



Desarrollo analítico para determinar elementos tóxicos en muestras ambientales que permite a INTI demostrar su capacidad metroológica a nivel internacional

Valiente, L.; Iribarren, M. L.; Piccinna, M.

INTI-Química

Introducción

Los barros residuales, producto de efluentes industriales y/o domiciliarios, tienen un uso potencial en algunos países como fertilizantes para agricultura.

Es necesario conocer la concentración de las sustancias tóxicas que contienen, y que deben cumplir con las legislaciones de cada país.

En este trabajo se expone la metodología analítica desarrollada para la determinación del contenido de cadmio, cinc, cobre, cromo y mercurio.

El método fue validado empleando un Material de Referencia Certificado y por la participación de INTI-Química en una intercomparación coordinada por el Institute for Reference Materials and Measurements de la Comisión Europea, para la comparación clave (KC) y la comparación piloto (PC): CCQM-K44 & P70, del Comité Consultivo de Cantidad de Materia (CCQM) del Bureau International de Pesas y Medidas (BIPM).

Los resultados obtenidos por INTI muestran buen acuerdo con los resultados de otros Institutos Metroológicos de Europa, Asia y América.

Metodología / Descripción Experimental

Equipamiento empleado:

—Espectrómetro de Absorción Atómica con llama, Perkin Elmer, Modelo AAnalyst 300.

—Espectrómetro de Absorción Atómica con vapor frío, Perkin Elmer, FIMS-400, con microondas en línea.

—Sistema de digestión de muestras de vaso cerrado asistido por microondas, CEM, Modelo MDS-2000.

Breve descripción del procedimiento:

—Determinación de mercurio:

La muestra es digerida con ácido nítrico y agua

oxigenada, en el sistema asistido por microondas. La concentración de mercurio en la solución resultante se mide en el Espectrómetro de Absorción Atómica específico para la determinación de mercurio, equipado para usar la técnica de vapor frío, y que tiene incorporado otro sistema de digestión por microondas acoplado en línea.

—Determinación de cadmio, cinc, cobre y cromo.

La muestra es digerida con una mezcla de ácidos nítrico, clorhídrico y fluorhídrico, en el sistema de vaso cerrado asistido por microondas.

La concentración de cadmio, cinc, cobre y cromo se mide en el espectrómetro de Absorción Atómica equipado con llama.

Control Interno de la Calidad:

Se emplea como muestra control y para la validación de la metodología empleada, un Material de Referencia Certificado del National Institute of Standard and Technology (NIST), SRM2781 Domestic Sludge.

La muestra control es tratada de igual manera y en forma conjunta con la muestra problema de la intercomparación clave.

Trazabilidad:

Las soluciones patrón de cada elemento, empleadas para la realización de las correspondientes curvas de calibración tienen trazabilidad al NIST (National Institute of Standard and Technology), que es el Instituto Metroológico de los Estados Unidos de Norteamérica.

Resultados

Ver Tabla I.

Tabla I. Resultados

Elemento	Valor obtenido por INTI (m mol/kg)	Valor de Referencia (m mol/kg)
Mercurio (Hg)	0,0464±0,0044	0,0443±0,0029
Cadmio (Cd)	0,150±0,013	0,1699±0,0105
Cinc (Zn)	48,1±1,2	47,9±1,4
Cromo (Cr)	3,97±0,48	3,87±0,19
Cobre (Cu)	14,10±0,83	13,55±0,79

Los valores de incertidumbre informados por INTI fueron calculados según la bibliografía recomendada^{[1] [2] [3]}, con un factor de cobertura $k=2$

A continuación se muestran los gráficos correspondientes a los valores informados por los diferentes Institutos Metrológicos Nacionales participantes, representados con la letra L y el de INTI, con su correspondiente incertidumbre expandida, para la determinación de cinc, cromo y cobre: (ver Fig.1, Fig.2 y Fig.3).

KCRV es el valor de referencia y uncert. es la incertidumbre del mismo para la comparación clave, y PCRV es el valor de referencia para la comparación piloto^[4].

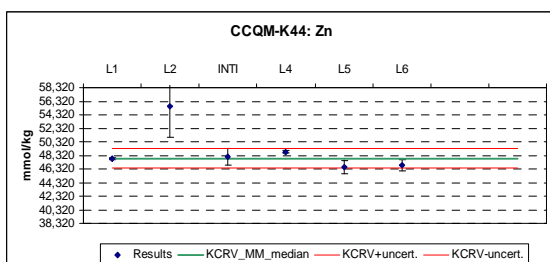


Fig. 1: Determinación de cinc (Zn).

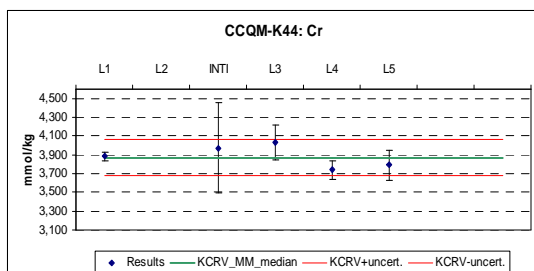


Fig. 2: Determinación de cromo (Cr).

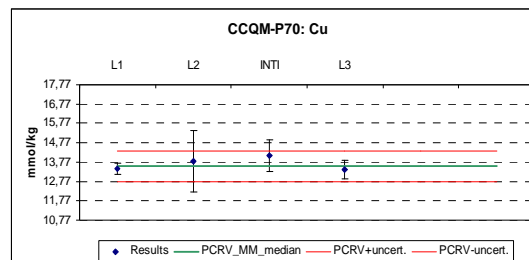


Fig. 3: Determinación de cobre (Cu).

Conclusiones

De los resultados obtenidos se concluye que el método analítico desarrollado para barros residuales es apropiado y tiene calidad metrológica comparable a los usados por los otros Institutos Nacionales de Metrología de Europa que participaron en esta comparación.

El alcance de este ejercicio, cubre también muestras de sedimento y suelo que tienen matrices similares.

La muestra fue preparada por los coordinadores de la intercomparación a partir de barros residuales ricos en materia orgánica, provenientes de diferentes residuos de plantas de Italia y Francia. El rango de concentración de los metales presentes en el material está cercano a los límites especificados por la Directiva 86/278/EEC del Consejo de la Unión Europea.

Referencias

- [1] Guide for expression for uncertainty in measurement. (GUM)-ISO, (1993)
- [2] Quantifying uncertainty in analytical measurement. (QUAM)-EURACHEM, 2nd Edition, (2000)
- [3] VAM Project 3.2.1 Development and harmonisation of measurement uncertainty principles-Part (d): Protocol for uncertainty evaluation from validation data, LGC/VAM, (2000)
- [4] CCQM-K44 and P70. Trace elements in Sewage Sludge. Report.

Para mayor información contactarse con:
nombre del autor de contacto – valiente@inti.gov.ar