



MÉTODO ANALÍTICO MERCURIO: MERCURIO TOTAL EN AGUA POR DESCOMPOSICIÓN TÉRMICA, AMALGAMACIÓN Y ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA.

Corporación para el Desarrollo Sostenible del Urabá

Código: D-7.2-32

Versión: 06

Revisó: Sub. Planeación y O.T.

Aprobó: Sub. Planeación y O.T.

Fecha: 24 de Noviembre de 2023

Fecha: 24 de Noviembre de 2023

Resolución: 300-03-10-23-2554-2023

Páginas: 1 de 5

1. DESCRIPCIÓN

El mercurio es uno de los elementos más tóxicos que existe en la naturaleza, por su impacto en el medio ambiente y en la salud del hombre se hace necesario estudiar sus concentraciones en diferentes matrices ambientales.

Los procedimientos del método son descritos basados en el supuesto de que serán realizados por analistas quienes son entrenados formalmente al menos en los principios básicos del análisis químico y en el uso de la tecnología.

2. ALCANCE

Este método aplica para el análisis mediante técnica de descomposición térmica y amalgamación para la determinación de Mercurio Total presente en aguas: superficiales, subterráneas, marinas y residuales; en un rango de trabajo comprendido entre 0.5 y 5 µg/L Hg.

3. FUNDAMENTO DEL MÉTODO

3.1 Principio

El principio de funcionamiento de este equipo se basa en una primera etapa de secado de la muestra seguida de sucesivas etapas de descomposición térmica y atomización del mercurio. Para el análisis de las muestras se emplean cubetas de cuarzo (Milestone DMA). El control interno de la temperatura de cada una de las etapas se realiza mediante sensores internos. Para la reducción del Hg se emplea un sistema catalítico y los vapores de este elemento son atrapados en un amalgamador de oro, que ha sido diseñado para atrapar y preconcentrar el mercurio desde la corriente de oxígeno que transporta los productos de la descomposición térmica.

Una vez se alcanza el tiempo de la etapa de amalgamación se libera el mercurio para pasar a través de un sistema de tres celdas ópticas donde es cuantificado mediante espectrofotometría de absorción atómica. El sistema de detección contiene una lámpara de mercurio que emite una luz a una longitud de onda de 253,65 nm y un detector UV de diodo de silicio para cuantificar el mercurio. Para la evaluación de la señal se utiliza el área bajo el pico generado de la medición.

3.2 Interferencias

Los disolventes, reactivos, cristalería y otros materiales de procesamiento de muestras pueden producir interferencias en el análisis de muestras. Todos estos

materiales deben demostrarse libres de interferencias bajo las condiciones del análisis.

Se pueden encontrar efectos de memoria entre análisis, al analizar una muestra de alta concentración de mercurio antes de analizar una de baja concentración.

Normalmente, para minimizar los efectos de memoria, se recomienda analizar las muestras en lotes de baja y alta concentración, analizando siempre los de baja concentración primero. Sin embargo el equipo realiza autoblancos cuando las concentraciones de mercurio son altas.

4. TOMA DE MUESTRA Y ALMACENAMIENTO

Se recolecta en envases de plástico o vidrio, si no se analiza de inmediato fijar con 2 ml de HNO_3 por cada 100 ml de muestra, y almacenar a 4°C hasta máximo 28 días.

5. MATERIAL Y EQUIPOS

- Analizador automático de mercurio Tri Cell DMA-80 MILESTONE.
- Vidriería volumétrica en general.
- Agitador magnético, magnetos y pera.
- Celdas de cuarzo y celdas de Níquel.
- Transferpipetas de 0,1- 1ml y de 1-10 ml.

6. REACTIVOS

- Agua Destilada o de ósmosis inversa.
- Ácido nítrico concentrado (HNO_3 65%).
- Estándar de mercurio 1000 mg/L \pm 10.

7. PROCEDIMIENTO

7.1. Limpieza de la cristalería

Todo el material debe descontaminarse antes de los análisis. Para ello las cubetas se deben colocar por 12 horas en una solución de HNO_3 al 5% (v/v) a temperatura ambiente, enjuagar varias veces con agua desionizada, posteriormente las cubetas de cuarzo deben ser sometidas a 550 °C en una mufla durante un mínimo de 10 minutos y finalmente hacer un muestreo (no menor del 30%) de las cubetas que se van a utilizar y aplicar el ciclo de limpieza en el equipo (DMA-80). Se recomienda que el valor de la columna “Height” sea menor o igual a 0,0030; sin embargo, este valor podría ser mayor dependiendo de la curva de calibración (a veces valores mayores representan 0 mercurio).

7.2. Preparación para la medición

Para las mediciones de las muestras se toma una alícuota de 0,2 ml de muestra acuosa y se ubican en las cubetas de cuarzo. La muestra al igual que los blancos y estándares debe ser acidificada con HNO₃ concentrado.

7.3. Medición de las muestras y estándares

Las muestras son analizadas bajo las recomendaciones del manual y teniendo en cuenta el método aplicado.

El método a utilizar debe tener las siguientes condiciones de temperatura y tiempo.

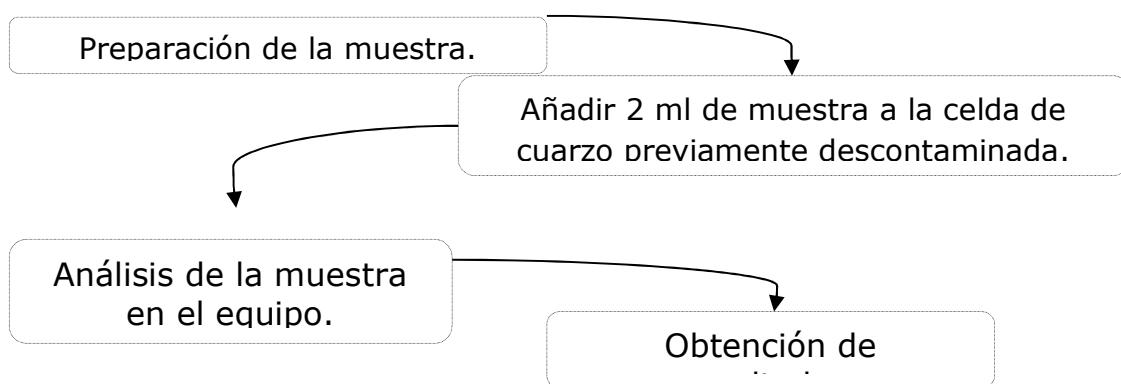
Tabla 1. Configuración rampa de trabajo.

Pos	t	T	
1	00:00:30	200°C	Secado
2	00:02:00	200°C	
2	00:01:30	650°C	Descomposición
4	00:02:00	650°C	

Luego de que el método se haya creado, al agregar un nuevo archivo de medición, se debe relacionar la curva y el método para hacer el análisis.

Nota: La presión del gas (oxígeno) debe ser de 60 psi. Cada muestra se prepara, inyecta y lee una por una para evitar la degradación del mercurio por temperatura y ambiente en la espera en el carrusel.

ALGORITMO



8. CÁLCULOS Y RESULTADOS

El equipo automáticamente calcula el resultado teniendo en cuenta la curva seleccionada.

La curva de calibración debe ir de 0 a 5 $\mu\text{g/L}$, realizando mínimo 2 lecturas por cada estándar.

Desarrollo de la curva a partir del estándar de 500 $\mu\text{g/L}$.

9. SEGUIMIENTO Y CONTROL DE CALIDAD

Un lote de muestras equivale a 20 muestras.

- Cada lote de muestra analizar un blanco, si el valor es \geq al límite de cuantificación volver a correrlo y si vuelve a dar mayor realizar una acción correctiva.
- Analizar un patrón de 1 $\mu\text{g/L}$ cada 10 muestras. % Error aceptado $\leq 20\%$.
- Cada lote de muestras analizar un patrón de 5 $\mu\text{g/L}$. % Error aceptado $\leq 20\%$.
- Verificar la curva de calibración cada 10 muestras con un patrón de la misma, la diferencia no debe ser mayor del 20% del valor verdadero.
- Analizar una muestra enriquecida por duplicado. RPD $\leq 20\%$. % Recuperación aceptado 80%-120%.

La captura de los datos generados por este análisis se realiza de forma automática en la base de datos del software **MILESTONE GmbH** correspondiente al equipo.

En la casilla Remark debe aparecer el nombre de la persona responsable del análisis y cada archivo de análisis de muestras dentro del software se guardará como “Mercurio EPA 7473”, y se le puede agregar la fecha del análisis.

10. MANTENIMIENTO

Se debe llevar un buen mantenimiento del equipo, se debe estar pendiente de la presión del gas. También estar pendiente del estado de la resistencia de secado.

11. BIBLIOGRAFÍA

Corporación para el Desarrollo Sostenible del Urabá		
D-7.2-32	Versión: 06	Página: 4 de 5

EPA. 1998. "Method 7473 (SW-846): Mercury in Solids and Solutions by Thermal Decomposition, Amalgamation, and Atomic Absorption Spectrophotometry," Revision 0.

12. CONTROL DE CAMBIOS

Fecha	Resolución	Versión	Detalle
11/08/2017	300-03-10-23-0990	01	Aprobación inicial con código y nombre: D-5.4-71 mercurio total en agua por descomposición térmica, amalgamación y espectrofotometría de absorción atómica.
15/08/2018	300-03-10-23-1436	02	En la sección SEGUIMIENTO Y CONTROL se especifica que debe aparecer el nombre del analista en la casilla Remark del software del equipo. Además, se especifica que los archivos deben guardarse con el nombre del método de referencia.
19/11/2019	300-03-10-23-1429	03	Se incluye en el documento la sección 2 - ALCANCE, así: "Este método aplica para el análisis mediante técnica de descomposición térmica y amalgamación para la determinación de Mercurio Total presente en aguas: superficiales, subterráneas, marinas y residuales; en un rango de trabajo comprendido entre 0.5 y 5 ug/L Hg". Se cambia la codificación del documento pasando de D-5.4-71 a D-7.2-32 de acuerdo a la nueva versión de la Norma – ISO/IEC 17025:2017.
01/04/2020	300-03-10-23-0426	04	Se indica en la sección 9 – CÁLCULOS Y RESULTADOS que la lectura de los estándares al momento de realizar la curva, se hace mínimamente por duplicado.
06/10/2020	300-03-10-23-1125	05	Se cambia la última parte de la limpieza de la vidriería dejando claro que la limpieza de las celdas en el equipo se hará a una muestra (no menor del 30%) de las cubetas que se van a utilizar y que aunque se recomienda que el valor de la columna "Height" sea menor o igual a 0,0030; este valor podría ser mayor dependiendo de la curva de calibración ya que a veces valores mayores representan 0 mercurio. Se aclara en el ítem de seguimiento y control de calidad que un lote de muestras equivale a 20 muestras. En la sección Mantenimiento se agrega que se debe estar pendiente del estado de la resistencia de secado.
24/11/2023	300-03-10-23-2554	06	Se ajusta la subdirección SPOT como la asignada al laboratorio.

Última línea-----última línea-----última línea