato o cloruro de potasio hasta obtener una concentración final de 2,000 µg/ml de potasio en todas las soluciones, incluido el blanco.

Preparación de muestras

Disuelva 1.000 g de bronce en 20 ml de ácido clorhídrico, 10 ml de ácido nítrico y 5 ml de agua. Evapore la mezcla hasta unos 5 ml; después, dilúyala hasta 1,000 ml y agregue 2.0 g de potasio en forma de nitrato.

Para un 9 % de Al, la concentración de la solución será de unos 90 µg/ml de Al.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 50, 100 y 150 µg/ml de Al.

Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Cu	800 µg/ml
Fe	30 µg/ml
Pb	40 µg/ml
Ni	15 µg/ml
K	2,000 µg/ml

Fe (hierro)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en bronce.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en bronce.

Para un 3 % de Fe, la concentración de la solución será de unos 30 µg/ml de Fe.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 20, 30 y 40 µg/ml de Fe. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Cu	8,200 µg/ml
Al	90 µg/ml
Pb	40 µg/ml
Sb	10 µg/ml
Ni	10 µg/ml

Pb (plomo)

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en bronce.

Interferencias

No se han observado interferencias.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en bronce.

Para un 4 % de Pb, la concentración de la solución será de unos 40 µg/ml de Pb.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 30, 40 y 50 µg/ml de Pb. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Al	100 µg/ml
Cu	800 µg/ml
Fe	30 µg/ml
Ni	15 µg/ml

Sb (antimonio)

Rango

Hasta un 0.5 % en bronce y latón.

Análisis típico

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en bronce.

Interferencias

A 217.6 nm, las especies no atómicas pueden presentar una absorción intensa en la llama de aire y acetileno. Utilice un corrector de ruido de fondo para comprobar si existe absorción no atómica.

Preparación de muestras

Disuelva muestras de 1.000 g en 5 ml de ácido clorhídrico y 5 ml de ácido nítrico, calentando suavemente la mezcla. Evite la ebullición de la solución. Una vez que la reacción haya finalizado, diluya la muestra cuantitativamente hasta 100 ml. Para un 0.1 % de Sb en una muestra de 1.000 g, la concentración de la solución será de 10 µg/ml de Sb.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 10, 20, 30, 40 y 50 µg/ml de Sb. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Cu	8,000 µg/ml
HCl	5 ml/100 ml
HNO ₃	5 ml/100 ml

Aleaciones de cadmio

Cd (cadmio)

Análisis típico

Cd: 20 % Ag: 50 % Cu: 15 %
Zn: 15 %

Preparación de muestras

Disuelva 0.500 g de aleación en 25 ml de ácido nítrico (dilución 1:1) y diluya la mezcla hasta 200 ml.

Para un 20 % de Cd, la concentración de la solución será de unos 500 µg/ml de Cd.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 250, 500 y 750 µg/ml de Cd. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Ag	1,250 µg/ml
Cu	375 µg/ml
Zn	375 µg/ml

Aleaciones de cobalto y níquel

Co (cobalto)

Análisis típico

Aleación de cobalto: Co: 63 % Cr: 27 % W: 5 % Fe: 5 %
Aleación de níquel: Co: 1 % Cr: 13 % Ni: 65 % Fe: 5 %

Interferencias

Los niveles elevados de cromo y níquel pueden provocar interferencias en presencia de ácido clorhídrico. El uso de una llama de óxido nitroso y acetileno eliminará estas interferencias.

Preparación de muestras

Digiera 0.500 g de muestra en un vaso de precipitados de PTFE con 2 ml de agua, 10 ml de ácido clorhídrico y 5 ml de ácido nítrico.

Añada 2 ml de ácido nítrico y 5 ml de ácido clorhídrico y vuelva a calentar la mezcla durante otros 30 minutos.

Enfríe la mezcla, añádale 5 ml de ácido fluorhídrico y evapórela hasta que quede seca. Añada 5 ml de ácido nítrico y caliente la mezcla durante 10 minutos. Repita el proceso con otros 5 ml de ácido nítrico.

Añada 10 ml de ácido clorhídrico y vuelva a calentar hasta llevar la mezcla a ebullición; después, dilúyala hasta 100 ml.

Para un 1 % de Co, la concentración de la solución será de unos 50 µg/ml de Co.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 50, 100 y 150 µg/ml de Co.

Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Ni	3,250 µg/ml
Cr	650 µg/ml
Fe	250 µg/ml
HCl	10 ml/100 ml

Recortes de metales preciosos

Au (oro)

Rango

0.05 µg/g-50 %

Interferencias

Las interferencias interelementales se minimizan mediante la aplicación del método de adición de patrón.

Preparación de muestras

Disuelva 0.5000 g de recortes de metales preciosos en agua regia (mezcla de ácido nítrico y ácido clorhídrico en proporción 1:3). Afore hasta 100 ml con agua destilada. Tome 10 ml de esta solución y disuélvalos con agua destilada hasta 100 ml. Para una muestra que contenga un 5 % de oro, la solución diluida contendrá 25 µg/ml de Au.

Preparación de patrones

Pipetee alícuotas de 5 ml de la solución de muestra en cinco matraces volumétricos de 10 ml.

Añada 0, 1, 2, 3 y 5 ml de solución de 20 µg/ml de Au y afore con agua destilada.

Los patrones preparados contendrán 0, 2, 4, 6 y 10 µg/ml de oro añadido.

Pd (paladio)

Rango

0.05 µg/ml-5 %.

Interferencias

Para evitar las interferencias de la matriz se utiliza un método de adición de patrón.

En presencia de niveles elevados de aluminio, cobalto o níquel, la reducción de la señal puede eliminarse mediante la adición de lantano (5,000 µg/ml en forma de cloruro) o EDTA (0.01 M) a todas las soluciones.

Preparación de muestras

La preparación es idéntica a la de la determinación de oro en recortes de metales preciosos. Diluya 10 ml de solución de muestra hasta 100 ml tal como se indica.

Para una muestra que contenga un 2 % de Pd, la solución diluida contendrá 10 µg/ml de Pd.

Preparación de patrones

Prepare una solución de 20 µg/ml de Pd; para ello, diluya 2 ml de una solución de 1,000 µg/ml de Pd hasta 100 ml.

Adición de patrón

Pipetee alícuotas de 5 ml de la solución de muestra en cinco matraces volumétricos de 10 ml.

Añada 0, 1, 2, 3 y 5 ml de solución de 20 µg/ml de Pd y afore con agua destilada.

Los patrones preparados contendrán 0, 2, 4, 6 y 10 µg/ml de paladio añadido.

Pt (platino)

Rango

0.05 µg/ml-20 %

Interferencias

La reducción de la señal provocada por la presencia de otros metales nobles en la solución puede eliminarse mediante la adición de lantano (1 %) o cobre (2 %) a todas las soluciones. El método de adición de patrón recomendado para este caso minimizará los efectos de las interferencias interelementales.

Preparación de muestras

Disuelva 0.5000 g de recortes de metales preciosos en agua regia. Afore hasta 100 ml con agua destilada.

Para una muestra que contenga un 2 % de platino, la solución contendrá 100 µg/ml de Pt.

Preparación de patrones

Diluya 20 ml de una solución de 1,000 µg/g de Pt hasta 100 ml para obtener un patrón de 200 µg/ml de Pt.

Adición de patrón

Pipetee alícuotas de 5 ml de la solución de muestra en cinco matraces de 10 ml.

Añada 0, 1, 2 y 5 ml de solución de 200 µg/ml de Pt y enrase con agua destilada. Los patrones preparados contendrán 0, 20, 40 y 100 µg/ml de platino añadido.

Aleaciones de plomo

As (arsénico)

Rango

0.01-0.1 % de As

Análisis típico

Pb: 76 %	Sb: 13 %	Sn: 10 %
Zn: 0.004 %	Ni: 0.003 %	As: 0.04 %

Preparación de muestras

Disuelva 0.500 g de aleación en 2 ml de ácido fluorhídrico, 5 ml de ácido nítrico y 10 ml de agua en un vaso de precipitados de PTFE.

Diluya la mezcla hasta 100 ml en un matraz volumétrico de plástico.

Para un 0.04 % de As, la concentración de la solución será de unos 2.0 µg/ml de As.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 1, 2 y 5 µg/ml de As.

Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales.

Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Pb	3,800 µg/ml
Sb	650 µg/ml
Sn	500 µg/ml
HF	2 ml/100 ml
HNO ₃	5 ml/100 ml

Aleaciones de níquel

Ag (plata)

Análisis típico

10 µg/g de Ag

Preparación de muestras

Pese de forma precisa 2.000 g de muestra en un vaso de precipitados de PTFE de 150 ml y añada una mezcla de 12 ml de ácido clorhídrico, 6 ml de ácido nítrico y 20 ml de agua. Caliente la mezcla en un baño de arena durante 15 minutos, llévela a ebullición para reducir el volumen hasta 10 ml y enfríela.

Añada 1 ml de ácido fluorhídrico gota a gota antes de llevar la mezcla a ebullición durante otros 5 minutos. Enfríe la mezcla y dilúyala hasta 50 ml en un matraz volumétrico de plástico.

Para 10 µg/g de Ag, la concentración de la solución será de 4 µg/ml de Ag.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 0.2, 0.4 y 0.6 µg/ml de Ag. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Cr	2,000 µg/ml
Ni	10,000 µg/ml
Al	900 µg/ml
Ti	500 µg/ml
HF	2 ml/100 ml
HCl	8 ml/100 ml
HNO ₃	6 ml/100 ml

Bi (bismuto)

Análisis típico

0.003 % de Bi

Interferencias

La absorción no atómica producida por la elevada concentración de sólidos exigirá usar corrección del ruido de fondo.

La alta relación níquel-bismuto provocará ciertas interferencias químicas. Esto se evita agregando los elementos principales de la matriz a los patrones con la misma concentración que en la solución de muestra.

Preparación de muestras

Disuelva 2.000 g de muestra en 12 ml de ácido clorhídrico, 6 ml de ácido nítrico y 20 ml de agua en un vaso de precipitados de PTFE. Evapore la solución hasta 10-12 ml, enfríela, añada 1 ml de ácido fluorhídrico y llévela a ebullición durante 5 minutos.

Enfríe la mezcla, añada 5 ml de solución de ácido bórico al 1 % y diluya todo hasta 50 ml.

Para un 0.003 % de Bi, la concentración de la solución será de alrededor de 1 µg/ml de Bi.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 1, 1.5 y 2.0 µg/ml de Bi. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Ni: 22,000 µg/ml	HCl: 8 ml/100 ml
Cr: 4,000 µg/ml	HNO ₃ : 4 ml/100 ml
Al: 2,000 µg/ml	HF: 2 ml/100 ml
Ti: 2,000 µg/ml	Ácido bórico al 1 %: 10 ml/100 ml

Cr (cromo)

Análisis típico

15 % de Cr

Interferencias

Tal como se indica en las condiciones estándares, existirán interferencias del níquel. Se recomienda ajustar el flujo de combustible hasta que las absorbancias obtenidas para una solución pura de 1,500 µg/ml de Cr y para una muestra de 1,500 µg/ml de Cr con níquel al mismo nivel que la muestra sean idénticas. Este procedimiento eliminará por completo las interferencias del níquel.

Preparación de muestras

Disuelva 1.000 g de virutas finas en 10 ml de ácido clorhídrico y 10 ml de ácido nítrico. Caliente suavemente hasta que dejen de generarse vapores de dióxido de nitrógeno. Transfiera la mezcla a un vaso de precipitados de PTFE y añada 5 ml de ácido fluorhídrico gota a gota. Asegúrese de que la temperatura de la solución no supere los 30 °C.

Transfiera la solución a un matraz volumétrico de plástico de 100 ml y afore con agua.

Para un 15 % de Cr, la concentración de la solución será de unos 1,500 µg/ml de Cr.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0; 1,000; 1,500 y 2,000 µg/ml de Cr. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Ni	7,000 µg/ml
Fe	1,400 µg/ml
Co	100 µg/ml
Si	50 µg/ml
HF	5 ml/100 ml
HCl	10 ml/100 ml

Fe (hierro)

Análisis típico

14 % de Fe

Interferencia

La elevada relación níquel-hierro puede provocar interferencias en la llama de aire y acetileno. Se recomienda usar una llama de óxido nítrico y acetileno para evitar este efecto.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de cromo en aleaciones de níquel.

Diluya 10 ml de solución de muestra hasta 100 ml.

Para un 14 % de Fe, la concentración de la solución final será de 140 µg/ml de Fe.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 50, 100 y 150 µg/ml de Fe. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Cr	150 µg/ml
Ni	700 µg/ml
Co	10 µg/ml
HF	0.5 ml/100 ml
HCl	0.5 ml/100 ml

Pb (plomo)

Análisis típico

0.0025 % de Pb

Interferencias

A 217 nm, las especies no atómicas pueden presentar una absorción intensa en la llama de aire y acetileno. Utilice un corrector de ruido de fondo para comprobar si existe absorción no atómica. La línea de 283.3 nm del plomo suele presentar una absorción de fondo menor.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de bismuto en aleaciones de níquel.

Para un 0.0025 % de Pb, la concentración de la solución será de alrededor de 1 µg/ml de Pb.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 1, 2 y 3 µg/ml de Pb.

Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Ni: 22,000 µg/ml	HCl: 8 ml/100 ml
Cr: 4,000 µg/ml	HNO ₃ : 4 ml/100 ml
Al: 2,000 µg/ml	HF: 2 ml/100 ml
Ti: 2,000 µg/ml	Solución de ácido bórico: 0.1 %

Si (silicio)

Análisis típico

Si: 0.5 %

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de cromo en aleaciones de níquel.

Para un 0.5 % de Si, la concentración de la solución será de unos 50 µg/ml de Si.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 25, 50 y 75 µg/ml de Si. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Ni: 7,000 µg/ml	Co: 100 µg/ml
Cr: 1,500 µg/ml	Si: 50 µg/ml
Fe: 1,400 µg/ml	
HF: 5 ml/100 ml	
HCl: 10 ml/100 ml	

Aleaciones de niobio

Nb (niobio)

Análisis típico

52 % de Nb

Preparación de muestras

Disuelva muestras de 0.200 g en 10 ml de ácido fluorhídrico y 3 ml de ácido nítrico en un vaso de precipitados de PTFE. Evapore la mezcla hasta secarla, enfríela y disuelva los sólidos en 4 ml de ácido fluorhídrico y 3 ml de ácido nítrico. Diluya la mezcla hasta 100 ml en un matraz volumétrico de plástico. Para un 52 % de Nb en una muestra de 0.200 g, la concentración de la solución será de unos 1,000 µg/ml de Nb.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0; 500; 1,000 y 1,500 µg/ml de Nb. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

HF	4 %
HNO ₃	3 %
Ti	1,000 µg/ml

Ti (titanio)

Análisis típico

Ti: 48 %

Preparación de muestras

Para un 48 % de Ti, la concentración de la solución será de unos 950 µg/ml de Ti.

Preparación de patrones

Consulte las condiciones estándares indicadas para el niobio.

Prepare patrones de calibración que contengan 0; 500; 1,000 y 1,500 µg/ml de Ti. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

HF	4 %
HNO ₃	4 %
Nb	1,000 µg/ml

Aleaciones de plata

Ag (plata)

Análisis típico

Ag: 51 % Cu: 15 % Zn: 15 %

Cd: 19 %

Preparación de muestras

Disuelva 1.000 g de aleación en 25 ml de ácido nítrico (dilución 1:1) y diluya la mezcla hasta 100 ml.

Diluya de nuevo 25 ml hasta 1 litro.

Para un 51 % de Ag, la concentración de la solución será de unos 130 µg/ml de Ag.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 100, 120, 130 y 150 µg/ml de Ag. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Cu	37 µg/ml
Zn	37 µg/ml
Cd	47 µg/ml
HNO ₃	0.3 ml/100 ml

Soldadura de estaño y plomo

Cu (cobre)

Rangos en una muestra típica

Sn	30-60 %
Pb	30-60 %
Cu	50-200 µg/g
Al	20-100 µg/g

Preparación de muestras

Deposite 0.5000 g de muestra en un vaso de precipitados con 20 ml de agua regia (mezcla de ácido clorhídrico y ácido nítrico en una proporción 3:1). Caliente suavemente la mezcla, evitando la ebullición. Diluya la solución hasta 100 ml con agua destilada.

Para una muestra que contenga 120 µg/g de Cu, la solución contendrá 0.6 µg/ml de Cu.

Preparación de patrones

Prepare patrones que contengan 0, 0.5, 1.0 y 2.0 µg/ml de Cu. Cada solución patrón debe contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que la muestra a niveles similares. Para una muestra típica, los patrones deben contener

Pb	1,500-3,000 µg/ml
Sn	1,500-3,000 µg/ml
HCl	15 ml/100 ml
HNO ₃	5 ml/100 ml

Sn (estaño)

Rangos en una muestra típica

Sn	30-60 %
Pb	30-60 %
Cu	50-200 µg/g
Al	20-100 µg/g

Preparación de muestras

Deposite 0.500 g de muestra en un vaso de precipitados con 40 ml de agua regia (mezcla de ácido clorhídrico y ácido nítrico en una proporción 3:1) y 50 ml de ácido tartárico al 10 %.

Caliente suavemente la mezcla, evitando la ebullición. Una vez que la muestra se haya disuelto, dilúyala hasta 500 ml. Para una muestra que contenga un 30 % de Sn, la solución contendrá 300 µg/ml de Sn. Asegúrese de que el Sn permanezca en la solución.

Preparación de patrones

Prepare patrones que contengan 0, 100, 200, 400 y 500 µg/ml de Sn. Cada solución patrón debe contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que la muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Para una muestra típica, los patrones deben contener:

Pb	300-5,600 µg/ml
HCl	6 ml/100 ml
HNO ₃	2 ml/100 ml
Ácido tartárico	1.0 %

Aleaciones de cinc

Al (aluminio)

Rango

2-8 % de Al

Análisis típico

Al: 4.7 % Fe: 0.015 %
 Cd: 0.0005 % Mg: 0.045 %
 Cu: 0.95 % Pb: 0.003 %
 Zn: resto

Interferencias

La elevada concentración de cinc en la matriz de la muestra provoca interferencias a la hora de determinar todos los elementos a nivel de trazas. Para compensar esta interferencia, se utiliza un conjunto de patrones compuestos, basados en una matriz de cinc puro.

La llama de óxido nítrico y acetileno ioniza parcialmente el aluminio. Para eliminar la ionización, añada una solución de nitrato o cloruro de potasio hasta obtener una concentración final de 2,000 µg/ml de potasio en todas las soluciones, incluido el blanco.

Preparación de muestras

Disuelva 1.000 g de muestra en 10 ml de ácido clorhídrico en un vaso de precipitados con tapa. Lleve a cabo una oxidación con 2 ml de peróxido de hidrógeno de 100 volúmenes (30 % p/v). Lleve la mezcla a ebullición para eliminar el exceso de peróxido. Enfríe y transfiera la mezcla a un matraz volumétrico de 100 ml y afore con agua destilada.

Para el análisis, tome 10 ml de la solución preparada y añada 2 ml de una solución que contenga 100 g/l de potasio. Diluya la mezcla hasta 100 ml con agua destilada.

Para un 4.7 % de Al, la solución diluida contendrá unos 45 µg/ml de Al.

Preparación de patrones compuestos

Prepare un conjunto de patrones compuestos que contengan diversas concentraciones de Al, Cd, Cu, Fe, Mg y Pb en una matriz de cinc puro. Las soluciones deben prepararse conforme a las especificaciones de las Tablas 1 y 2.

Matriz básica

Disuelva réplicas de lotes de 1.000 g de cinc puro en 10 ml de ácido clorhídrico. Lleve a cabo una oxidación con 2 ml de peróxido de hidrógeno de 100 volúmenes (30 % p/v). Lleve la mezcla a ebullición para eliminar el exceso de peróxido. Enfríe la mezcla y añada alícuotas de soluciones monoelementales para obtener patrones con el rango deseado de concentraciones en un volumen final de 100 ml.

Prepare soluciones de adición con las concentraciones especificadas en la Tabla 1. Añada alícuotas de las soluciones de adición a la matriz básica anterior. Afore hasta 100 ml para obtener el conjunto de patrones que aparecen en la Tabla 2.

Por ejemplo:

Tabla 1

N.º de patrón	S1	S2	S3	S4	S5
Base: Zn (g/100 ml)	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
Elemento a nivel de trazas	Concentración (µg/ml)				
Al	0	200	400	600	800
Cd	0	0.03	0.04	0.05	0.06
Cu	0	50	100	200	250
Mg	0	0.5	1	2.5	5
Pb	0	0.2	0.3	0.4	0.6

Para la determinación de aluminio:

Tome 10 ml de cada patrón compuesto y añada 2 ml de una solución que contenga 100 g/l de potasio. Diluya la mezcla hasta 100 ml con agua destilada.

Los patrones compuestos diluidos contendrán 0, 20, 40, 60 y 80 µg/ml de Al y 2,000 µg/ml de potasio añadido.

Cd (cadmio)

Rango

0.0003-0.0006 % de Cd

Interferencias

Para compensar el gran exceso de cinc en la muestra se utiliza un conjunto de patrones compuestos, preparados en una matriz de cinc puro.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aleaciones de cinc. Use la solución sin diluir; para un 0.0005 % de Cd, la concentración de la solución será de unos 0.05 µg/ml de Cd.

Preparación de patrones

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aleaciones de cinc. Los patrones compuestos contendrán 0, 0.03, 0.04, 0.05 y 0.06 µg/ml de Cd.

Cu (cobre)

Rango

0.25-2.5 % de Cu

Interferencias

Para compensar el gran exceso de cinc en la muestra se utiliza un conjunto de patrones compuestos, preparados en una matriz de cinc puro.

Para minimizar el efecto de las relaciones Zn/Cu elevadas, que tienden a reducir la absorbancia, se usa una llama de óxido nítrico y acetileno.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aleaciones de cinc. Use la solución diluida; para un 0.95 % de Cu, la concentración de la solución será de unos 10 µg/ml de Cu.

Preparación de patrones

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aleaciones de cinc. Use el rango diluido de patrones compuestos. Los patrones compuestos diluidos contendrán 0, 5, 10, 20 y 25 µg/ml de Cu.

Fe (hierro)

Rango

0.01-0.07 % de Fe

Interferencias

Para compensar el gran exceso de cinc en la muestra se utiliza un conjunto de patrones compuestos, preparados en una matriz de cinc puro.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aleaciones de cinc. Use la solución sin diluir; para un 0.015 % de Fe, la concentración de la solución será de alrededor de 1.5 µg/ml de Fe.

Preparación de patrones

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aleaciones de cinc. Los patrones compuestos contendrán 0, 1, 3, 5 y 7 µg/ml de Fe.

Mg (magnesio)

Rango

0.002-0.05 % de Mg

Interferencias

Para compensar el gran exceso de cinc en la muestra se utiliza un conjunto de patrones compuestos, preparados en una matriz de cinc puro.

Para evitar las interferencias de la matriz de la muestra se usa una llama de óxido nítrico y acetileno.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aleaciones de cinc.

Use la solución diluida; para un 0.045 % de Mg, la concentración de la solución será de unos 0.5 µg/ml de Mg.

Preparación de patrones

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aleaciones de cinc.

Use el rango diluido de patrones compuestos.

Los patrones compuestos diluidos contendrán 0.05, 0.1, 0.25 y 0.5 µg/ml de Mg.

Pb (plomo)

Rango

0.002-0.006 % de Pb

Interferencias

Para compensar el gran exceso de cinc en la muestra se utiliza un conjunto de patrones compuestos, preparados en una matriz de cinc puro.

A la longitud de onda de 217.0 nm, las especies no atómicas presentan una absorción intensa en la llama de aire y acetileno. Utilice un corrector de ruido de fondo para comprobar si existe absorción no atómica.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aleaciones de cinc.

Use la solución sin diluir; para un 0.003 % de Pb, la concentración de la solución será de unos 0.3 µg/ml de Pb.

Preparación de patrones

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aleaciones de cinc.

Los patrones compuestos contendrán 0, 0.2, 0.3, 0.4 y 0.6 µg/ml de Pb.

Petróleo

Gasolina

Pb (plomo)

Referencia

Este método se ha adaptado de la publicación siguiente:

1. Masayuki Kashiki, Seigo Yamazoe y Sohozo Oshima, Anal. Chim. Acta, 53, 95-100 (1971).

Preparación de muestras

Diluya 1.00 ml de gasolina hasta 50 ml con una solución que contenga 5 mg de yodo en 50 ml de metil isobutil cetona.

Preparación de patrones

Diluya un patrón de tetrametilplomo con la solución de yodo y metil isobutil cetona para obtener patrones que contengan 0.02, 0.04, 0.06 g/gal de Pb. Estos patrones corresponderán a 1.0, 2.0 y 3.0 g/gal de Pb en la gasolina sin diluir.

Aceites lubricantes

NOTA

Para los disolventes orgánicos debe utilizarse el nebulizador ajustable para reducir la toma de líquido a unos 2 ml/min.

Al (aluminio)

Rango

1-10 µg/g de Al

Preparación de muestras

Disuelva 10.00 g de aceite en disolvente A-Solv de Agilent y diluya la mezcla hasta 100 ml con ese mismo disolvente (consulte la Nota 1 incluida a continuación).

Para 1 µg/g de Al, la concentración de la solución será de aproximadamente 0.1 µg/ml de Al.

Notas:

1. El material en suspensión presente en la muestra se filtra y analiza por separado mediante calcinación y extracción en disolvente.
2. Se usa el método de adición de patrón. Los patrones se obtienen mediante la adición de alícuotas de concentración conocida a réplicas de soluciones de muestra antes de aforar.

Preparación de patrones

Prepare una solución de 10 µg/ml de Al usando un patrón de aceite monoelemental de Al de Agilent.

Prepare patrones de adición que contengan 0, 0.1 y 1 µg/ml de Al pipeteando alícuotas de la solución de 10 µg/ml de Al en réplicas de soluciones de muestra antes de diluirlas hasta 100 ml con disolvente A-Solv.

B (boro)

Análisis típico

B: 0.2 % Zn: 2 %

Preparación de muestras

Pese por duplicado muestras de 1.0 g de aceite en matraces volumétricos de 25 ml y afore con disolvente A-Solv de Agilent. Asegúrese de que el aceite y el disolvente A-Solv estén bien mezclados.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración de 100, 200 y 300 µg/ml de B diluyendo un patrón de aceite monoelemental B de Agilent con disolvente A-Solv de Agilent.

Ba (bario)

Rango

1-5 %

Interferencias

Se han detectado algunos problemas en la determinación de bario como sales organometálicas debido a la diferente naturaleza de los grupos alquilo. Se ha observado que la adición de un nivel de yodo de 20 mg/100 ml evita este efecto. Además, se añade una sal organometálica de sodio para evitar las interferencias de ionización.

Referencias

1. Kashiki, M., Yamayoe, S. y Oshima, S., Anal. Chim. Acta, 54, 533 (1971).

Preparación de muestras

Disuelva 0.500 g de aceite en disolvente A-Solv de Agilent y diluya la mezcla hasta 50 ml. Diluya 1 ml de esta solución hasta 100 ml agregando 10 ml de una solución de 10,000 µg/ml de sal organometálica de sodio y 20 mg de yodo.

Para un 5 % de Ba, la concentración de la solución será de unos 5 µg/ml.

Preparación de patrones

Prepare patrones de calibración que contengan 0, 2.5, 5 y 10 µg/ml de Ba usando un patrón organometálico de bario de Agilent. Las soluciones patrón deben contener los mismos reactivos y elementos principales de la matriz que las soluciones de muestra con concentraciones aproximadamente iguales. Por ejemplo, en el caso típico anterior, los patrones contendrían:

Na: 1,000 µg/ml

Yodo: 20 mg

Fe (hierro)

Rango

Método apto para niveles de hasta solo 0.5 µg/g.

Interferencias

En este método, el disolvente orgánico actúa como combustible suplementario en la llama. Es esencial mantener el equilibrio térmico y óptico en la llama mediante la aspiración continua de un blanco de disolvente entre muestras.

Debe utilizarse una llama de aire y acetileno con una mezcla ligeramente más rica o una llama de óxido nítrico y acetileno para evitar las interferencias asociadas a las diferentes formas de hierro presentes; es decir, a las partículas de desgaste y a los compuestos organometálicos de hierro.

Preparación de muestras

Consulte la sección sobre determinación de aluminio en aceite lubricante.

Prepare la solución de muestra por duplicado añadiendo 1 ml de solución patrón de 100 µg/ml de Fe a una de las muestras para obtener una concentración adicional de 1 µg/ml de Fe.

Para 0.5 µg/g de Fe, la concentración de la solución será de unos 0.05 µg/ml de Fe.

Preparación de patrones

Prepare una solución de 100 µg/ml de hierro usando un patrón de aceite monoelemental de Agilent y diluyéndolo con disolvente A-Solv de Agilent.

Avisos de seguridad

PRECAUCIÓN

Un aviso de **PRECAUCIÓN** indica un peligro. Llama la atención sobre un procedimiento de operación, una práctica o similar que, si no se realizan correctamente o no se ponen en práctica, pueden provocar daños en el producto o pérdida de datos importantes. No avance más allá de un aviso de **PRECAUCIÓN** hasta que se entiendan y se cumplan completamente las condiciones indicadas.

ADVERTENCIA

Un aviso de **ADVERTENCIA** indica un peligro. Llama la atención sobre un procedimiento de operación, una práctica o similar que, si no se realizan correctamente o no se ponen en práctica, pueden provocar daños personales o la muerte. No avance más allá de un aviso de **ADVERTENCIA** hasta que se entiendan y se cumplan completamente las condiciones indicadas.

Advertencia importante

ADVERTENCIA

Peligro de explosión y para los ojos y los oídos

La aspiración de ácido perclórico y de percloratos en una llama de óxido nítrico y acetileno puede crear un peligro de explosión, lo que puede provocar lesiones personales graves o mortales, incluida la deficiencia auditiva temporal o permanente. No utilice ácido perclórico a menos que resulte absolutamente imprescindible para la preparación de muestras. Si es necesario usar ácido perclórico, se puede reducir el riesgo de explosión si se toman estas medidas:



- Utilice una llama de aire y acetileno en lugar de una de óxido nítrico y acetileno.
- Reduzca la concentración de ácido perclórico y metal en todas las soluciones analíticas hasta el nivel más bajo que sea posible. La concentración de ácido perclórico debe reducirse en la etapa de digestión y seguir reduciéndose prolongando la etapa de generación de vapores.
- Aspire todas las soluciones durante el período más corto que sea posible.
- Aspire siempre agua destilada entre muestras. Minimice la aspiración de aire.
- Utilice conjuntos de cámara de nebulización/trampa de líquidos independientes para los análisis de ácido perclórico y disolventes orgánicos con el fin de evitar que el ácido perclórico se mezcle con residuos de disolventes orgánicos.

NOTA

Cuando se llevan a cabo extracciones en disolvente de soluciones de ácido perclórico, parte del ácido podría disolverse en el disolvente orgánico, que se aspirará a continuación. Además, si la solución orgánica se aspira mientras flota sobre la superficie del ácido, no permita que el tubo capilar caiga por debajo del disolvente orgánico y aspire ácido perclórico acuoso.

- Limpie el quemador con frecuencia; evite que se obstruya y lávelo a fondo tanto por dentro como por fuera.
- Minimice la cantidad de acetona arrastrada con el acetileno; para ello:
- Abra con suavidad la válvula del cilindro para comprobar si hay acetona en gotas o atomizada. Todo cilindro en la que se observe presencia de acetona deberá devolverse al distribuidor para que la sustituya.
- Almacene y use los cilindros en posición vertical.
- Utilice únicamente un instrumento por cilindro.
- Utilice únicamente acetileno de calidad para “instrumentos”.
- Sustituya los cilindros cuando la presión caiga por debajo de 750 kPa (100 psi).
- Asegúrese de que todas las cubiertas de seguridad estén colocadas y lleve puestos protectores de oídos y gafas de seguridad aprobados.
- Asegúrese de que el tapón de alivio de presión de la cámara de nebulización pueda quitarse fácilmente con la mano. Vuelva a colocar el tapón según lo indicado en el manual de funcionamiento.

Referencias generales

Se recomienda consultar las referencias siguientes para obtener más información sobre la espectroscopia de absorción atómica de llama.

1. Dean, John A. y Rains, Theodore C., “Flame Emission and Atomic Absorption Spectroscopy”, Volume 1 — Theory, Volume 2 — Components and Techniques, Marcel Dekker.
2. Mavrodineanu, R. y Boiteux, H., “Flame Spectroscopy”, John Wiley and Sons.
3. Angino, E.F. y Billings, G.K., “Atomic Absorption Spectrometry in Geology”, Elsevier.
4. L'vov, B.V., “Atomic Absorption Spectrochemical Analysis”, Adam Hilger, Londres.
5. Price, W.J., “Spectrochemical Analysis by Atomic Absorption”, Heydon, ISBN 0 85501 455 5.
6. Van Loon, J.C., “Analytical Atomic Absorption Spectroscopy. Selected Methods”, Academic Press, ISBN 0 12 714050 6.
7. Welz, B., “Atomic Absorption Spectrometry”, 2.ª edición, VCH, ISBN 0 89573 418 4.
8. Everett, K. y Gray, F.A., “Handling perchloric acid and perchlorates”, en “Handbook of laboratory safety”, Steere, N.V., Ed., 2.ª edición, Chemical Rubber Co., Cleveland, Ohio (1971).
9. Michelotti, F.W., “Hazardous Chemical Safety in the Laboratory”, Anal. Chem., 51, 441A (1979).

www.agilent.com/chem/aa-systems

Agilent no se hace responsable de ningún error incluido en este documento ni de ningún daño incidental o consecuencial relacionado con la distribución, la aplicación o el uso de este material.

La información, las descripciones y las especificaciones de esta publicación están sujetas a modificación sin previo aviso.

RA44207.2181597222

© Agilent Technologies, Inc. 2021

Publicado el 4 de febrero de 2021

Número de publicación: 5991-8145SPL



Agilent Technologies