



ESPE

UNIVERSIDAD DE LAS FUERZAS ARMADAS
INNOVACIÓN PARA LA EXCELENCIA

UNIVERSIDAD DE LAS FUERZAS ARMADAS ESPEL

DEPARTAMENTO DE ENERGÍA Y MECÁNICA

CARRERA DE INGENIERÍA EN PETROQUÍMICA

**TEMA: DESARROLLO DE UN MÉTODO ANALÍTICO PARA CUANTIFICAR
METALES PESADOS EN MUESTRAS SÓLIDAS DE MACROALGAS
MARINAS UTILIZANDO ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN
ATÓMICA CON HORNO DE GRAFITO**

AUTOR: PEÑAHERRERA VEINTIMILLA, JESSICA LORENA



Introducción



Periodic Table of Elements

H	He																	He																
Li	Be	B	C	N	O	F	Ne																	Ne										
Na	Mg	Al	Si	P	S	Cl	Ar																	Ar										
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr																	Kr
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe																	Xe
Cs	Ba	La-Lu	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn																	Rn
Fr	Ra	Ac-Lr	Rf	Db	Sg	Bh	Hs	Mt	Ds	Rg	Cn	Uuf	Uuq	Uup	Uuh	Uus	Uuo																	Uuo
Lanthanide Series -		La	Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu																		
Actinide Series -		Ac	Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr																		



Objetivos

Objetivos General

- Desarrollar un método analítico para cuantificar metales pesados en muestras de algas marinas utilizando espectrofotometría de absorción atómica con horno de grafito.

Objetivos Específicos

- Establecer la temperatura óptima de pirólisis de las algas marinas para minimizar la interferencia por efecto de matriz en la determinación de Cd, Pb y Cu.
- Establecer la temperatura óptima de atomización para los analitos Cd, Pb y Cu empleando un modificador de matriz.
- Determinar la concentración de Cd, Pb y Cu en diversas muestras de algas marinas.

Metodología

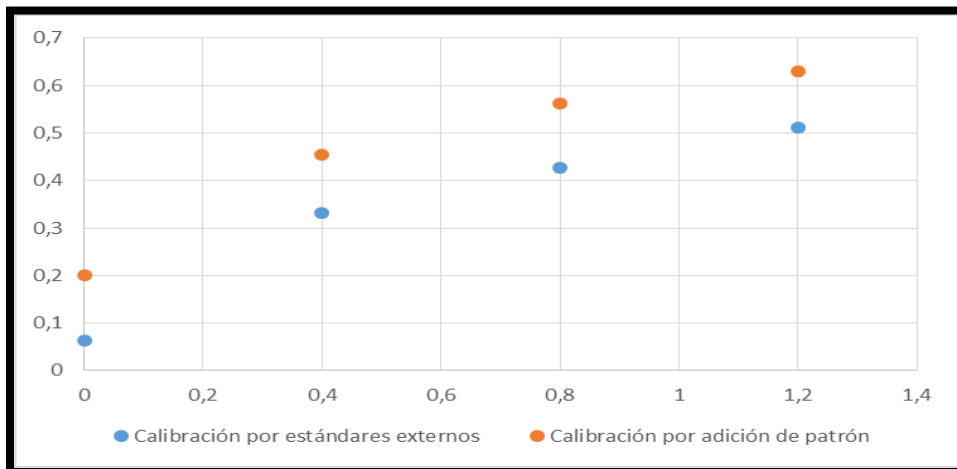
- Recolección de muestras
Lugar de recolección: Puerto Lopez, Los Frailes y Salango en la Provincia de Manabí.
Fecha: 10 de Julio del 2017.
- Preparación de muestras



Metodología

- Curvas de calibración Pb

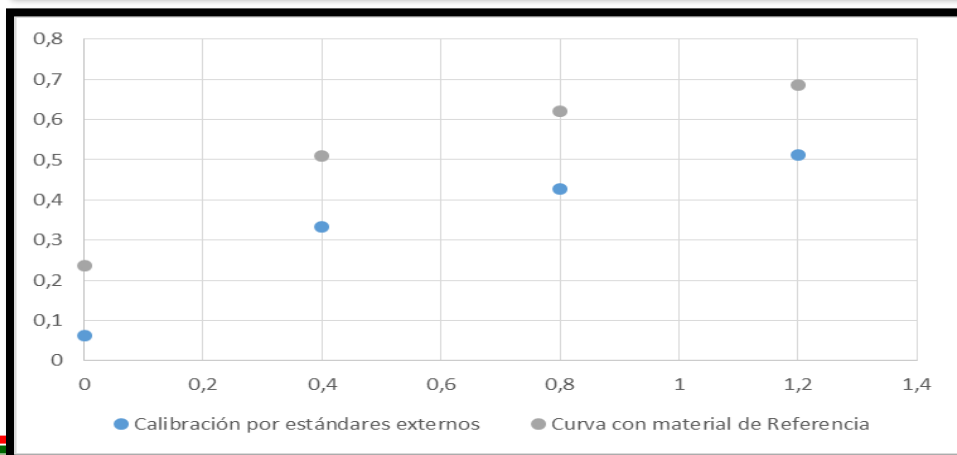
Metales	Punto 1 (ppb)	Punto 2 (ppb)	Punto 3 (ppb)	Punto 4 (ppb)
Pb	0	40	80	120



$$y = (0.0624 + 1.1752x)/(1 + 1.6176x)$$

$$y = (0.2059 + 1.0578x)/(1 + 1.1241x)$$

$$y = (0.23994 + 1.49x)/(1 + 1.6176x)$$

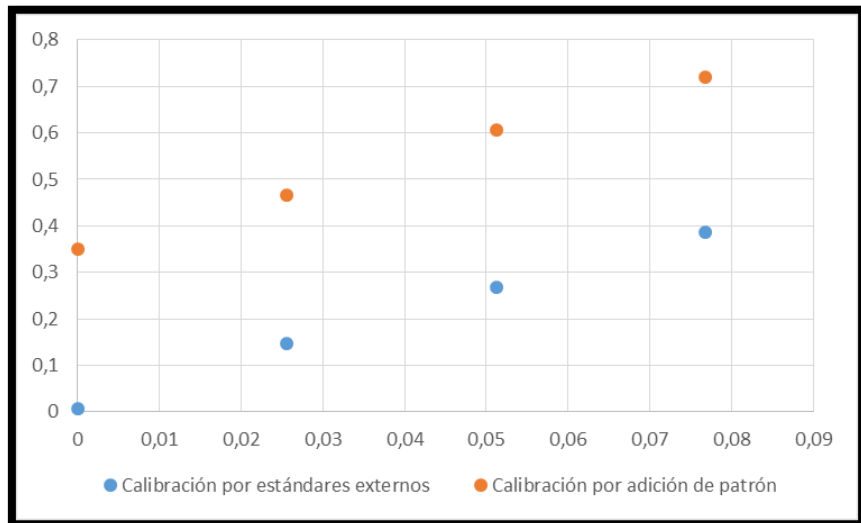


0.51 ERM CD200
 0.54 mg/kg
 error del 5.83%.

Metodología

- Curvas de calibración Cd

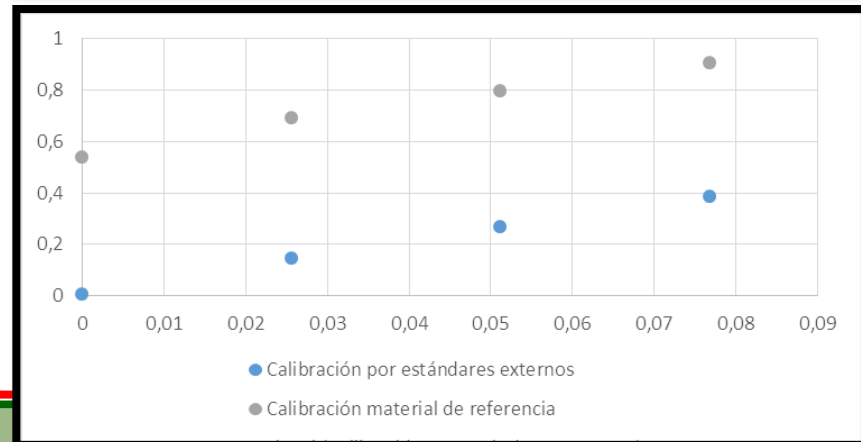
Metales	Punto 1 (ppb)	Punto 2 (ppb)	Punto 3 (ppb)	Punto 4 (ppb)
Pb	0	2.56	5.12	7.68



$$y = 4.9375x + 0.0129$$

$$y = 4.8707x + 0.349$$

$$y = 4.7523x + 0.5502$$



0.95 ERM CD200

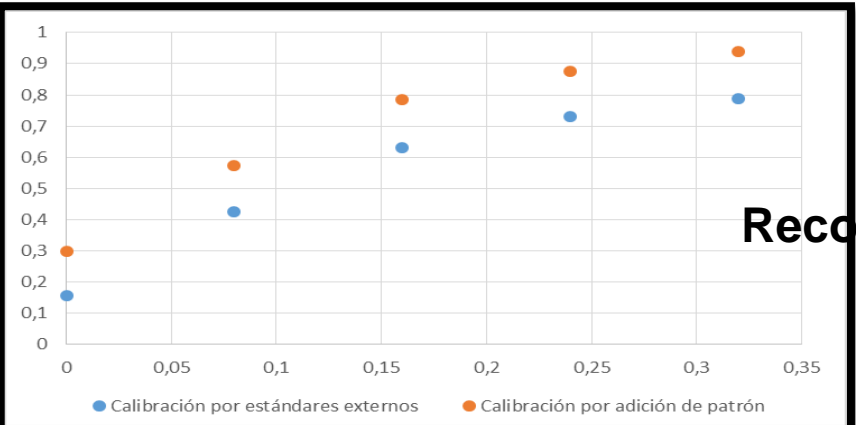
0.905 mg/kg

error del 4.70%.

Metodología

- Curvas de calibración Cu

Metales	Punto 1(ppb)	Punto 2 (ppb)	Punto 3 (ppb)	Punto 4 (ppb)	Punto 5(ppb)
Cu	0	8	16	24	32

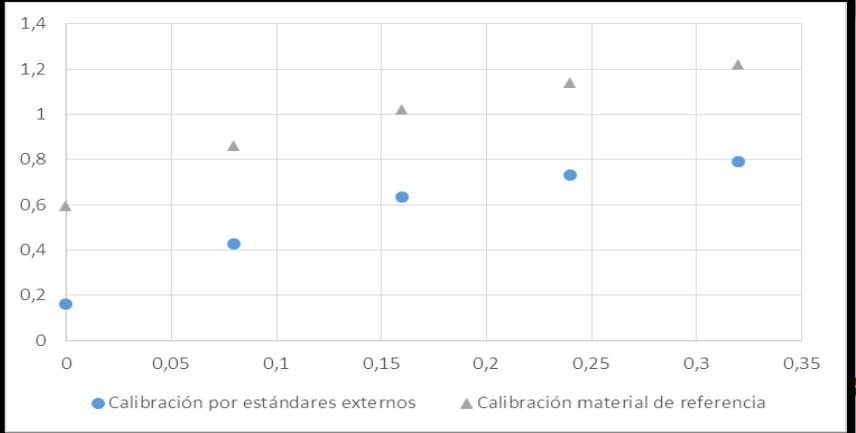


Recomendación

$$y = -5.8744x^2 + 3.8438x + 0.1569$$

$$y = -6.1089x^2 + 3.9384x + 0.2987$$

$$y = -4.5731x^2 + 3.3783x + 0.6021$$



1.71 ERM CD200
 1.57 mg/kg
 error del 8.19%.

Condiciones óptimas

Step	Name	Temp. [°C]	Ramp [°C/s]	Hold [s]	Time [s]	Gas Purge	Gas Add	only liquid	E/P
1	Drying	80	6	20	26.7	Max	Stop		
2	Drying	90	3	20	23.3	Max	Stop		
3	Drying	110	5	10	14.0	Max	Stop		
4	Pyrolysis	350	50	20	24.8	Max	Stop		
5	Pyrolysis	800	300	15	16.5	Max	Stop		
6	Gas adaption	800	0	5	5.0	Stop	Stop		
7	Atomize	2300	800	9	10.9	Stop	Stop		
8	Clean	2450	500	9	9.3	Max	Stop		

Fase	Observación		Acción
1ra fase	La muestra se reparte al inicio del programa del tubo de grafito en la plataforma.	No	Aumentar la temperatura en 5°C.
	La gota se vuelve a unir hundiéndose lentamente sin hervir.	Sí	Ninguna acción necesaria.
	La gota empieza a evaporarse.	Sí	Reducir la temperatura en 5°C.
2da fase	La gota se evapora lentamente.	Sí	Ninguna acción necesaria.
3ra fase	Durante los últimos 5-10 segundos se observa aún líquido de la muestra.	Sí	Prolongar tiempo.

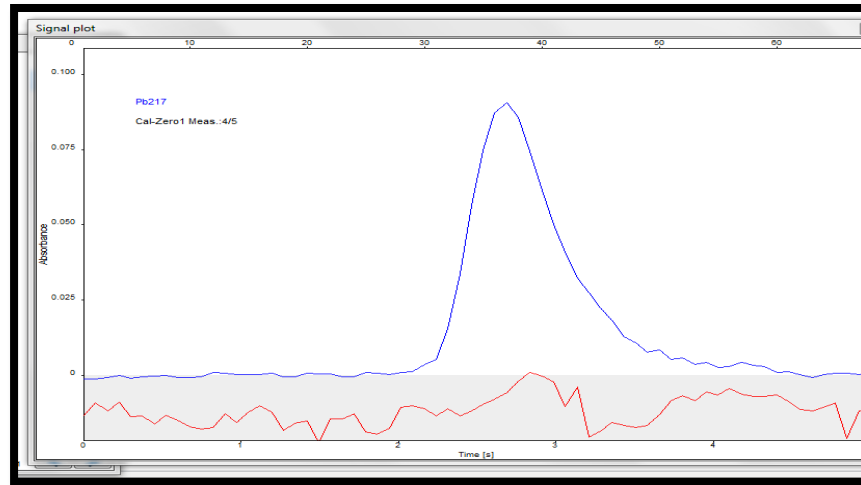
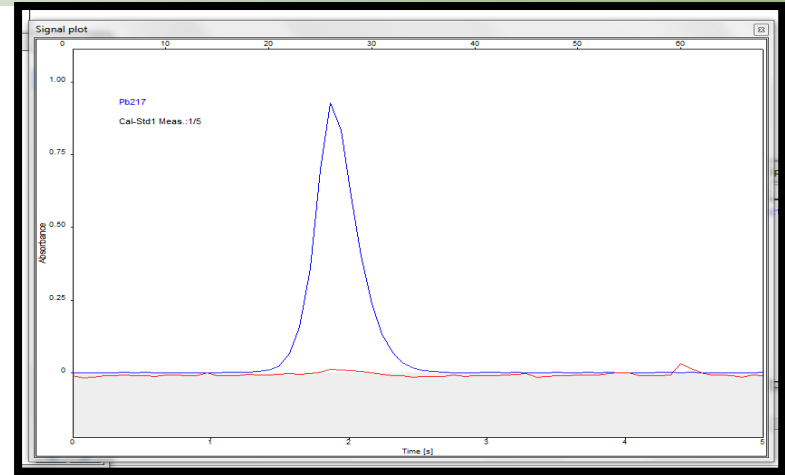
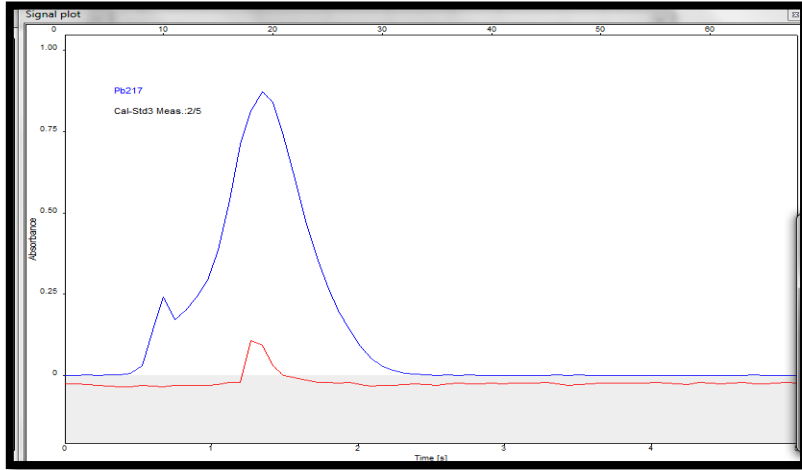
Condiciones óptimas

Metal	Temperatura de atomización (°C)	Rampa de atomización (°C/s)	Tiempo de atomización (seg)
Pb	2300	800	9
Cd	2000	2300	3
Cu	2300	1500	4

Modificadores

Sobre el analito	<ul style="list-style-type: none"> • Estabilización térmica de analitos volátiles. • Incremento de la volatilidad del analito. • Asistencia en la etapa de limpieza.
Sobre la matriz	<ul style="list-style-type: none"> • Incremento de la volatilidad del interferente. • Facilitar la calcinación de las matrices. • Facilitar el contacto entre muestra y atomizador.

Metales	Modificador		
	Sin modificador	$\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$	$\text{Pd/Mg}(\text{NO}_3)_2$
Plomo	x	x	x
Cadmio	x	x	x
Cobre	x		x



Resultados

Algas	Concentración (ug/kg)		
	Plomo	Cadmio	Cobre
Verdes	1.42 \mp 0.03	24.38 \mp 0.21	1.03 \mp 0.05
Rojas	1.56 \mp 0.05	13.22 \mp 0.06	3.67 \mp 0.02
Pardas	1.76 \mp 0.25	14.18 \mp 0.08	1.08 \mp 0.04

La norma indica que los límites permisibles de plomo, cadmio y cobre en aguas marinas es de 50, 5 y 10 ug/Kg de plomo, cadmio y cobre, respectivamente, esto con el fin de preservar la vida acuática.

Conclusiones

- En las muestras de algas analizadas se encontró trazas de plomo, cadmio y cobre en concentraciones bajas que no exceden los límites permitidos en las normas de conservación del ambiente del TULSMA, para conservar la vida de especies marinas.
- Se determinó la que el método desarrollado en este proyecto es adecuado, por medio del porcentaje de error porcentual entre la concentración de plomo, cadmio y cobre real y el experimental, presentes en el material de referencia, dando un valor menor al 10%.
- La precisión del método analítico para cuantificar metales pesados en muestras solidas de algas marinas por medio de espectrofotometría de absorción atómica con horno de grafito es aceptable, ya que sus valores son menores a ± 1 .

Conclusiones

- Los límites de cuantificación para el plomo, cadmio y cobre son: 0.0739, 0.0069 y 0.1694, mientras que los límites de detección son: 0.2218, 0.02083 y 0.5081, respectivamente.
- La muestra de referencia utilizada debe ser certificada y similar a las muestras a ser analizadas, para que se pueda comprobar las condiciones de operación óptimas en el análisis de algas marinas por espectrometría de absorción atómica con horno de grafito.
- Es necesario el empleo de un modificador de matriz para determinar plomo, cadmio y cobre en algas marinas mediante espectrometría de absorción atómica con horno de grafito, para estabilizar la señal y lograr resultados favorables.

Recomendaciones

- Se recomienda la utilización de ácido nítrico al 0.05% (V/V) para aforar los patrones preparados, así como las alícuotas de los estándares de plomo, cadmio y cobre y las muestras en blanco que se utilizó en el análisis, para asegurar la solubilidad de los metales.
- Al momento de realizar el análisis de las curvas de calibración y de las muestras de algas, se debe asegurar que la posición del autosampler del ContrAA 700 sea la correcta, para evitar que las plataformas choquen con el horno y se destruyan.
- Es de suma importancia ajustar el espectrómetro a la longitud de onda del elemento a ser analizado para realizar un correcto análisis y obtener resultados confiables.

Recomendaciones

- Se debe verificar el flujo de argón y el estado del tubo de grafito antes de realizar el análisis, ya que el tubo tiende a desgastarse disminuyendo la sensibilidad provocando errores en los resultados.
- Se debe trabajar con material de vidrio volumétrico para preparar las soluciones patrón y estándares, ya que la técnica GFAAS detecta concentraciones en ppb, por lo cual se requiere de exactitud y precisión en la preparación de las alícuotas.

GRACIAS