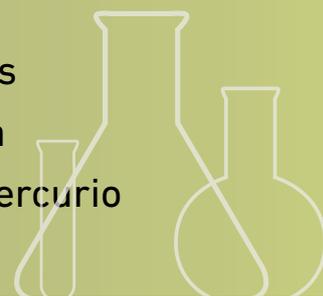


3237UY

Digestión de efluentes industriales y de aguas naturales con turbidez mayor a 1 NTU para la posterior determinación de metales, salvo mercurio



Elaborado - R. Huertas

Modificado - A. Mangarelli

Revisado - A. Mangarelli, Jefe Sección Instrumental

Aprobado - N. Barboza, Director División Laboratorio Ambiental





1. APLICACIÓN

- 1.1. Esta normativa técnica se utiliza para la digestión de efluentes industriales y aguas naturales con turbidez mayor a 1 NTU para la posterior determinación de metales, salvo mercurio.

2. REFERENCIAS

- 2.1. Manual de Calidad – Laboratorio Ambiental DINAMA
- 2.2. Manual de Gestión de Calidad – Laboratorio Ambiental DINAMA
- 2.3. Manual de Control de Calidad Analítico – Laboratorio Ambiental DINAMA
- 2.4. Carpeta de mantenimiento y control de equipos – Laboratorio Ambiental DINAMA
- 2.5. Instructivos de uso de balanza (INE 06, INE 07).
- 2.6. Instructivo para preparación de agua destilada (INE 28).
- 2.7. Instructivo para el uso del destilador (INE 36).
- 2.8. Instructivo de uso de la centrífuga (INE 49).
- 2.9. Ruta de análisis (RIN 07).

3. RESUMEN DEL MÉTODO

- 3.1. Para reducir la interferencia por materia orgánica y convertir todo el metal asociado con partículas a una forma libre determinable por Espectrometría atómica, una alícuota representativa de la muestra (50 mL) se digiere en Erlenmeyer, en plancha calefactora, con 5 mL de ácido nítrico, hasta obtención de una solución límpida. Una vez fría la muestra, se separa el sólido remanente por filtración, centrifugación o decantación, determinándose los metales de interés en la solución sobrenadante.

4. PRECAUCIONES DE SEGURIDAD

- 4.1. Usar lentes de seguridad, túnica, guantes apropiados.
- 4.2. El agregado de ácidos y la digestión deben realizarse bajo campana de extracción de gases.
- 4.3. El lavado de material con ácido debe ser realizado con guantes de plástico resistente a ácidos.
- 4.4. Siempre que fuese necesario el agregado de ácido o agua durante la digestión, esperar que la temperatura descienda y hacer deslizar la solución sobre las paredes del Erlenmeyer para evitar proyecciones.

5. INTERFERENCIAS

- 5.1. No aplica.

6. MUESTREO Y PRESERVACIÓN

- 6.1. Recolectar en frasco de polietileno o polipropileno de 1 L de capacidad de cierre hermético o en bolsa de muestreo de líquido de plástico descartable.
- 6.2. Preservar ajustando a pH menor a 2 con ácido nítrico, indicándolo en la etiqueta. Analizar antes de 6 meses.

7. INSTRUMENTAL Y MATERIALES

- 7.1. Plancha calefactora capaz de alcanzar temperaturas mayores a 150 °C, Cole Parmer o similar.
- 7.2. Erlenmeyers de vidrio de 125 a 250 mL
- 7.3. Balanza de resolución 0,001 g (INE 06 o INE 07)
- 7.4. Dispensador de ácidos de volumen variable o pipeta graduada de 5 mL
- 7.5. Centrífuga, o embudos y filtros de papel Whatman #41 o equivalente, libre de cenizas.
- 7.6. Recipientes de plástico de 50 mL de capacidad.

8. REACTIVOS

- 8.1. Agua destilada (grado 3, según ISO 3696 en su versión vigente).
- 8.2. Agua desionizada (grado 2, según ISO 3696 en su versión vigente).
- 8.3. Ácido nítrico (HNO_3 Nro. CAS 7697-37-2): ácido nítrico concentrado al 65 %, $d = 1,40 \text{ g/mL}$, Merck 1.00456 o equivalente.
- 8.4. Solución de ácido nítrico para lavado 5 %: solución al 5 % v/v de ácido nítrico 8.3 en agua destilada 8.1, preparar anualmente.
- 8.5. Solución de ácido nítrico para lavado 20 %: solución al 20 % v/v de ácido nítrico 8.3 en agua destilada 8.1, preparar anualmente.

Nota 1: En el resto del presente documento se hará referencia a estos reactivos por su numeral o nombre.

Nota 2: Salvo que se especifique, se debe emplear reactivos para análisis (PA), que son aquellos cuyo contenido en impurezas no rebasa el número mínimo de sustancias determinables por el método que se utilice.

9. PRECAUCIONES PARA LA OPERACIÓN

- 9.1. Mantener la ebullición moderada para evitar pérdidas de muestra por proyecciones de la misma fuera del Erlenmeyer. Se puede emplear vidrios reloj para reducir la pérdida de solución por evaporación, y evitar al mismo tiempo contaminación cruzada por proyecciones de las muestras.
- 9.2. En casos donde los límites requeridos no sean alcanzados con la medida directa en el espectrofotómetro de absorción atómica, es necesario recurrir a la concentración de las muestras de aguas naturales. El factor de concentración dependerá de cada muestra en particular, siendo posible en la mayoría de las veces, concentrar en un factor de 10.
- 9.3. Evitar la evaporación completa de la muestra porque puede ocurrir adsorción del analito de interés a las paredes del Erlenmeyer y/o pérdidas de metales volátiles por sobrecalentamiento.
- 9.4. Evitar contaminación de la muestra durante la manipulación o digestión teniendo especial cuidado por ser la digestión en un sistema abierto.
- 9.5. Todo el material de plástico y vidrio utilizado, luego de lavado, deberá enjuagarse por inmersión en una solución 8.4, mínimo 12 horas, o un enjuague único con solución 8.5. Luego se enjuagan tres veces con agua 8.2. Este material se mantiene identificado para tal fin.

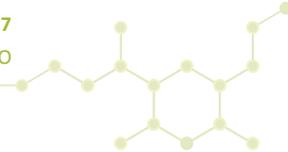
10. CALIBRACIÓN DEL MÉTODO

- 10.1. No aplica.

11. ANÁLISIS DE LA MUESTRA

Digestión de la muestra

- 11.1. Homogeneizar la muestra. Realizar una toma en peso de aproximadamente 50 mL con una precisión de 1 mg y agregar con pipeta graduada o dispensador 5 mL HNO_3 conc. Registrar los pesos del Erlenmeyer: vacío (P_1) y con muestra (P_2).
- 11.2. En cada corrida de digestión, realizar un blanco con 50 mL de agua desionizada y 5 mL de HNO_3 conc.
- 11.3. Colocar los Erlenmeyer en la plancha, calentar hasta obtención de una solución clara; si es necesario agregar más ácido y aumentar la potencia del calentamiento. No se debe permitir en ningún momento que se evapore completamente la solución.
- 11.4. Dejar enfriar, pesar el Erlenmeyer más la muestra digerida (P_3). En el caso que existan residuos que no sean decantables ni centrifugables, filtrar la muestra digerida con papel de filtro. Recoger el filtrado en un recipiente de plástico, donde se almacena la muestra digerida para su posterior determinación.



12. ANÁLISIS DE DATOS

12.1. Calcular el volumen final de digestión según:

$$V_f \text{ (mL)} = (P_3 - P_1) / d$$

donde:

P_1 : corresponde al peso del recipiente de digestión, en g.

P_3 : corresponde al peso del recipiente de digestión más muestra más ácido luego de la digestión, en g.

d corresponde a la densidad del digesto en g/mL, calculada como el cociente entre la masa que descarga una pipeta calibrada en g y el volumen nominal de la pipeta en mL.

12.2. Calcular la toma de la muestra según:

$$T_M \text{ (mL)} = (P_2 - P_1)$$

donde:

P_1 : corresponde al peso del recipiente de digestión, en g.

P_2 : corresponde al peso del recipiente de digestión más muestra previo a la digestión, en g.

Nota 3: Se asume densidad de muestras acuosas de 1 g/mL. En caso contrario calcular como el volumen que descarga una pipeta calibrada, en g, sobre el volumen nominal de la pipeta en mL (g/mL). Corregir la toma de muestra.

12.3. Realizar la determinación como lo establece el procedimiento correspondiente según el metal a determinar.

13. CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO

13.1. **Control de la exactitud:** siempre que sea posible evaluarla digiriendo simultáneamente con la muestra, un material de referencia o solución de control de metales preparada por control de calidad. Tener en cuenta que de esta manera se determina la exactitud de la digestión más la determinación.

13.2. **Control de la precisión:** si se trata de efluentes industriales, se deben realizar todas las muestras por duplicado, para el caso de aguas naturales, realizar un duplicado cada cuatro muestras, mínimo uno por corrida. Verificar que la dispersión de los duplicados esté dentro de lo indicado el procedimiento del metal correspondiente.

14. BIBLIOGRAFÍA

14.1. American Public Health Association (APHA) (2012). Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 22nd edition. APHA, AWWA, WEF, Washington, DC. Método 3030 D Digestion for metals y 3030 E Nitric Acid Digestion pp 3-7 a 3-9.