



MÉTODO ANALÍTICO SODIO Y POTASIO: EMISIÓN ATÓMICA DE LLAMA SM 3500-Na B y 3500-K B.

Corporación para el Desarrollo Sostenible del Urabá

Código: D-7.2-61	Versión: 03
Revisó: Subdirector de Planeación y O.T.	Aprobó: Director General (E).
Fecha: 09 de Julio de 2025	Fecha: 09 de Julio de 2025
Resolución: 100-03-10-23-1338-2025	Páginas: 1 de 14

1. DESCRIPCIÓN

Es un método eficiente para la determinación de sodio y potasio mediante su emisión en llama a una longitud de onda definida sin uso de lámpara de tungsteno.

2. ALCANCE

De acuerdo con la verificación, se define que la determinación de los analitos en cuestión es aplicable para las matrices: Potable, Residual doméstica e industrial, Subterránea y Superficial, con un rango de trabajo comprendido entre 5 mg/L (MRL) - 100 mg/L para sodio y 0.5 mg/L (MRL) - 10 mg/L para potasio, de acuerdo a lo establecido experimentalmente.

3. FUNDAMENTO DEL MÉTODO

3.1 Principio

Se pueden determinar trazas de sodio por fotometría de emisión de llama a 589 nm. La muestra se nebuliza en una llama de gas bajo condiciones de excitación reproducibles cuidadosamente controladas. La línea espectral resonante de sodio a 589 nm está aislada por filtros de interferencia o por dispositivos de dispersión de luz como prismas o rejillas. La intensidad de la luz de emisión se mide mediante un fototubo, fotomultiplicador o fotodiodo. La intensidad de la luz a 589 nm es aproximadamente proporcional a la concentración de sodio. La alineación del dispositivo de dispersión de longitud de onda y la lectura de longitud de onda pueden no ser precisas. La configuración de longitud de onda apropiada, que puede ser ligeramente mayor o menor que 589 nm, puede determinarse a partir de la intensidad de emisión máxima al aspirar una solución estándar de sodio, y luego usarse para mediciones de emisión. La curva de calibración puede ser lineal pero tiene una tendencia a nivelarse o incluso revertirse a concentraciones más altas. Trabajar en el rango lineal a casi lineal.

Se pueden determinar trazas de potasio en un fotómetro de llama de lectura directa o estándar interno a una longitud de onda de 766,5 nm.

3.2 Interferencias

Interferencias químicas: muchos metales se pueden determinar por aspiración directa de la muestra en una llama de aire-acetileno. El tipo de interferencia más problemático se denomina "químico" y es el resultado de la falta de absorción de los átomos unidos en una combinación molecular en la llama. Esto puede ocurrir cuando la llama no está lo suficientemente caliente para disociar las moléculas o

cuando el átomo disociado se oxida inmediatamente a un compuesto que no se disociará más a la temperatura de la llama. Tales interferencias se pueden reducir o eliminar agregando elementos o compuestos específicos a la solución de muestra.

Para **sodio**, minimice las interferencias incorporando uno o más de los siguientes:

- 1) Opere en el rango de concentración práctica más bajo.
- 2) Agregue agentes liberadores, como el estroncio o el lantano a 1000 mg/L, para suprimir la ionización y la interferencia aniónica. Entre los aniones comunes capaces de causar interferencia se encuentran Cl^- , SO_4^{2-} y HCO_3^- en cantidades relativamente grandes.
- 3) Muestras y patrones de coincidencia matricial agregando cantidades idénticas de sustancias interferentes presentes en la muestra a los estándares de calibración.
- 4) Aplicar una corrección determinada experimentalmente en aquellos casos en que la muestra contiene una sola interferencia importante.
- 5) Eliminar los iones interferentes.
- 6) Retire la materia particulada que obstruye el quemador de la muestra mediante filtración a través de un papel de filtro de retención media.

Para las interferencias químicas, se adiciona 2.4 mL de solución buffer potasio a 100 mL de muestra y/o estándar de trabajo.

Para **potasio**, la interferencia en el método del estándar interno puede ocurrir a una proporción de sodio a potasio de 5:1 o mayor. El calcio puede interferir si la proporción de calcio a potasio es 10:1 o más. El magnesio comienza a interferir cuando la proporción de magnesio a potasio supera los 100:1.

Para las interferencias químicas, se adiciona 2.4 mL de solución buffer calcio a 100 mL de muestra y/o estándar de trabajo.

4. TOMA DE MUESTRA Y ALMACENAMIENTO

Conservar las muestras inmediatamente después del muestreo por acidificación con ácido nítrico concentrado (HNO_3) a $\text{pH} < 2$. Filtre las muestras para metales disueltos a 0.45 micras antes de conservarlos. Por lo general, 1.5 mL de HNO_3 concentrado/L muestra (o 3 mL 1+1 HNO_3 /L muestra) es suficiente para la preservación a corto plazo. Para muestras con alta capacidad de amortiguación, aumente la cantidad de ácido (pueden requerirse 5 mL para algunas muestras alcalinas o altamente tamponadas). Preferiblemente use ácido de alta pureza disponible comercialmente.

Después de acidificar la muestra, preferiblemente guárdela en un refrigerador a aproximadamente 4°C para evitar cambios en el volumen debido a la evaporación. Bajo estas condiciones, las muestras con concentraciones de metal de varios miligramos por litro son estables por hasta 6 meses.

5. MATERIAL Y EQUIPOS

- a. Espectrómetro de absorción Atómica: consiste en una fuente de luz que emite el espectro lineal de un elemento (lámpara de cátodo hueco o lámpara de descarga sin electrodos), un dispositivo para vaporizar la muestra (generalmente una llama), un medio para aislar una línea de absorción (monocromador o filtro y hendidura ajustable), y un detector fotoeléctrico con su equipo de amplificación y medición electrónico asociado.
- b. Quemador: el tipo más común de quemador es una premezcla, que introduce la pulverización en una cámara de condensación para eliminar grandes gotas. El quemador puede estar equipado con una cabeza convencional que contiene una sola ranura: una cabeza de Boling de tres ranuras, que puede preferirse para la aspiración directa con una llama de aire-acetileno; o una cabeza especial para usar con óxido nitroso y acetileno.
- c. Zona de Lectura: la mayoría de los instrumentos están equipados con un mecanismo de lectura de medidor digital o nulo. La mayoría de los instrumentos modernos están equipados con microprocesadores o computadoras de control independientes capaces de integrar señales de absorción en el tiempo y linealizar la curva de calibración en altas concentraciones.
- d. Válvulas Reductoras de Presión: mantenga el suministro de combustible y oxidante a presiones algo mayores que la presión de operación controlada del instrumento mediante el uso de válvulas reductoras adecuadas. Use una válvula reductora separada para cada gas.
- e. Ventilación: Coloque un respiradero a unos 15 a 30 cm por encima del quemador para eliminar los humos y los vapores de la llama. Esta precaución protege al personal de laboratorio de los vapores tóxicos, protege el instrumento de los vapores corrosivos y evita la estabilidad de la llama del rey afectado por las corrientes de aire ambiente. Es deseable un amortiguador o un soplador de velocidad variable para modular el flujo de aire y evitar la perturbación de la llama. Seleccione el tamaño del soplador para proporcionar el flujo de aire recomendado por el fabricante del instrumento. En ubicaciones de laboratorio con partículas contaminantes del aire, use instalaciones de laboratorio limpias.

6. REACTIVOS

Según lo establecido en el Standard Methods, sección 4500-NO₃⁻ E:

- Agua Destilada o de ósmosis inversa.
- Ácido nítrico concentrado (HNO₃).
- NaNO₃, secado a 103°C durante 2 horas.
- KNO₃, secado a 103°C durante 2 horas.
- CaCl₂.2H₂O
- Todos los estándares y muestras se acidificaron al 1% con ácido nítrico al 65%.

- Aire, limpiado y secado a través de un filtro adecuado para eliminar el aceite, agua y otras sustancias extrañas La fuente puede ser un compresor o gas embotellado comercialmente.
- Acetileno, grado comercial estándar. Se debe evitar que la acetona, que siempre está presente en los cilindros de acetileno, ingrese y dañe la cabeza del quemador al reemplazar un cilindro cuando su presión ha disminuido a 689 kPa (100 psi) de acetileno.

PREPARACIÓN DE REACTIVOS

- Solución madre certificada 1000 mg Na/L. Fuente 1.
- Solución madre certificada 1000 mg Na/L. Fuente 2.
- Solución madre certificada 1000 mg K/L. Fuente 1.
- Solución madre certificada 1000 mg K/L. Fuente 2.
- Estándar de verificación de la calibración inicial: 50 mg Na/L al 1% HNO₃ 65% (v/v) elaborado a partir de la segunda fuente.
- Estándar de verificación de la calibración inicial: 5 mg K/L al 1% HNO₃ 65% (v/v) elaborado a partir de la segunda fuente.
- Solución de trabajo para potasio 100 mg/L: tomar 10 mL de la solución madre fuente 1 de potasio y llevar a 100 mL con agua destilada.
- Solución buffer potasio 0.2% (m/v) para análisis de sodio: pesar 108.6 g de KNO₃ y disolver en aproximadamente 300 mL de agua destilada, adicionar 5 mL de HNO₃ concentrado y llevar a 500 mL con agua destilada.
- Solución buffer calcio 0.2% (m/v) para análisis de potasio: pesar 154 g de CaCl₂.2H₂O y disolver en aproximadamente 300 mL de agua destilada, adicionar 5 mL de HNO₃ concentrado y llevar a 500 mL con agua destilada.

7. PROCEDIMIENTO

- Preparar las curvas de calibración de acuerdo al numeral 8 “cálculos y resultados” a partir de la primera fuente.
- Todos los estándares, blancos, muestras y muestras adicionadas se trabajan con una proporción de buffer de ionización así: Para *sodio* se utiliza 50 mL de muestra y se adiciona 1.2 mL de la buffer de ionización 0.2% m/v de K (derivado de KNO₃). Para *potasio* se utiliza 50 mL de muestra y se adiciona 1.2 mL de la buffer de ionización 0.2% m/v de Ca (derivado de CaCl₂.2H₂O).
- Se realiza la programación de los métodos de la siguiente manera:

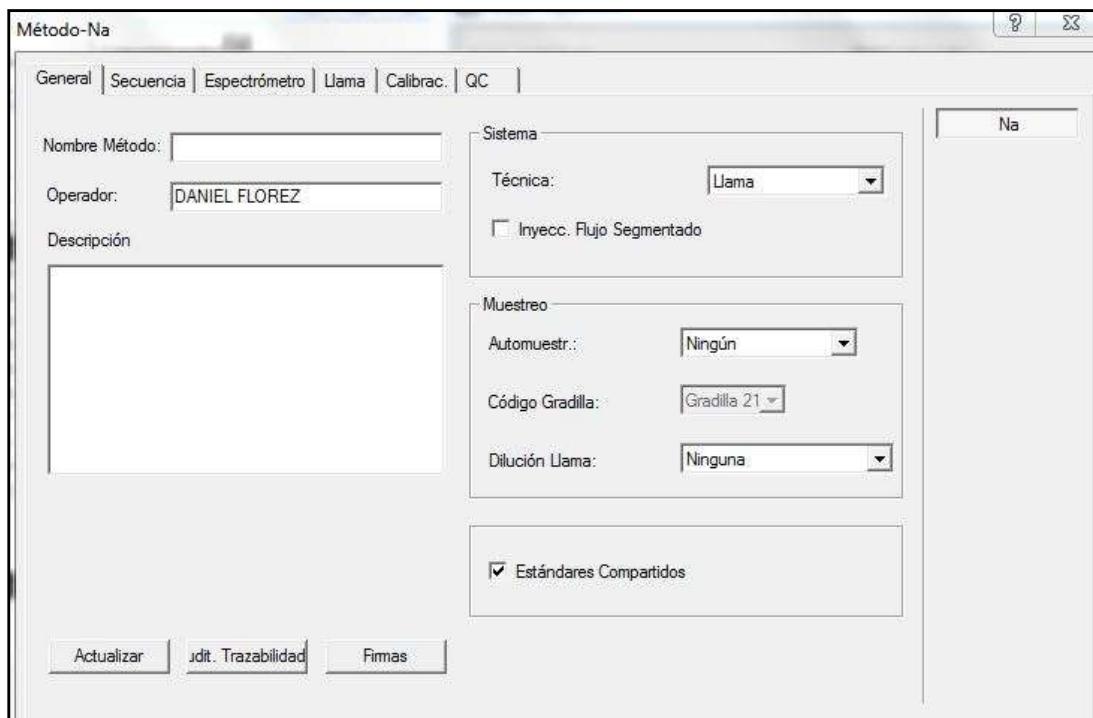


Imagen 1. Configuración sodio 1.

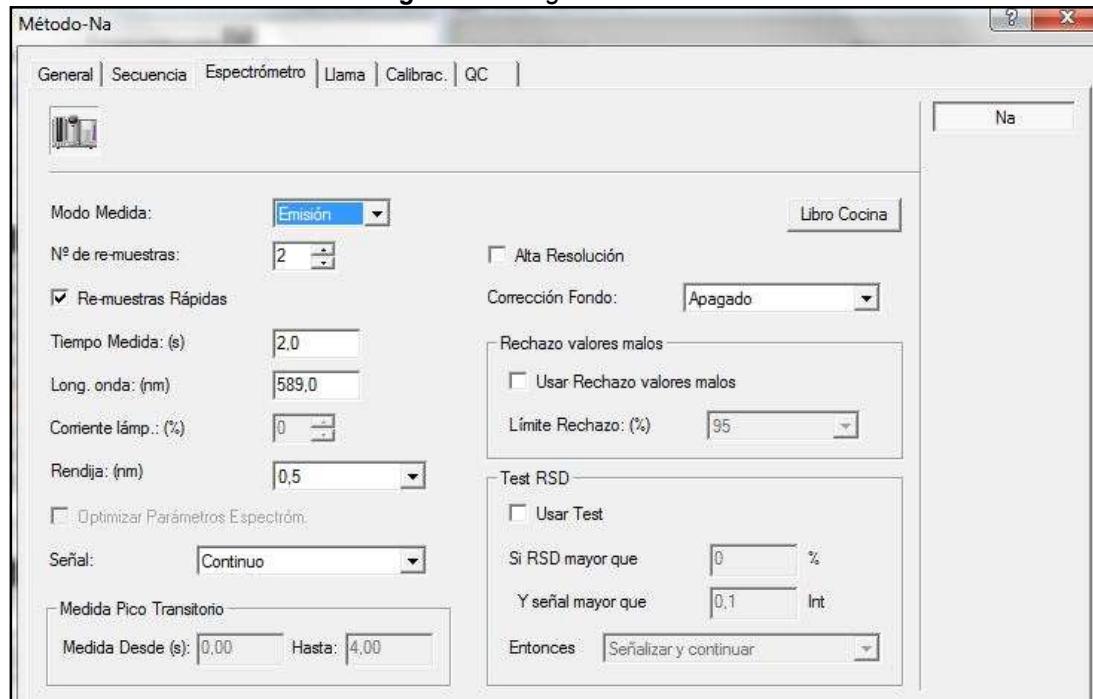


Imagen 2. Configuración sodio 2.

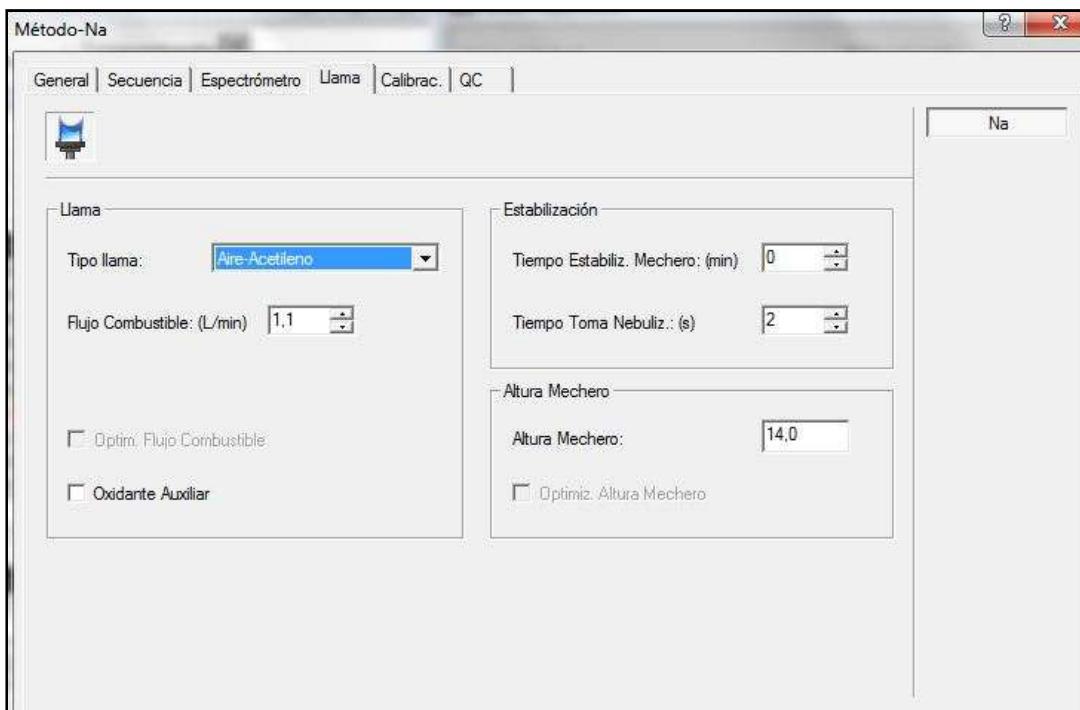


Imagen 3. Configuración sodio 3.

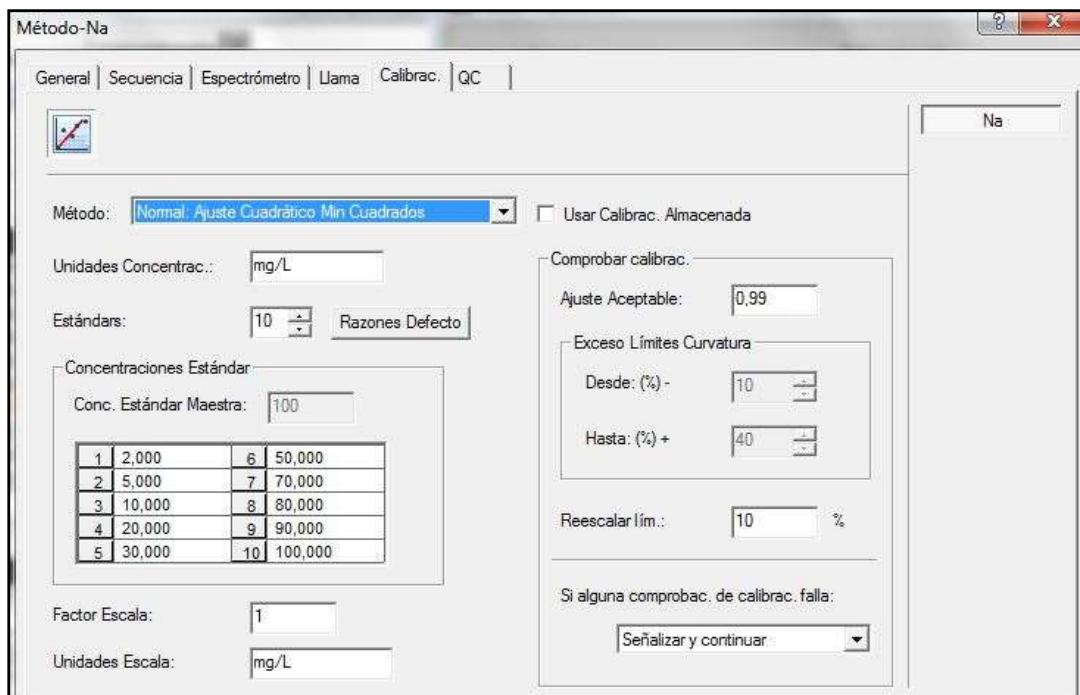


Imagen 4. Configuración sodio 4.

Flame (show/hide details)	
Flame Type	air/acetylene
Flame Chemistry	Lean
Fuel Flow Rate	0.9 to 1.2 l/min
Signal 0.5 mg/l gives about 0.4 A	
1. The 100 mm slot burner improves the sensitivity by about 50%. 2. Ionisation causes an interference • add an ionisation buffer, such as 0.2% m/V of potassium, to all solutions.	

Imagen 5. Configuración sodio 5.

Método-K

General | Secuencia | Espectrómetro | Llama | Calibrac. | QC |

Nombre Método:	Sistema	K
Operador: DANIEL FLOREZ	Técnica: <input type="button" value="Llama"/>	
<input type="checkbox"/> Inyecc. Flujo Segmentado		
Descripción		
Muestreo		
Automuestr.: <input type="button" value="Ningún"/>		
Código Gradilla: <input type="button" value="Gradilla 21"/>		
Dilución Llama: <input type="button" value="Ninguna"/>		
<input checked="" type="checkbox"/> Estándares Compartidos		
<input type="button" value="Actualizar"/> <input type="button" value="Audit. Trazabilidad"/> <input type="button" value="Firmas"/>		

Imagen 6. Configuración potasio 1.

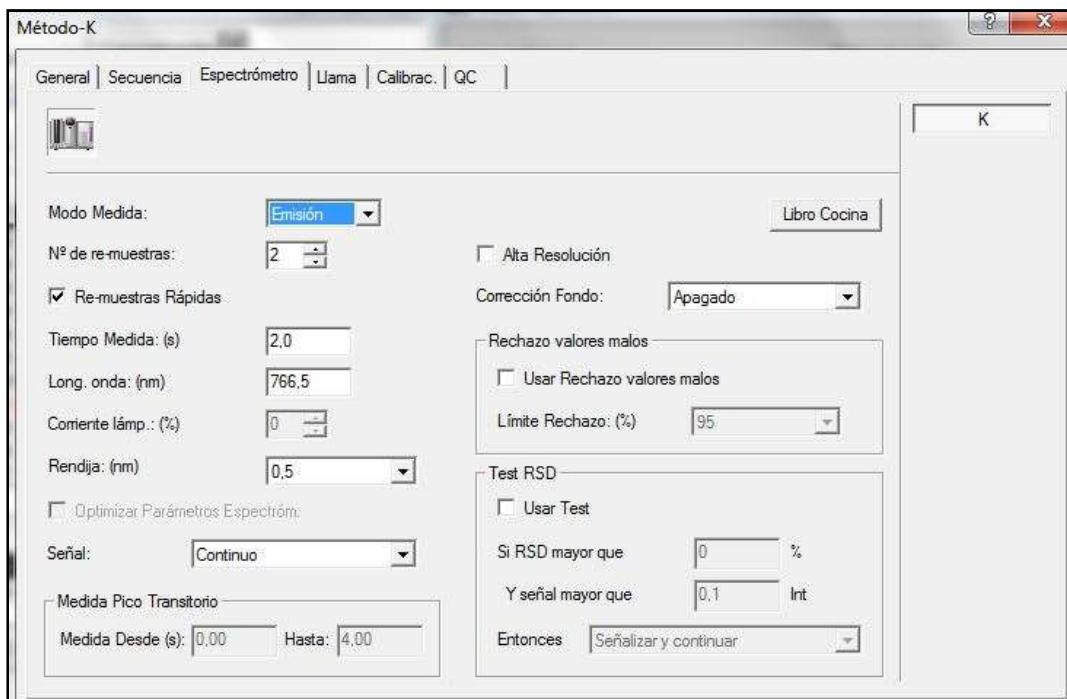


Imagen 7. Configuración potasio 2.

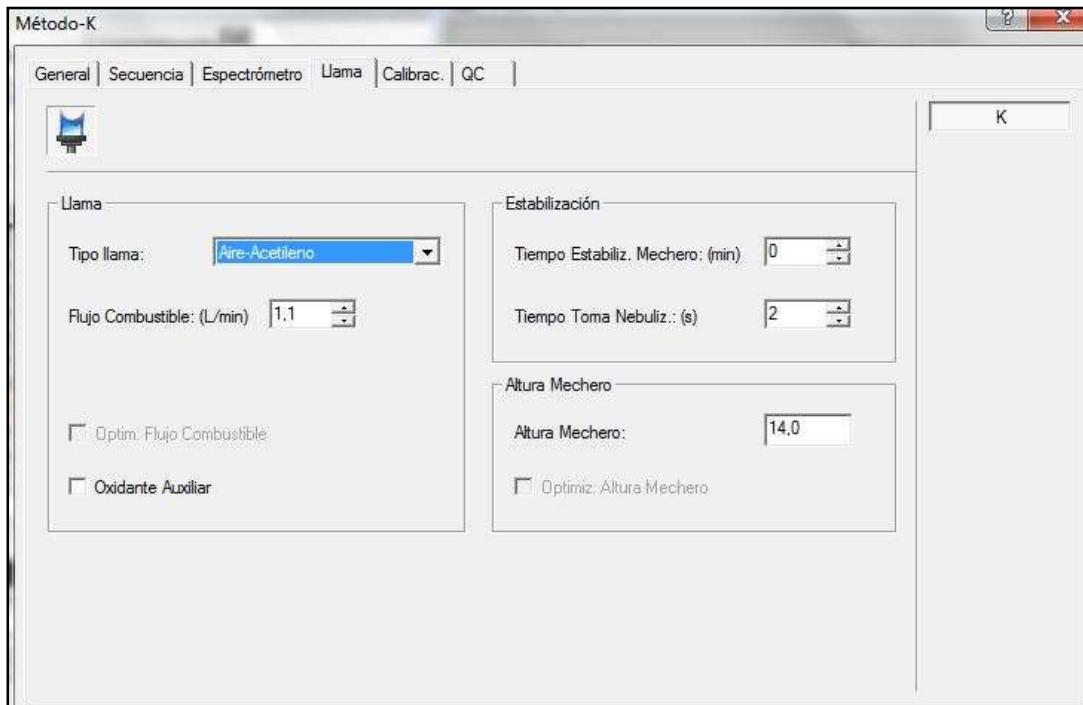


Imagen 8. Configuración potasio 3.

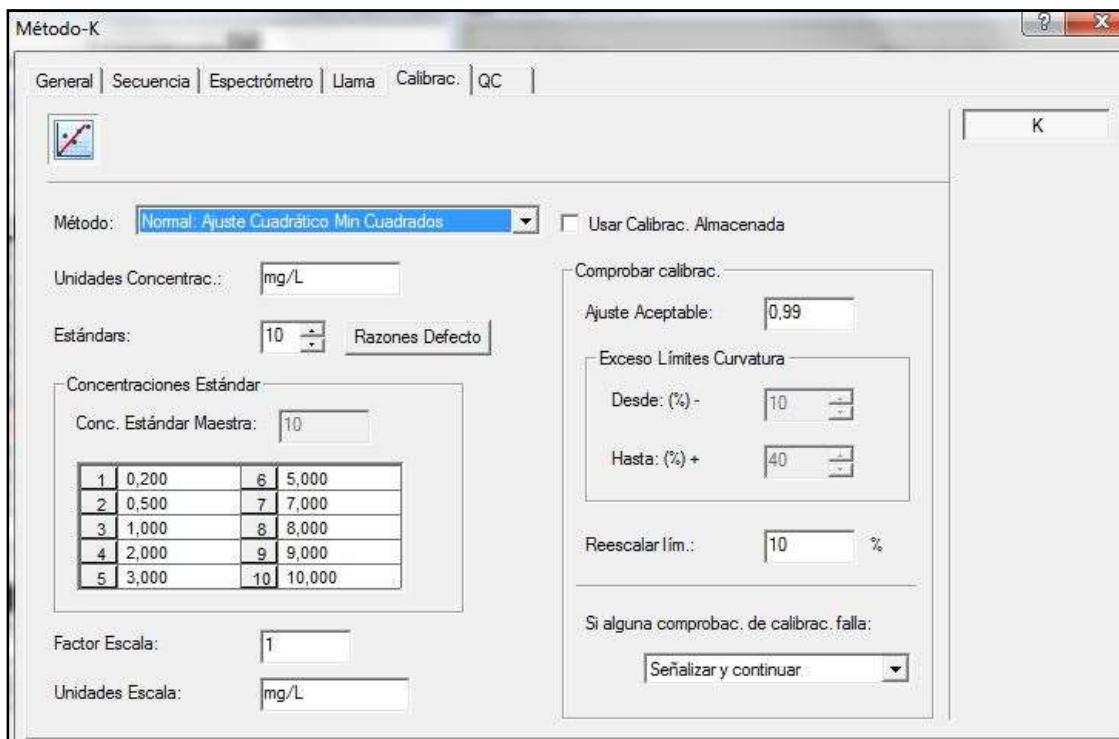


Imagen 9. Configuración potasio 4.

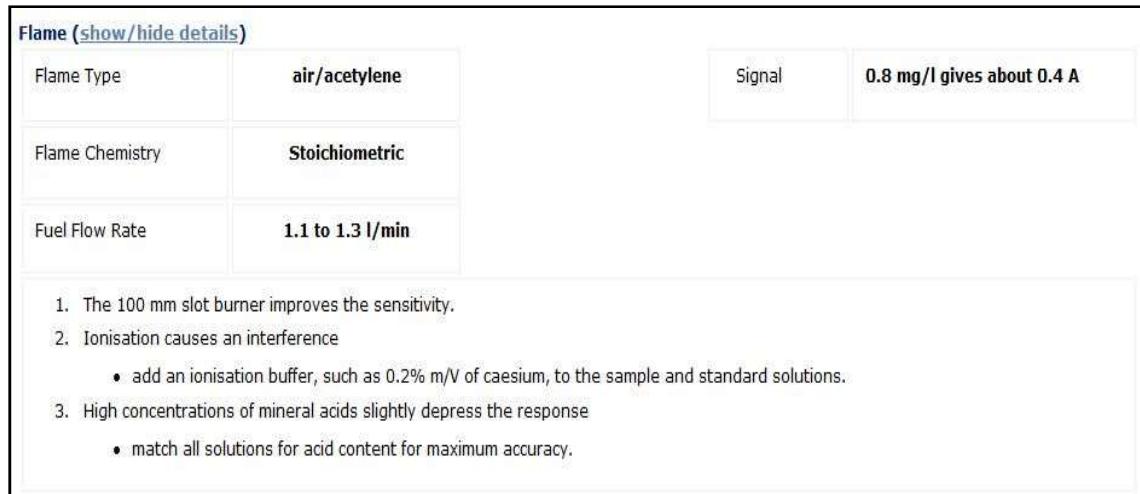


Imagen 10. Configuración potasio 5.

- Para sodio: aspire una solución estándar de 100 mg Na/L y permita que el equipo ajuste la intensidad como referencia máxima.
- Para potasio: aspire una solución estándar de 10 mg K/L y permita que el equipo ajuste la intensidad como referencia máxima.

- Inmediatamente, aspirar agua destilada y dejar estabilizar la señal de intensidad hasta que llegue al mínimo valor posible, preferiblemente menor de 10, este paso puede durar unos minutos.
- Aspirar un blanco que consiste en agua desionizada que contiene la misma concentración de ácido y buffer en estándares y muestras, para el cero del instrumento.
- Aspirar los estándares de la curva y realizar los análisis.

NOTA: Consulte frecuentemente datos en determinaciones posteriores del mismo elemento para verificar la consistencia de la configuración del instrumento y el envejecimiento de la lámpara y el estándar de cátodo hueco.

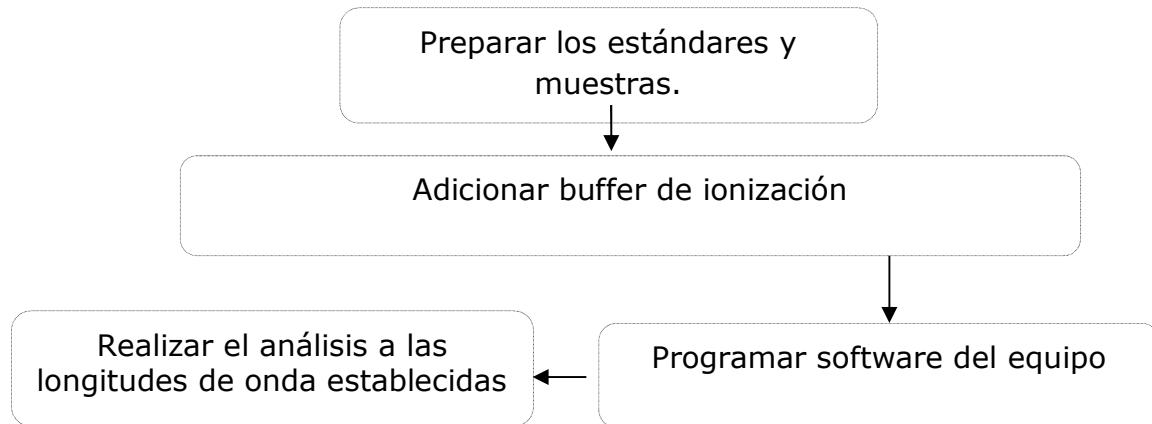
Cuando finalicen los análisis, proceda de la siguiente manera:

- 1) Apague la llama.
- 2) Cierre el alimentador de acetileno.
- 3) Apague la fuente de aire (bomba).
- 4) Apague el extractor.

PRECAUCIÓN: El gas acetileno representa un riesgo de explosión en el laboratorio. Siga las instrucciones del fabricante del instrumento en la plomería y el uso de este gas. No permita que el gas entre en contacto con cobre, latón con >65% de cobre, plata o mercurio líquido; no use tubos, reguladores o accesorios de cobre o latón con >65% de contenido de cobre.

La mayoría de los pasos anteriores son ejecutados de forma automática por el software del equipo.

ALGORITMO



8. CÁLCULOS Y RESULTADOS

Se interpolan los datos en la curva de calibración para obtener los resultados.

Para sodio, necesariamente **se debe** eliminar la intensidad del blanco en la gráfica ya que su desviación afecta la linealidad mínima aceptada: $r \geq 0.9900$.

Para potasio, **no se debe** eliminar la intensidad del blanco en la gráfica ya que su desviación no afecta la linealidad mínima aceptada: $r \geq 0.9900$.

La curva de calibración debe ir de 0 a 100 mg/L para sodio y de 0 a 10 mg/L para potasio. Desarrollo de la curva, los patrones son llevados a un volumen final de 50 mL, se preparan a partir de la primera fuente.

Tabla 1. Preparación de estándares para elaboración de curva de calibración de sodio.

Estándar (mg/L)	Volumen en mL de estándar de 1000 mg/L
0	0
2	0.1
Límite de cuantificación (MRL) = 5	0.25
10	0.5
20	1
30	1.5
50	2.5
70	3.5
80	4
90	4.5
100	5

Tabla 2. Preparación de estándares para elaboración de curva de calibración de potasio.

Estándar (mg/L)	Volumen en mL de estándar de 100 mg/L
0	0
0.2	0.1
Límite de cuantificación (MRL) = 0.5	0.25
1	0.5
2	1
3	1.5
5	2.5
7	3.5
8	4
9	4.5
10	5

9. SEGUIMIENTO Y CONTROL DE CALIDAD

Según capítulo 3020 B del Standard Methods Ed 24.

La desviación estándar relativa (%RSD) de los factores de respuesta entre las lecturas de una muestra o patrón debe ser $\leq 15\%$, de lo contrario realice de nuevo el patrón o la toma de alícuota, si persiste, evalúe la absorción del capilar buscando taponamientos, si persiste aún, dar aviso al jefe de área.

Compare cada punto de calibración con la curva y vuelva a calcular su concentración. Si los valores recalculados no están dentro de los criterios de aceptación del método, hasta el doble del MRL $\pm 50\%$; entre 3 y 5 veces el MRL $\pm 20\%$; o más de 5 veces el MRL $\pm 10\%$, identifique la fuente de cualquier valor atípico(s) y corrija antes de la cuantificación de la muestra. Dejar registro de la revisión.

Para sodio

Cada lote o cada 20 muestras se debe realizar y registrar en la captura de datos lo siguiente:

- Analizar un blanco, realizar una acción correctiva si su resultado es \geq a la mitad del límite de cuantificación.
- Analizar un patrón de 5 mg Na/L. % Error aceptado $\leq 50\%$.
- Analizar un blanco fortificado como 40 mg Na/L. % Error aceptado $\leq 10\%$.
- Analizar un estándar de 50 mg Na/L preparado a partir de un estándar de segunda fuente para la verificación de la calibración inicial. Error aceptado $\leq 10\%$. Si no cumple el criterio, determine la causa del error, tome medidas correctivas y vuelva a verificar la calibración. Si la reverificación es aprobada, continúe con los análisis; de lo contrario, repita la calibración inicial.

- Analizar una muestra por duplicado. RPD \leq 20%.
- Analizar una muestra por duplicado enriquecida como 40 mg Na/L. % Recuperación aceptado 85-115%. RPD \leq 20%.

Para potasio

Cada lote o cada 20 muestras se debe realizar y registrar en la captura de datos lo siguiente:

- Analizar un blanco, realizar una acción correctiva si su resultado es \geq a la mitad del límite de cuantificación.
- Analizar un patrón de 0.5 mg K/L. % Error aceptado \leq 50%.
- Analizar un blanco fortificado como 4 mg K/L. % Error aceptado \leq 10%.
- Analizar un estándar de 5 mg K/L preparado a partir de un estándar de stock diferente al que se usó para crear la curva de calibración. Error aceptado \leq 10%. Si no cumple el criterio, determine la causa del error, tome medidas correctivas y vuelva a verificar la calibración. Si la reverificación es aprobada, continúe con los análisis; de lo contrario, repita la calibración inicial.
- Analizar una muestra por duplicado. RPD \leq 20%.
- Analizar una muestra por duplicado enriquecida como 4 mg K/L. % Recuperación aceptado 85-115%. RPD \leq 20%.

10. MANTENIMIENTO

- La limpieza del quemador es de mucha importancia para obtener una llama uniforme y reproducible.
- La limpieza del capilar con agua desionizada acidificada evita taponamientos por material orgánico que pueda estar presente.
- La trampa de agua del suministro de aire se debe purgar siempre antes de uso.

11. BIBLIOGRAFÍA

- American Public Health Association, American Water Works Association, Water Environment Federation. In: Lipps Wc, Braunt-Howland Eb, Baxter Te. Eds. Standard Methods For The Examination Of Water And Wastewater, 24th Ed. Washington Dc: APHA PRESS;2023.
- Cook Book Thermo Scientific AA iSE 3000 series Sodio y Potasio.

12. CONTROL DE CAMBIOS

Fecha	Resolución	Versión	Detalle
01/04/2020	300-03-10-23-0426	01	Aprobación inicial con código y nombre D-7.2-61: MÉTODO ANALÍTICO SODIO Y POTASIO: EMISIÓN ATÓMICA DE LLAMA SM 3500-Na B y 3500-K B.
24/11/2023	300-03-10-23-2554	02	Se ajusta los controles de calidad en cuanto al uso del estándar de segunda fuente según el Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. APHA – AWWA – WEF. Ed. 24 de 2022.
09/07/2025	100-03-10-23-1338	03	Se corrige el año de edición de la versión 24 del standard methods.

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