

11. DETERMINACION DE CALCIO EN UNA MUESTRA DE AGUA MEDIANTE ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA (EAA)

12.1 OBJETIVOS

- Definir los conceptos sensibilidad y limite de detección en EAA.
- Observar el EAA Perkin Elmer 2380 y describir la instrumentación básica del equipo.
- Explicar la incidencia y significación del calcio en las muestras de agua.
- Aplicar los principios fundamentales de la EAA en la determinación del calcio en una muestra de agua.

12.2 ASPECTOS TEORICOS

12.2.1 **Calcio.** El calcio es uno de los elementos que hace parte de la dureza del agua. Existe principalmente en forma de bicarbonatos. Las aguas potables de buena calidad contienen de 100 a 140mg/L del calcio. Las aguas que sobrepasan los 200mg de calcio presentan inconvenientes para los usos domésticos e industriales.

12.2.2 **Principios generales de la EAA.** Los métodos espectroscópicos se basan en la medida de la radiación electromagnética emitida o absorbida por la materia; los métodos de emisión utilizan la radiación emitida cuando un analito es excitado por energía térmica, eléctrica o radiante; los métodos de absorción están basados en la disminución de la potencia de la radiación electromagnética como consecuencia de la absorción que se produce en su interacción con el analito.

La EAA se refiere a la absorción de elementos. Si se aplica energía a un átomo, esta puede ser absorbida y un electrón externo puede ser promovido a una configuración conocida como estado excitado; dado que ese estado es inestable, el átomo retornará inmediatamente al estado fundamental, emitiendo energía.

La característica de interés en las medidas de absorción atómica, es la cantidad de luz absorbida por un analito, a la longitud de onda resonante, cuando pasa a través de una nube atómica. Conforme al número de átomos se incrementa en el paso de la luz, la cantidad de luz absorbida o aumentará.

La ley de Beer, muestra la relación entre absorbancia y concentración del analito, mediante la ecuación.

$A = a \cdot b \cdot c$ Donde A = absorbancia

$a =$ coeficiente de absorción (constante)

$b =$ Longitud del camino óptico

$c =$ concentración

12.2.3 **Instrumentación de absorción atómica.** Los instrumentos de absorción atómica tienen los siguientes aditamentos:

- *Fuente de luz.* Una de las fuentes más ampliamente empleada en EAA es la lámpara de cátodo hueco. Estas lamparas son diseñadas para emitir el espectro atómico de un elemento; se utilizan lamparas específicas para el elemento que se va a determinar.

- *Celda de absorción.* Produce los átomos de la muestra. Se hace necesario generar un vapor atómico en el paso del rayo de luz de la fuente. Este se obtiene generalmente al introducir la muestra en un generador de átomos o alternativamente, en un horno calentado mediante electricidad, que se encuentra alineado en el paso óptico del espectrofotómetro.
- *Monocromador para la dispersión de la luz.* La selección de una fuente específica y de una longitud de onda particular de la fuente, permite determinar la concentración del elemento seleccionado en presencia de otros. La longitud de onda aislada por el monocromador incide directamente sobre el detector.
- *Detector.* El detector mide la intensidad de la luz y amplifica la señal. El detector es un fotomultiplicador que produce una corriente eléctrica dependiente de la intensidad de la luz incidente. La corriente eléctrica del fotomultiplicador es procesada por la electrónica del elemento; se produce una señal que es una medida de la atenuación de la luz en la celda de muestreo.
- *Pantalla.* Muestra la lectura después de que han sido procesadas por el instrumento electrónico.

12.2.4 Control de interferencias en EAA. Las interferencias en absorción atómica están bien definidas, como también los medios de tratarlas.

La interferencia está constituida por todo fenómeno cuyo resultado desvirtúa la determinación.

Las interferencias existentes en EAA se clasifican como:

- Interferencias debidas a la llama
- Interferencias de ionización.
- Interferencias debidas a la matriz
- Interferencias químicas
- Interferencias espectrales.
- ASPECTOS TEORICOS POR CONSULTAR.
 - ◆ Defina los términos sensibilidad y límite de detección para la EAA.
 - ◆ Describa en forma general los instrumentos colorímetro, fotómetro y espectrofotómetro.

12.4 MATERIALES, REACTIVOS Y EQUIPOS.

12.4.1 **Materiales.** Pipetas de 10, 5,3,2,1 mL, balones aforados de 100mL, frasco lavador.

12.4.2 **Reactivos.** HNO₃ concentrado, HCl concentrado, aire purificado y secado, acetileno puro, agua libre de metales, solución de lantano 5% P/V, soluciones de calcio de 1000, 50, 4, 2 mg/L.

12.4.3 **Equipos.** Espectrofotómetro de absorción atómica, lámpara de cátodo hueco de calcio, balanza analítica.

12.5 PROCEDIMIENTO PARA EL FUNCIONAMIENTO DEL PERKIN ELMER 2380

- ◆ Consulte en el manual de instrucciones del equipo, las condiciones estándares para el calcio.
- ◆ Gire cada uno de los controles en sentido opuesto de las manecillas del reloj.
- ◆ Coloque la cabeza del quemador para la llama aire-acetileno.
- ◆ Encienda el equipo
- ◆ Coloque la lámpara de cátodo hueco de calcio y aplique la corriente que recomienda el fabricante. Deje que se establezca la corriente, durante aproximadamente 10 minutos.
- ◆ Optimice la longitud de onda.
- ◆ Alinee la lámpara para conseguir la ganancia óptima del equipo.

- ◆ Ajuste la posición del quemador.
- ◆ Conecte los gases aire y acetileno y ajuste el flujo de cada uno de ellos.
- ◆ Prenda el quemador.
- ◆ Aspire un blanco y ponga en cero el instrumento.
- ◆ Aspire la solución de sensibilidad para el calcio y ajuste la velocidad de aspiración de nebulizador para obtener la máxima ganancia. Ajuste los gases combustible y oxidante para obtener también una máxima ganancia.
- ◆ Aspire un blanco y ponga de nuevo en cero el instrumento.
- ◆ Agregue 10ml de la solución de óxido de lantano al 5% P/V a 100ml de la muestra y de los estándares; proceda al análisis de la muestra.

12.6 PREGUNTAS Y CALCULOS

- ◆ ¿En qué consisten las interferencias químicas, interferencias debidas a la llama, interferencias de ionización, interferencias debidas a la matriz, interferencias espectrales?
- ◆ Haga un diagrama de lámpara de cátodo hueco y describa su funcionamiento.
- ◆ Describa el quemador para un atomizador de llama convencional (sistema de quemador de premezcla).
- ◆ Determine la concentración en mg/L de Ca de la muestra analizada y compare los resultados con el contenido de calcio obtenido en la muestra de agua potable mediante volumetría complejométrica.
- ◆ ¿Con que fin se adiciona la solución de lantano a la muestra y a los patrones cuando se determina calcio?

12.7 BIBLIOGRAFIA CONSULTADA

APHA, AWWA, WPCF. Métodos normalizados para el análisis de aguas potables y residuales. Ed. Díaz de Santos, S.A. Madrid. 1992. Pag 3–1,3–27.

PERKIN–ELMER CORPORATION. Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrophometry. USA 1987.

PERKIN–ELMER CORPORATION. Instructions Model 2380 Atomic Absorption Spectrophometry. USA 1987.

SKOGG, D y WEST, D, HOLLER F. Química Analítica. 6Ed. Mc Graw–Hill. México 1995. Pags 453–479.

12.8 Bibliografía para consultar

SKOGG, D y WEST, D, HOLLER F. Química Analítica. 6Ed. Mc Graw–Hill. México. 1995.

CRISTIAN, D. Química Analítica. 2Ed. Limusa. México 1981.