

**UNIVERSIDAD NACIONAL DEL CALLAO**  
**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA**  
**ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA**



**“ ANÁLISIS QUÍMICO INSTRUMENTAL EN EL ÁREA DE ABSORCIÓN ATÓMICA  
EN LA EMPRESA: ALEX STEWART (ASSAYERS) DEL PERÚ S.R.L ”**

**TRABAJO ACADÉMICO**

**PARA OPTAR EL TITULO PROFESIONAL DE**

**INGENIERO QUÍMICO**

**PRESENTADO POR**

**GÓMEZ VÁSQUEZ SANDRA IZZELY**

**ASESOR**

**ING° GLADIS REYNA MENDOZA**

**CALLAO – OCTUBRE – 2018**

**PERÚ**

## PRÓLOGO DEL JURADO

El presente Informe fue Expuesto por la señorita Bachiller **GÓMEZ VÁSQUEZ SANDRA IZZELY** ante el **JURADO DE EXPOSICIÓN DE INFORME** conformado por los siguientes Profesores Ordinarios :

ING° RICARDO RODRIGUEZ VILCHEZ	PRESIDENTE
ING° GUMERCINDO HUAMANÍ TAÍPE	SECRETARIO
ING° CALIXTO IPANAQUE MAZA	VOCAL
ING° GLADIS REYNA MENDOZA	ASESOR

Tal como está asentado en el Libro de Actas N° 2 Exposición de Informes Folio N° 25 y Acta N° 220 de fecha **DOCE DE JUNIO DE 2018**, para optar el Título Profesional de Ingeniero Químico en la Modalidad de Titulación de Informe, de conformidad establecido por el Reglamento de Grados y Títulos aprobado con Resolución N° 309–2017–CU de fecha 24 de octubre de 2017 y en su Cuarta Disposición Transitoria, norman los requisitos de los expedientes para la obtención del Grado Académico de Bachiller

# ÍNDICE

	Pág	
<b>I</b>	<b>INTRODUCCIÓN</b>	04
<b>II</b>	<b>RESEÑA DE LA EMPRESA</b>	06
	2.1 Datos Principales de la Empresa	06
	2.2 Resumen de Actividades de la Empresa	09
	2.3 Política de Calidad de la Empresa	09
<b>III</b>	<b>OBJETIVOS</b>	11
	3.1 Objetivo General	11
	3.2 Objetivos Específicos	11
<b>IV</b>	<b>RESUMEN</b>	12
<b>V</b>	<b>FUNDAMENTOS TEÓRICOS</b>	13
	5.1 Métodos Clásicos	14
	5.2 Métodos Instrumentales	14
	5.2.1 Instrumentos para el Análisis	15
	5.2.2 Componentes de un Instrumento	15
	5.2.3 Selección de un Método Analítico	17
	5.2.4 Parámetros de Calidad a Considerar	17
	5.2.5 Calibración de los Métodos Instrumentales	22
	5.2.6 Errores que Intervienen en la Instrumentación	24
	5.2.7 Etapas del Proceso Analítico	25
	5.2.8 Espectroscopia Atómica	26
	5.2.8.1 Absorción de Radiación	26
	5.2.9 Instrumentos en Espectroscopia Atómica	30
	5.2.9.1 Técnica de Espectroscopia de Absorción Atómica de Flama (EAAF)	32
	5.2.9.2 Fuente de Radiación	33
	5.2.9.3 Lámpara de Cátodo Hueco	34
	5.2.9.4 Lámparas de Descarga sin Electrodo	37
	5.2.9.5 Nebulizador	38
	5.2.9.6 Quemador	40
	5.2.9.7 Flamas	43
	5.2.9.8 Interferencias en Espectroscopia de Absorción Atómica	44

	<b>Pág</b>
<b>VI ACTIVIDADES REALIZADAS EN LA EMPRESA</b>	47
6.1 Actividades Cotidianas	47
6.2 Aportes Realizados en Beneficio de la Empresa	65
<b>VII PROCEDIMIENTO EN LA ELABORACIÓN DE LAS CURVAS DE CALIBRACIÓN</b>	71
<b>VIII EVALUACIÓN Y DISCUSIÓN DE RESULTADO</b>	87
<b>IX CONCLUSIONES</b>	92
<b>X RECOMENDACIONES</b>	94
<b>XI BIBLIOGRAFÍA</b>	96
<b>XII ANEXOS</b>	97

### ÍNDICE DE FIGURAS

FIGURA N° 1	LOGO DE LA EMPRESA ALEX STEWART (ASSAYERS) DEL PERÚ S.R.L	06
FIGURA N° 2	ORGANIGRAMA DEL LABORATORIO DE ALEX STEWART (ASSAYERS) DEL PERÚ S.R.L	08
FIGURA N° 3	MÉTODO ANALÍTICO	13
FIGURA N° 4	COMPONENTES DE UN INSTRUMENTO DIAGRAMA EN BLOQUE	16
FIGURA N° 5	PRECISIÓN Y EXACTITUD	19
FIGURA N° 6	RANGO LINEAL O DINÁMICO	21
FIGURA N° 7	CURVA DE CALIBRACIÓN	23
FIGURA N° 8	MÉTODO DE LAS ADICIONES ESTÁNDAR	24
FIGURA N° 9	FOTÓMETRO DE FLAMA	31
FIGURA N° 10	CÁTODO HUECO	35
FIGURA N° 11	EVENTOS QUE OCURREN EN UNA LÁMPARA DE CÁTODO HUECO	36
FIGURA N° 12	DESCARGA SIN ELECTRODO	38
FIGURA N° 13	TIPOS DE NEBULIZADORES	39
FIGURA N° 14	QUEMADOR DE FLUJO LAMINAR	39
FIGURA N° 15	SECUENCIA DE EVENTOS QUE SE LLEVAN A CABO EN UN QUEMADOR	42
FIGURA N° 16	PARTES DE UNA FLAMA	44
FIGURA N° 17	CALIBRACIÓN ESPECTROF DE ABSORCIÓN ATÓMICA (PINACCLE 900)	60
FIGURA N° 18	ESPECTROFOTÓMETRO DE ABSORCIÓN ATÓMICA (PINNACLE 900) PERKIN ELMER	64
FIGURA N° 19	DESCRIPCIÓN DEL EQUIPO DE ABSORCIÓN ATÓMICA PERKIN ELMER	65
FIGURA N° 20	ACTIVACIÓN DEL SOFTWARE	98
FIGURA N° 21	MÓDULOS DE PROGRAMA	99

	<b>Pág.</b>
FIGURA N° 22 OPCIÓN MÉTODOS	100
FIGURA N° 23 OPCIÓN MÓDULOS	101
FIGURA N° 24 INFORMACIÓN DE LA FLAMA	102
FIGURA N° 25 INGRESO DE LAS CONCENTRACIONES DE LOS STANDARES	103
FIGURA N° 26 MÓDULO LÁMPARA	104
FIGURA N° 27 MÓDULO SAMPINFO	105
FIGURA N° 28 CURVA DE CALIBRACIÓN Y COEFICIENTE DE CORRELACIÓN	106
FIGURA N° 29 EXPORTANDO LECTURAS	107
FIGURA N° 30 DATOS A EXPORTAR	108

### **ÍNDICE DE CUADROS**

CUADRO N° 1 REPORTE DE ABSORCIÓN ATÓMICA PARA EL ANTIMONIO (Sb)	72
CUADRO N° 2 PARÁMETROS ESTADÍSTICOS PARA EL ANTIMONIO (Sb)	73
CUADRO N° 3 DATOS PARA LA CALIBRACIÓN DEL ANTIMONIO (Sb)	74
CUADRO N° 4 REPORTE DE ABSORCIÓN ATÓMICA DEL PLOMO (Pb)	77
CUADRO N° 5 PARÁMETROS ESTADÍSTICOS PARA EL PLOMO (Pb)	78
CUADRO N° 6 DATOS PARA CALIBRACIÓN DEL PLOMO (Pb)	79
CUADRO N° 7 REPORTE DE ABSORCIÓN ATÓMICA DEL CADMIO (Cd)	82
CUADRO N° 8 PARÁMETROS ESTADÍSTICOS PARA EL CADMIO (Cd)	83
CUADRO N° 9 DATOS PARA CALIBRACIÓN DEL CADMIO (Cd)	84

### **ÍNDICE DE TABLAS**

TABLA N° 1 TIPOS DE LLAMAS PARA ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN	44
TABLA N° 2 PREPARACIÓN Y FECHA DE VENCIMIENTO DE PATRONES DE CALIBRACIÓN	61
TABLA N° 3 CONTROL DE CONDICIONES INSTRUMENTALES DEL EQUIPO DEL ESPECTROFOTÓMETRO DE ABSORCIÓN ATÓMICA PINNACLER 900	62
TABLA N° 4 DATOS PARA DETERMINAR EL LÍMITE DE DETECCIÓN Y CUANTIFICACIÓN DEL ANTIMONIO (Sb)	75
TABLA N° 5 DATOS PARA DETERMINAR EL LÍMITE DE DETECCIÓN Y CUANTIFICACIÓN DEL PLOMO (Pb)	80
TABLA N° 6 DATOS PARA DETERMINAR EL LÍMITE DE DETECCIÓN Y CUANTIFICACIÓN DEL CADMIO (Cd)	86

### **ÍNDICE DE GRÁFICOS**

GRÁFICO N° 1 CALIBRACIÓN DEL ANTIMONIO (Sb)	74
GRÁFICO N° 2 CALIBRACIÓN DEL PLOMO (Pb)	79
GRÁFICO N° 3 CALIBRACIÓN DEL CADMIO (Cd)	84

## **I. INTRODUCCIÓN**

La industria actual, tanto en su proceso productivo como en el control de calidad, requiere de respuestas rápidas y fiables en las diferentes partes de sus procesos, esto implica la automatización y en el caso específico de los laboratorios de análisis químicos: el análisis químico instrumental.

El campo del análisis químico instrumental ha crecido tanto y de un modo tan diverso, que los tratamientos de las diferentes técnicas instrumentales modernas requieren de una comprensión de sus principios fundamentales en los que se basan los modernos sistemas de medición.

La instrumentación analítica juega un papel importante en la producción y en la evaluación de nuevos productos; en la protección de los consumidores y del medio ambiente. Esta instrumentación proporciona los límites de detección más bajos requeridos para asegurar que se disponga de alimentos, medicinas, agua y aire no contaminados, entre otros. La fabricación de materiales cuya composición debe conocerse con precisión, como las sustancias empleadas en los chips o pastillas de los circuitos integrados, se controla con instrumentos analíticos.

La amplia inspección de cantidades de muestra que se ha hecho posible por la instrumentación automatizada, frecuentemente libera al analista de las tediosas tareas relacionadas – en un principio – con el análisis químico. Entonces el analista puede estar libre para examinar los componentes del sistema analítico, como los métodos de muestreo, el procesamiento de datos

y la evaluación de los resultados. Los laboratorios Alex Stewart (Assayers) del Perú S.R.L cuentan con equipos de última generación y de un personal altamente calificado para cumplir con esta importante misión en el mundo actual.

## II. RESEÑA DE LA EMPRESA

Alex Stewart (Assayers) del Perú S.R.L es una empresa establecida en Lima-Perú, afiliada a la corporación internacional de Alex Stewart (Assayers) de Liverpool, Inglaterra.

Iniciamos nuestras actividades en 1980, desde entonces mantenemos una importante participación del mercado en estos servicios a nivel local e internacional. Tenemos la política de constante adecuación a las nuevas exigencias del control de calidad, avances en la tecnología moderna, actualización de métodos y de equipos.

### FIGURA N° 1

#### LOGO DE LA EMPRESA



Fuente : <http://www.alexstewart.com.pe>

#### 2.1. Datos Principales de la Empresa

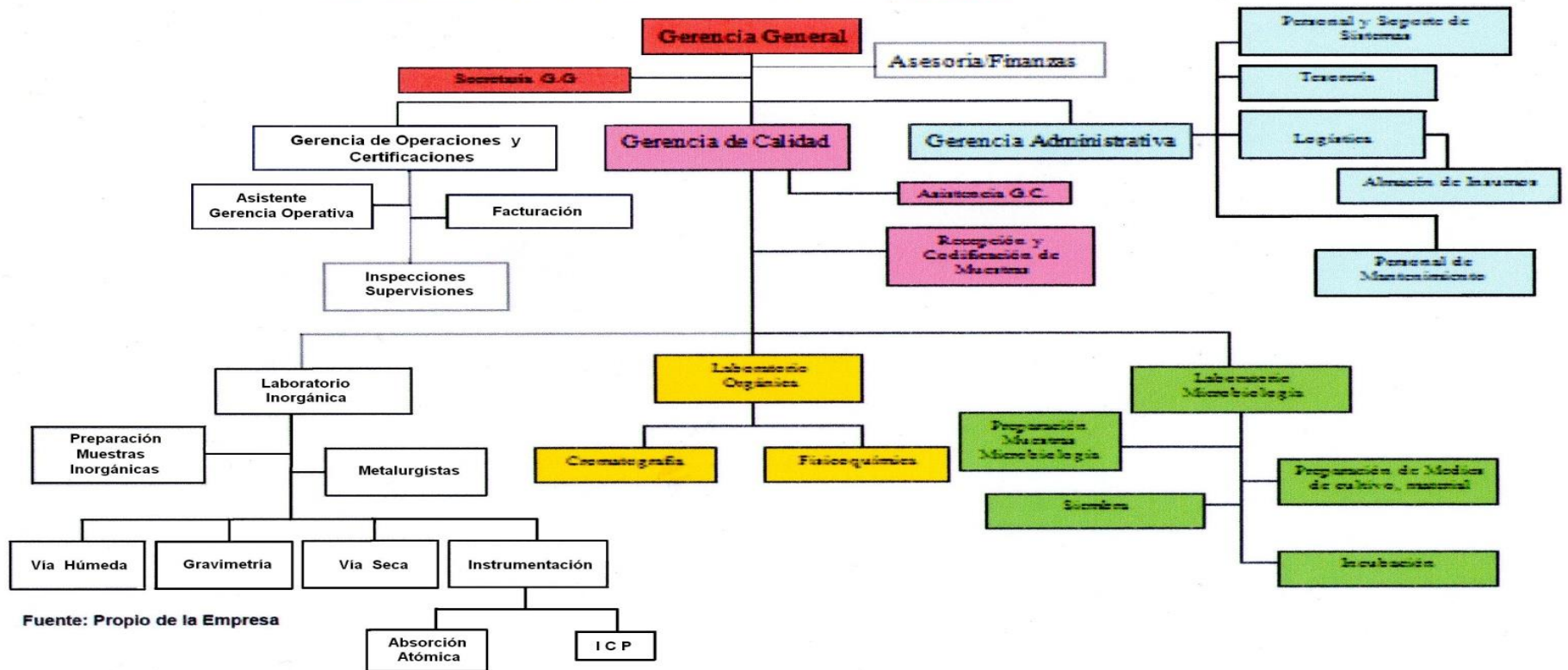
- a) **Razón Social** : ALEX STEWART (ASSAYERS) DEL PERÚ S.R.L.
- b) **Nombre Comercial** : Asa Perú S.R.L.
- c) **Página Web** : <http://www.alexstewartperu.com>



- d) Tipo Empresa** : Sociedad Comercial de Responsabilidad Limitada
- e) RUC** : 20100355206
- f) Fecha Inicio Actividades** : 22 / Mayo / 1981
- g) Actividad Comercial** : Ensayos y Análisis Técnicos
- h) CIU** : 74220
- i) Dirección Legal** : Calle los Negocios N° 420 (420 – B, 422, altura Cuadra 39 República de Panamá)
- j) Distrito / Ciudad** : Surquillo
- k) Departamento** : Lima, Perú
- l) Perfil de Alex Stewart (Assayers) del Perú S.R.L. | Asa Perú S.R.L. :**
- 1) Afiliada a la Cámara de Comercio de Lima
  - 2) Empadronada en el Registro Nacional de Proveedores
- m) Representantes Legales de Alex Stewart del Perú:**
- 1) **Gerente General**  
Paredes Flores Eustaquio
  - 2) **Gerente de Calidad**  
Paredes Contreras Gonzalo
  - 3) **Gerente de Operaciones y Procesos**  
Arca Barrientos Luis Armando

**FIGURA N° 2**  
**ORGANIGRAMA DEL LABORATORIO DE ALEX STEWART (ASSAYERS) DEL PERÚ S.R.L.**

**Organigrama del Laboratorio de Alex Stewart (Assayers) del Perú S. R. L**



## **2.2. Resumen de actividades de la empresa**

Alex Stewart (Assayers) del Perú S.R.L. provee un amplio rango de servicios de análisis en alimentos y bebidas, productos hidrobiológicos, medio ambiente, minerales y metales; inspecciones en el sector minero-metalúrgico, pesca – agro, supervisión y control de calidad.

Particularmente en lo referente minerales y metales, tenemos los análisis químicos, empleando los siguientes métodos:

- 1) Vía Clásica.-** Vía seca (Fire Assay), volumetría, gravimetría, electroanálisis.
- 2) Vía Instrumental.-** Espectrofotometría de absorción atómica, FIAS (Horno Grafito), fotolorimetría, potenciometría, microscopía, cromatografía líquida, gaseosa, electrogravimetría, ICP/OES, Ion selectivo.

## **2.3. Política de Calidad de la Empresa**

Alex Stewart (Assayers) del Perú, asume el compromiso de ofrecer servicios de ensayo con un nivel de calidad que satisfaga las necesidades del cliente y de acuerdo a su capacidad técnica y operativa, para lo cual considera esencial el cumplimiento de los requisitos exigidos por la NTP/ISO 17025, las buenas prácticas de laboratorio y el establecimiento de objetivos de calidad.

Alex Stewart (Assayers) del Perú se compromete a mantener un alto nivel tecnológico con una permanente actualización de sus equipos y el uso de métodos de ensayos normalizados o de organismos reconocidos.

Alex Stewart (Assayers) del Perú se compromete a fomentar el desarrollo de su personal con una constante capacitación que permita la mejora continua de los servicios y garantice resultados confiables.

Todo el personal de Alex Stewart (Assayers) del Perú, está comprometido en la mejora continua de sus procesos, realizando sus tareas en forma correcta desde un principio y aplicando las políticas y procedimientos del sistema de calidad.

Es política de Alex Stewart (Assayers) del Perú, mantener la confidencialidad de la información de sus clientes, evitando divulgar aspectos relacionados a sus actividades sin su consentimiento.

### **III. OBJETIVOS**

#### **3.1 Objetivo general**

Dar a conocer las principales actividades que se realizan en los laboratorios de análisis químico Alex Stewart (Assayer) del Perú S.R.L correspondiente al área de absorción atómica, con el propósito de que el presente informe transmita técnicas y procedimientos que puedan ser de utilidad para alumnos y docentes.

#### **3.2 Objetivos específicos**

- 1)** Preparación de los estándares de calibración y patrones que nos permitan elaborar la curva de calibración para 28 analitos que se leen en el laboratorio de absorción atómica
- 2)** Análisis de muestras minerales, oro, plata (por fundición) y contaminantes de chatarra tomando en cuenta precisión y exactitud en la emisión de resultados
- 3)** Manejo del espectrofotómetro de absorción atómica (pinnacle 900 Perkin Elmer), considerando las instrucciones operativas para su adecuado manejo
- 4)** Análisis exploratorio con fines de ampliación de los servicios de la empresa (caso: determinación de Pb, Cd, Sb, en broches de ropa de niños)

#### **IV. RESUMEN DE ACTIVIDADES DE LA EMPRESA**

El presente Informe Profesional describe el trabajo ejecutado en los Laboratorios Alex Stewart (Assayers) del Perú S.R.L. (área de absorción atómica) en calidad de analista.

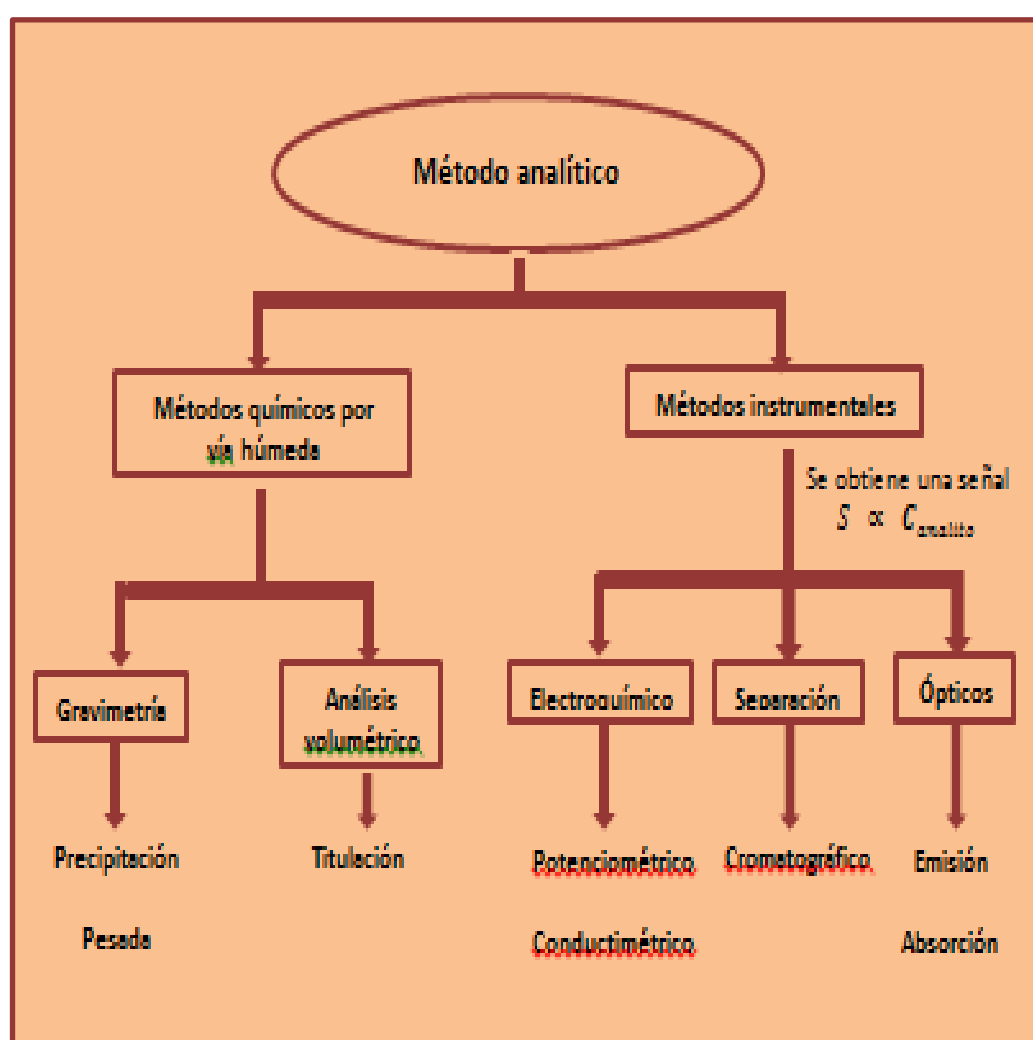
Comprende los fundamentos teóricos en el análisis instrumental, descripción de cada una de las actividades realizadas en forma diaria, como son la preparación de los estándares ,preparación de patrones, análisis de diferentes muestras que ingresan a nuestro laboratorio como muestras geoquímicas muestras de oro, plata contaminantes en chatarras, entre otros; así como el manejo del espectrofotómetro de absorción atómica ( Pinnacle 900 de Perkin Elmer), todo esto en estricto cumplimiento de la norma. 17025:2005, que rige para los laboratorios de ensayo acreditados cuya finalidad es satisfacer las necesidades del cliente en la entrega de resultados exactos y precisos que reflejan el compromiso de brindar un servicio de calidad.

También se realizan actividades de investigación como parte del desarrollo personal y profesional, producto de estas actividades es el aporte propio el estudio exploratorio con el propósito de ampliar los servicios de la empresa en el control de calidad de broches en prendas de vestir para exportación.

## V. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

Los métodos empleados en los análisis químicos pueden ser clasificados según el diagrama adjunto:

FIGURA Nº 3  
MÉTODO ANALÍTICO



Fuente : <http://www.monografias.com/trabajos102/analisis-instrumental/analisis-instrumental.shtml>

## **5.1 Métodos Clásicos**

Es la separación de los componentes de interés de una muestra (analitos) mediante:

- a)** Precipitación
- b)** Extracción
- c)** Destilación
- d)** Análisis cualitativos
- e)** La cantidad de analito se determina mediante medidas gravimétricas o volumétricas.<sup>1</sup>

## **5.2 Métodos Instrumentales**

La instrumentación definitivamente proporciona alta precisión y límites de detección más bajos que las técnicas clásicas.

Presentan las siguientes características :

- a)** Métodos modernos que separan, identifica y cuantifican diferentes especies químicas (orgánicas, inorgánicas, bioquímicas, etc.)
- b)** Se basan en fenómenos físicos – químicos conocidos.
- c)** Su aplicación ha ido en paralelo al desarrollo de la electrónica<sup>1</sup>
- d)** Para el análisis cualitativo o cuantitativo se miden las propiedades de los analitos. Se hace uso de señales analíticas, como: absorción o emisión de luz, conductividad o potencial de electrodo, dispersión, rotación, refracción, difracción.

---

<sup>1</sup> <http://www.monografias.com/trabajos102/analisis-instrumental/analisis-instrumental.shtml>



### **5.2.1 Instrumentos para el análisis**

El instrumento es un dispositivo de comunicación entre el sistema de estudio y el investigador, debe convertir las señales sean químicas o físicas, almacenadas en el analito, en información que puede ser manipulada e interpretada por ser humano.

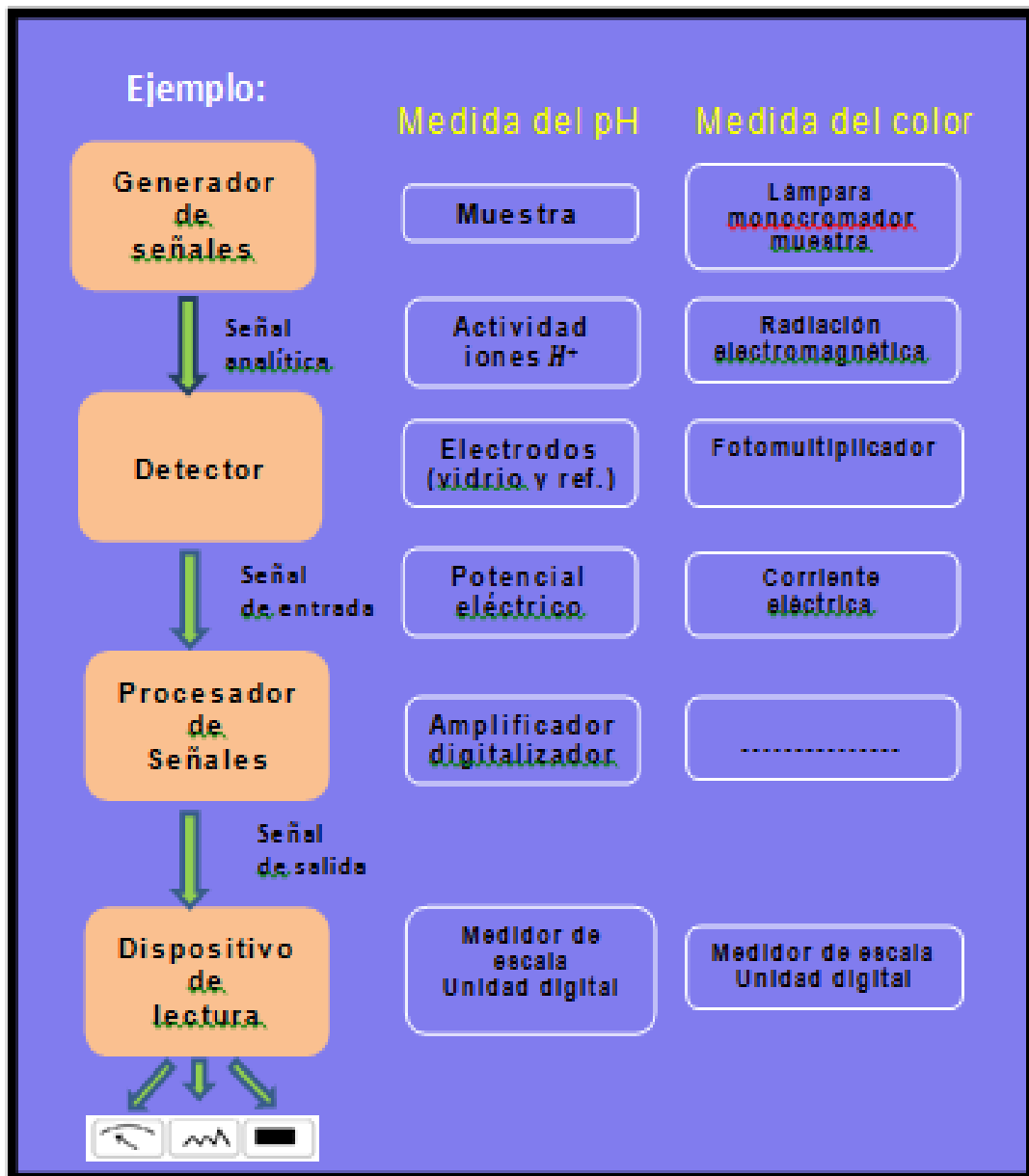
Para obtener la información requerida, el analito **se estimula** con energía electromagnética, eléctrica, mecánica o nuclear.

### **5.2.2 Componentes de un instrumento**

- a) Generador de señales
- b) Transductor de entrada o detector
- c) Procesador de señales
- d) Transductor de salida o dispositivo de lectura

FIGURA Nº 4

COMPONENTES DE UN INSTRUMENTO DE DIAGRAMA DE BLOQUES



Fuente : <http://www.monografias.com/trabajos102/analisis-instrumental/analisis-instrumental.shtml>

### 5.2.3 Selección de un método analítico

Para la elección de un determinado método, se debe considerar :

- a) Cantidad de muestras a analizarse
- b) Cantidad de muestra que se dispone
- c) Componentes de la muestra que podrían interferir

### 5.2.4 Parámetros de calidad a Considerar

- a) **Precisión.**- Se entiende como el grado de concordancia entre los datos que se obtienen de una misma forma. Mide el error aleatorio o indeterminado de un análisis. Ejemplo las vibraciones, cambios de temperatura, etc.

Los parámetros de calidad para la precisión son desviación estándar media, absoluta, relativa, coeficiente de variación y varian

$$\text{Desviación estándar absoluta } S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}{N - 1}}$$

$$\text{Desviación estandar relativa } RSD = \frac{S}{\bar{x}}$$

$$\text{Desviación estandar de la media } S_m = \frac{S}{\sqrt{N}}$$

$$\text{Coeficiente de variación } CV = \frac{S}{\bar{x}} (100\%)$$

$$\text{Varianza } S^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}{N - 1}$$

Donde :

$x_i$  : Valor numérico de la iésima medida

$\bar{x}$  : Media de N medias

- b) Repetitividad.-** Precisión determinada cuando las mediciones se realizan en condiciones repetibles, es decir: el mismo método, mismo material, mismo operador, mismo laboratorio; período de tiempo limitado.
- c) Reproducibilidad.-** Precisión determinada cuando las mediciones se realizan en condiciones reproducibles, es decir: el mismo método; diferentes operadores; diferentes laboratorios, diferentes equipos y un largo período de tiempo
- 1) Exactitud.-** Término que expresa la cercanía entre el valor aceptado (sea un valor convencional verdadero o sea un valor referencial aceptado) y el valor promedio encontrado

$$\%E = \left( \frac{x_t - x_m}{x_t} \right)$$

Donde :

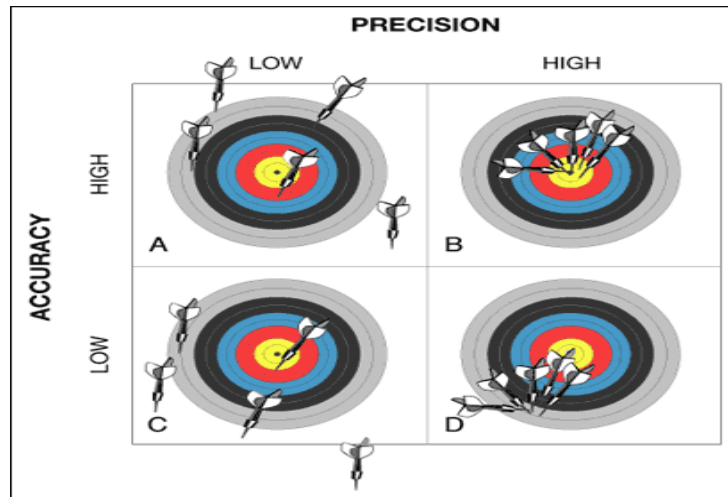
$x_t$  : Valor convencionalmente verdadero

$x_t$  : Valor medido

La exactitud se determina analizando estándares de referencia.

Ejemplo: mala calibración, equipo dañado (causas definidas)

**FIGURA Nº 5**  
**PRECISIÓN Y EXACTITUD**



**Fuente :** <http://starasp.uit.yorku.ca/psycho/en/postscript.asp>

- d) Sensibilidad.-** Capacidad de un método o instrumento de diferenciar pequeñas diferencias en la concentración de los analitos.

La IUPAC, define la sensibilidad como: La pendiente de la curva de calibración a la concentración de interés.

Depende de la pendiente de la curva de calibración y reproducibilidad o precisión del sistema de medición.

Para dos métodos con igual precisión, el que presente la mayor pendiente en la curva de calibración será el más sensible.

- e) Sensibilidad de calibración.-** Pendiente de la curva de calibración a la concentración de interés.

$$S = mc + S_{bl}$$

La sensibilidad de calibración tiene el inconveniente de no tomar en cuenta la precisión. Por ello, Mandel y Stiehler proponen la

**Sensibilidad analítica  $\gamma$  :**

$$\gamma = m / S_s$$

Es insensible a los valores de amplificación e independiente a las unidades en que miden S

**f) Límite de detección.-** Concentración o peso mínimo de analito que puede detectarse para un nivel de confianza dado.

Cuando nos aproximamos al límite de detección, la señal analítica se aproxima a la señal del blanco  $S_{bl}$ .

La mínima señal analítica distinguible  $S_m$  se toma como tres veces la desviación estándar del blanco o el 33% de la desviación estándar relativa.<sup>2</sup>

$$S_m = 3 S_{bl}$$

$$S_m = 33 \% S_{rel}$$

**g) Límite de cuantificación.-** Concentración o peso mínimo de analito que puede cuantificarse para un nivel de confianza dado.

---

<sup>2</sup> Revista Boliviana de Química Vol. 24 N° 1-2007

La mínima señal analítica cuantificable  $S_q$  se toma como diez veces la desviación estándar del blanco  $s_{bl}$  como la suma de la señal medida del blanco  $S_{bl}$  o el 10% de la desviación estándar relativa<sup>2</sup>

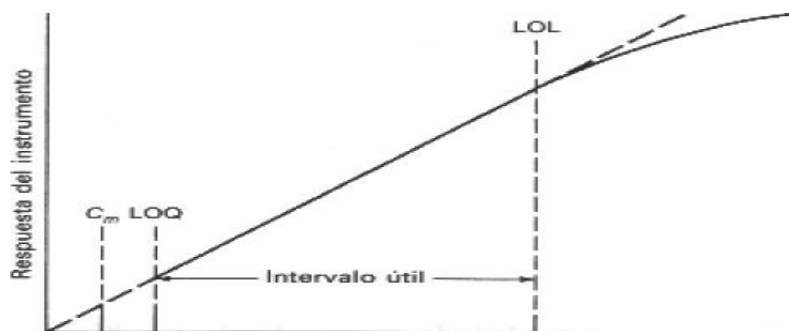
$$S_q = 10 s_{bl}$$

$$S_q = 10 \% S_{relativo}$$

- h) **Linealidad.**- Capacidad del método de producir resultados directamente proporcionales a la concentración del analito en la muestra.

**FIGURA N° 6**

**RANGO LINEAL O DINÁMICO**



**Fuente :** [www.uhu.es/tamara.garcia/quiml/apuntes/TEMA%201.pdf](http://www.uhu.es/tamara.garcia/quiml/apuntes/TEMA%201.pdf)

Donde :

- LOD** : Límite de detección
- LOQ** : Límite de cuantificación
- LOL** : Límite de respuesta lineal o rango lineal.

- i) **Robustez.**- Capacidad del método para no ser afectado por pequeños cambios deliberados en sus parámetros y provee una indicación de su confiabilidad durante su uso normal.
- j) **Selectividad.**- Grado de ausencia de interferencias debidas a otras especies contenidas en la matriz de la muestra.

El coeficiente de selectividad  $k$  de B con respecto a se define como:

$$k_{B,A} = m_A / m_B$$

Da la respuesta relativa del método para la especie B cuando se compara con A

Los coeficientes de selectividad pueden variar desde 0 = (no hay interferencia) hasta valores superiores a uno.

#### 5.2.5 Calibración de los métodos instrumentales

ISO (International Estándar Office), define la calibración como: el conjunto de operaciones que permiten establecer en determinadas condiciones experimentales, la relación existente entre los valores indicados por el instrumento con los valores obtenidos con la medida de un valor conocido.

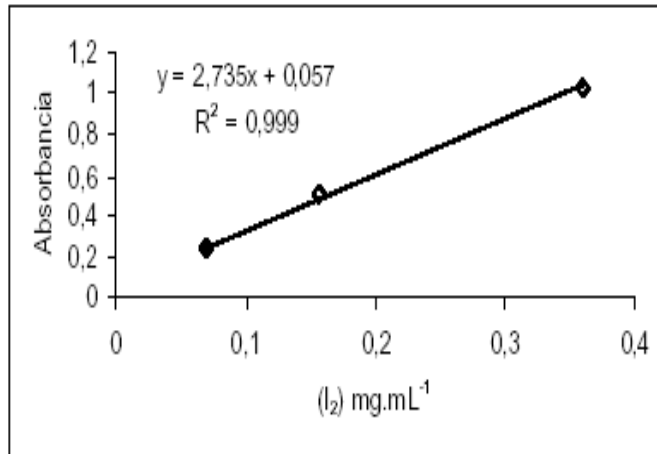
- a) **Curva de Calibración.**- Se utilizan estándares de concentraciones conocidas del analito de interés.

Se requiere un blanco que contenga los componentes de la muestra original excepto el analito.

Se obtiene una gráfica (recta) de respuesta del Instrumento vs concentración del analito por método de mínimos cuadrados



**FIGURA N° 7**  
**CURVA DE CALIBRACIÓN**



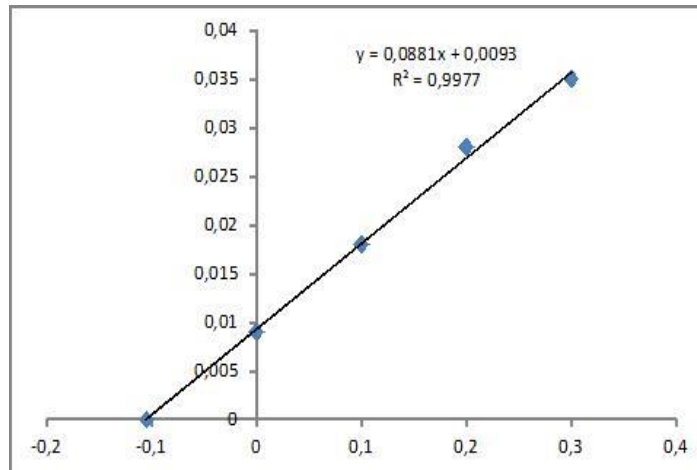
**Fuente :** [http://uaeh.edu.mx/docencia/P\\_Presentaciones/icbi/.../QuimicaAnaliticaV.pdf](http://uaeh.edu.mx/docencia/P_Presentaciones/icbi/.../QuimicaAnaliticaV.pdf) A Castañeda Ovando - 2011h

**b) Método de las adiciones estándar.**- Se utiliza en muestras complejas donde los efectos de matriz son importantes, Implica añadir uno o más incrementos de una solución estándar a una alícuota de muestra.

El valor del volumen en la intersección de la línea recta con el eje – x es el volumen del reactivo estándar equivalente a la cantidad de analito en la muestra.

**FIGURA N° 8**

**MÉTODO DE LAS ADICIONES ESTÁNDAR**



**Fuente :** [worlderlenmeyer.blogspot.com/2012/10/metodo-de-adiciones-estandar-y.htm](http://worlderlenmeyer.blogspot.com/2012/10/metodo-de-adiciones-estandar-y.htm)

- c) **Método del estándar interno.**- Se adiciona a todas las muestras en una cantidad constante.

La calibración representa la razón entre la señal del analito y la del estándar interno como una función de la concentración del analito.

El estándar Interno compensa distintos tipos de errores indeterminados y sistemáticos.

Si el estándar interno y analito responde proporcionalmente a los errores instrumentales y fluctuaciones del método, la razón entre las señales es independiente de las fluctuaciones

### 5.2.6 Errores que Intervienen en la Instrumentación

- a) **Error sistemático o determinado:** Cualquier error por el que una medición o resultado es siempre demasiado alto o demasiado bajo,

puede ser: instrumental personales y del método por ello hay que calibrar los equipos periódicamente.

- b) **Error aleatorio** : Cualquier error que no se puede controlar durante la medición, sus efectos no pueden ser corregidos totalmente, y en ocasiones que las medidas oscilen alrededor de una media

### **5.2.7 Etapas del proceso analítico**

- a) **Toma y pre tratamiento de muestra:** En la etapa de muestreo se persigue la obtención de una muestra representativa que reproduzca fielmente la composición del material objeto de análisis por ello es importante el diseño de muestreo que proporciona la denominada muestra bruta, que, tras su homogenización y reducción, constituye la muestra de laboratorio y por tanto la porción de muestra que debe ser remitida al laboratorio para ser sometida al resto de las etapas del proceso analítico.

Para el pre tratamiento de muestra tenemos que tener en cuenta tanto la naturaleza de la muestra como también el analito, en el caso de muestras solidas se extraen los componentes a determinar, mediante lixiviación utilizando disolventes con ayuda de agitación mecánica o presurización; en caso de muestras gaseosas, se aplica una desorción mediante tratamiento térmico o con disolventes.

En el caso de muestras líquidas las técnicas de extracción utilizada pueden ser: por evaporación, ebullición. Precipitación, congelación, etc.

- b) **Almacenamiento y preparación de muestra** : Se almacenan las

muestras en envases adecuados si es líquido, si es sólido en sobres, debidamente rotulados que cumplan con las condiciones adecuadas (temperatura, humedad)

La preparación debe ser sin pérdida de analito, eliminar interferentes de la matriz entre los tratamientos tenemos: digestión con ácidos, descomposición térmica con fundentes, mineralización (incineración de cenizas), entre otros.

### **5.2.8 Espectroscopia atómica**

En general el término espectroscopia implica, observación y estudio del espectro de una determinada especie, sea molécula, ion o un átomo, cuando estas especies son excitadas por una determinada fuente de energía, apropiada para el caso.

Los métodos analíticos instrumentales se basan en espectroscopias atómicas y moleculares. Los métodos espectroscópicos hacen referencia a la medida de la intensidad de radiación, mediante un detector fotoeléctrico.

La radiación más conocida es la de la energía electromagnética y dentro de esta, se encuentran la luz y el calor radiante.

#### **5.2.8.1 Absorción de radiación**

Cuando una radiación electromagnética atraviesa una capa, sea de un sólido, un líquido o un gas, ciertas frecuencias de esta energía, pueden eliminarse selectivamente por *absorción* esta diferencia de energía se transfiere a los átomos, iones o moléculas que componen la muestra, provocando que estas pasen de su estado normal o estado fundamental a

uno o más estados excitados de energía superior.

Sabemos por la teoría cuántica que los átomos molécula o iones, presentan un número definido de niveles de energía; de modo que para que se produzca la absorción de la radiación, es necesario que la energía de los fotones excitadores deba *coincidir exactamente* con la diferencia de energía entre el estado fundamental y uno de los estados excitados de las especies absorbentes. Como estas diferencias de energías son características para cada especie, entonces el estudio de las frecuencias de radiación absorbidas proporciona un medio para identificar los componentes de una determinada muestra<sup>3</sup>.

La transmitancia (T) del medio, es la fracción de radiación incidente transmitida por el medio :

$$T = \frac{P}{P_0} \quad \%T = \frac{P}{P_0} \times 100 \quad (1)$$

Aquí  $P$  representa la intensidad de la luz emergente del material.

También :

$$P = P_0 e^{-kb} \quad (2)$$

Donde :

**K** : Es característica del material, llamado coeficiente de absorción, refiriéndose a la luz de una longitud de onda determinada.

La longitud de la luz absorbida será:

---

<sup>3</sup> SKOOG D. et. al. "Principios de Análisis Instrumental. 2000"

$$P_{\text{absorbida}} = P_{\text{incidente}} - P_{\text{emergente}} \quad (3)$$

La ecuación (2) se puede escribir en función de logaritmos decimales:

$$P = P_o 10^{-\varepsilon \cdot b} \quad (4)$$

Donde:

$\varepsilon$  : Es llamado coeficiente de extinción

Comparando las ecuaciones (2) y (4):

$$k = 2,3 \varepsilon \quad (5)$$

Relacionando las ecuaciones (1) y (2):

$$\frac{P}{P_o} = T = e^{-kb} \quad (6)$$

$$\frac{P}{P_o} = T = 10^{-\varepsilon \cdot b} \quad (7)$$

Tomando logaritmo a la ecuación (7):

$$\log \frac{P}{P_o} = \log T = -\varepsilon b \quad (8)$$

La absorción de la luz depende del número de moléculas presentes en la capa absorbente. Resulta que en sólidos homogéneos y en líquidos puros, el número de moléculas por las que pasa la luz, está definido por el espesor “b” del material absorbente, esta constituye la ley de Lambert.

La ley de Lambert – Beer, es una aplicación de la ley anterior, pero en este caso el absorbente está en una solución distribuida en un solvente transparente. Las fórmulas son similares a las anteriores, pero adicionándoles la concentración “c” del absorbente en la solución. Es decir

tendremos :

$$P = p_0 e^{-kbc} \quad (9)$$

$$P = P_0 10^{-\varepsilon \cdot b} \quad (10)$$

Llevando estas consideraciones a expresiones matemáticas, diremos: un diferencial de disminución de la potencia de la radiación ( $-dP$ ) de una luz de determinada longitud de onda, es proporcional a la potencia de radiación ( $P$ ), la concentración ( $c$ ) del absorbente, a un diferencial de espesor de la celda contenedora de la solución.

$$-dP = k \cdot P \cdot c \cdot dx$$

$$\frac{dP}{P} = -k \cdot c \cdot dx$$

Donde :

**K** : Es una constante de proporcionalidad, llamado coeficiente de absorción, que varía con la longitud de onda de la luz utilizada el solvente y la temperatura.

Integrando :

$$\int_{P_0}^P \frac{dP}{P} = -k \cdot c \int_0^b dx$$

$$\ln \frac{P}{P_0} = -k \cdot b \cdot c$$

$$2,3 \left( -\log \frac{P}{P_0} \right) = k \cdot b \cdot c$$

$$2,3 \log \frac{P_0}{P} = k \cdot b \cdot c$$

a) **Absorbancia (A).**- En espectroscopia se define :

$$A = \log \frac{P_0}{P} = -\log T$$

Haciendo :

$$2,3 A = 2,3 \log \frac{P_0}{P} = k \cdot b \cdot c$$

$$2,3 A = k \cdot b \cdot c$$

$$A = \frac{k}{2,3} b \cdot c$$

Finalmente:  $A = a \cdot b \cdot c$ .

Donde :

**a** : Índice de absorción

**b** : cm

**c** : mol/L

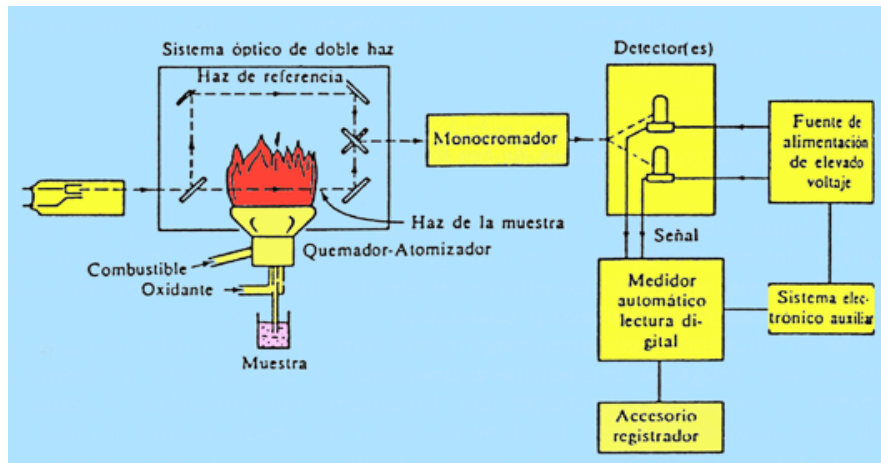
### 5.2.9 Instrumentos en espectroscopia atómica

En esencia el equipo de absorción atómica consta de tres partes: una fuente de radiación, un medio para la obtención de átomos libres y un sistema para medir el grado de absorción de la radiación



**FIGURA N° 9**

**FOTÓMETRO DE FLAMA**



**Fuente :** [www2.uned.es/cristamine/mineral/metodos/abs\\_at.htm](http://www2.uned.es/cristamine/mineral/metodos/abs_at.htm)

Un instrumento de absorción atómica acoplado a un horno de grafito y a un generador de hidruros, logra alcanzar límites de detección de hasta ppb haciéndolo indispensable en análisis medio ambientales, alimentos, aguas residuales, clínicos, etc.

- a) **Fuente de radiación.**- Que emita un haz de radiación específica, que corresponda a la necesaria para efectuar una transición de energía en los átomos del elemento analizado.
- b) **Nebulizador.**- Cuya función es aspirar una muestra líquida y forme pequeñas gotas para una atomización más eficiente.
- c) **Quemador.**- En el cual por efecto de la temperatura alcanzada en la combustión misma y por la reacción de combustión, se favorezca la formación de átomos a partir de los componentes en solución.

- d) **Sistema óptico.**- Que permita enfocar la longitud de onda de interés entre todas las demás radiaciones presentes en el sistema.
- e) **Detector o transductor.**- Que transforma en relación proporcional las señales de radiación electromagnética en señales eléctricas de intensidad de corriente.
- f) **Amplificador de señales.**- Que amplifique la señal eléctrica producida para ser procesada en sistemas electrónicos.
- g) **Sistema de lectura.**- En la cual la señal de intensidad de corriente, sea convertida en una señal que el operario pueda interpretar, como por ejemplo absorbancia o transmitancia.

#### **5.2.9.1 Técnica de espectroscopia de absorción atómica de flama (EAAF)**

En forma concisa la técnica de EAAF es la siguiente:

- a) Aspiración de la muestra líquida, a través de un tubo capilar y conducido a un nebulizador donde se desintegra y forma un rocío pequeñas gotas de líquido.
- b) Las gotas formadas son conducidas a una flama donde se originan la formación de átomos. Estos átomos absorben cualitativamente la radiación emitida por la lámpara. La cantidad de radiación absorbida está en función de su concentración.
- c) La señal de la lámpara una vez que pasa por la flama, llega a un monocromador, cuya finalidad es discriminar todas las señales que acompañan a la línea de interés.

- d) Esta señal de radiación electromagnética llega a un detector o transductor.
- e) Luego pasa a un amplificador; y por último a un sistema de lectura.

#### **5.2.9.2 Fuente de radiación**

Sabemos que una fuente de radiación debe generar un haz de radiación con suficiente potencia que emita una línea específica para efectuar una transición en los átomos del elemento analizado. Además debe ser estable durante periodos de tiempo razonable; por esta razón a menudo se necesita una fuente de potencia regulada.

De otro lado el problema de la estabilidad de la fuente se soluciona con diseños de doble haz en los que la relación de la señal de la muestra con relación a la señal de la fuente en ausencia de la muestra sirve como parámetro analítico. En estos diseños la intensidad de los dos haces se mide casi simultáneamente, de tal manera que el efecto de las fluctuaciones de la señal de salida de la fuente se anula en gran parte.

Por lo tanto los métodos analíticos son muy específicos, ya que las líneas de absorción atómicas son notablemente estrechas, del orden de 0,002 a 0,005 nm y las energías de transición electrónicas son únicas para cada elemento.

Las fuentes de radiación pueden ser de dos tipos:

- a) **Fuentes de radiación continuas.**- Se utilizan en espectroscopia de absorción y de fluorescencia- Para UV la fuente más común es la

lámpara de deuterio. Para la región del espectro visible se utiliza la lámpara de filamento de wolframio.

- b) Fuentes de radiación en líneas.**- Son fuentes que emiten pocas líneas discretas, son utilizadas en espectroscopia de absorción atómica, en espectroscopia de fluorescencia atómica y molecular y espectroscopia Raman. Las lámparas de cátodo hueco y las lámparas de descarga sin electrodos son fuentes de líneas más importantes para los métodos de absorción atómica y de fluorescencia.

### **5.2.9.3 Lámparas de cátodo hueco**

Este tipo de fuente es el más común para la absorción atómica. La lámpara de cátodo hueco (LCH o HCI = Hollow Cathode Lam) consiste de un cilindro de vidrio sellado al vacío y con un gas inerte en su interior. Dentro de este cilindro se encuentran dos filamentos; uno de ellos es el cátodo y el otro ánodo.

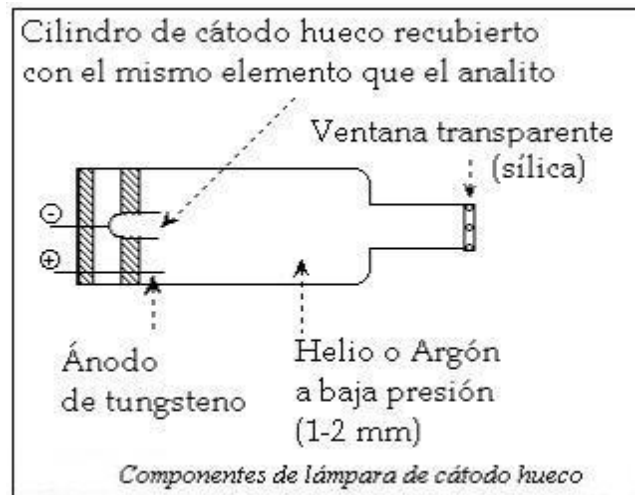
El ánodo es generalmente un alambre grueso de níquel o wolframio y un cátodo cilíndrico cerrados herméticamente en un tubo de vidrio lleno con neón o argón a una presión de 1 a 5 torr.

El cátodo está construido con el metal cuyo espectro se desea obtener, o bien, sirve de soporte para una capa de dicho metal.<sup>4</sup>

---

<sup>4</sup> [fcq.uach.mx/index.php/docencia/columna-2/material.../15-analisis-instrumental?](http://fcq.uach.mx/index.php/docencia/columna-2/material.../15-analisis-instrumental?)

**FIGURA N° 10**  
**CÁTODO HUECO**



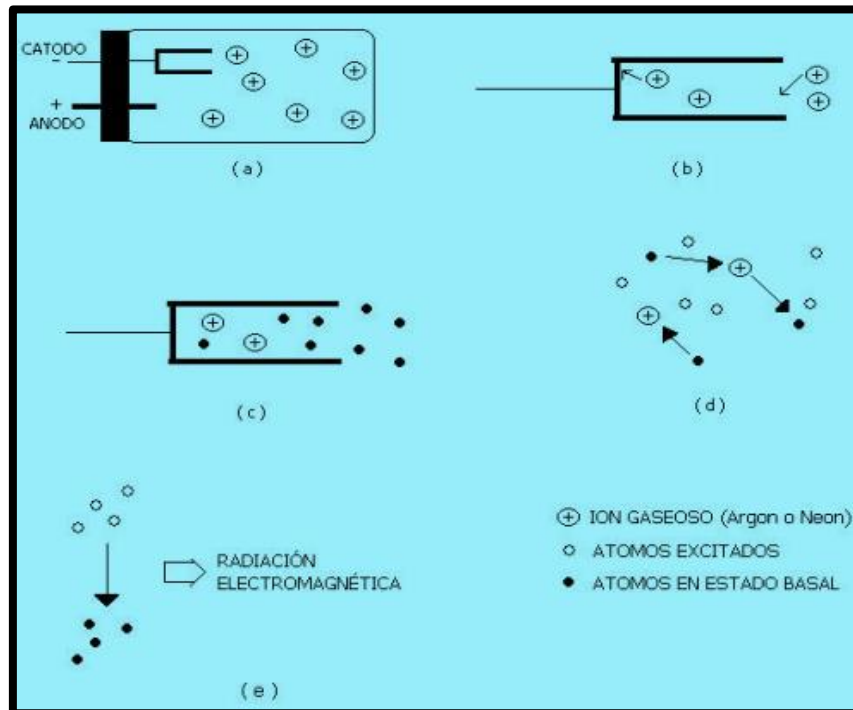
**Fuente :** [https://www.zaragoza.unam.mx/portal/wp-content/.../qfb/.../tesis\\_cortes\\_cervantes.pdf](https://www.zaragoza.unam.mx/portal/wp-content/.../qfb/.../tesis_cortes_cervantes.pdf)

El cátodo es el terminal negativo y el ánodo es el positivo, cuando se aplica una diferencia de potencial entre los terminales ocurre una serie de eventos que se esquematizan y son descritos a continuación

- a) Se aplica un voltaje del orden de 300 V entre los electrodos produciéndose una descarga eléctrica, dando lugar a una corriente eléctrica de aproximadamente de 5 a 10 mA. Si la geometría del cátodo es un cilindro hueco, bajo circunstancias apropiadas la mayor parte de la descarga ocurre dentro del cátodo.
- b) Estas descargas eléctricas implican mayor energía cinética favoreciéndose la ionización de las moléculas del gas inertes. Estas especies ionizadas requieren cargas positivas, por lo cual son atraídas hacia el cátodo.

FIGURA N° 11

EVENTOS QUE OCURREN EN UNA LÁMPARA DE CÁTODO HUECO



Fuente : [http://www.ancap.com.uy/docs\\_concursos/ARCAHIVOS/2%20LLAMADOS%20FINALIZADOS/2011/REF%2022\\_2011%20TECNICO%20LABORATORIO%20LUBRICANTES/MATERIAL%20DE%20ESTUDIO/E SPECTROMETRIA.PDF](http://www.ancap.com.uy/docs_concursos/ARCAHIVOS/2%20LLAMADOS%20FINALIZADOS/2011/REF%2022_2011%20TECNICO%20LABORATORIO%20LUBRICANTES/MATERIAL%20DE%20ESTUDIO/E SPECTROMETRIA.PDF)

- c) Al chocar los iones del gas inerte (argón en este caso) con las paredes del cátodo, son desprendidos átomos del metal del que está constituido el cátodo o depositado sobre la superficie del mismo.
- d) Una vez que se han desprendido los átomos del cátodo, estos son excitados por choques moleculares contra los átomos o iones del Argón.

- e) Los átomos excitados no pueden permanecer indefinidamente en un estado de energía superior; por tanto procede la emisión electromagnética.

Es a través de una serie de estos procesos que se obtiene un haz de radiación concentrado, esta afirmación es considerando que casi la totalidad de los eventos de emisión electromagnética ocurren dentro del cátodo hueco de la lámpara. Además, el resultado final es la obtención de un espectro característico del elemento del cual está hecho el cátodo de la lámpara.

#### **5.2.9.4 Lámparas de Descarga sin Electrodo**

Las fuentes de radiación de este tipo tienen la misma finalidad que la lámpara de cátodo hueco, se diferencia en la forma de excitación de los átomos emisores de la radiación. La lámpara no contiene electrodos, para su activación se utiliza un intenso campo de radiofrecuencia (radiación de microondas). Se producen intensidades radiantes superiores a las producidas por las lámparas de cátodo hueco.

En las EDL, una pequeña cantidad del elemento o sal del mismo, se encuentra sellada en el interior de un bulbo de cuarzo colocado dentro de un cilindro cerámico que se encuentra acoplado a un generador de radiofrecuencia, el cual hará que los átomos se vaporicen y exciten en el interior del bulbo de cuarzo emitiendo su espectro característico formándose de esta manera el haz de radiación del elemento específico a determinar.

En el comercio se encuentran lámparas sin electrodos para 15 o más elementos que utilizan una radiofrecuencia de unos 27 MHz

## FIGURA N° 12

### DESCARGA SIN ELECTRODO (EDL)



**Fuente :** [Slideplayer.es/slide/11117652](http://Slideplayer.es/slide/11117652)

#### 5.2.9.5 Nebulizador

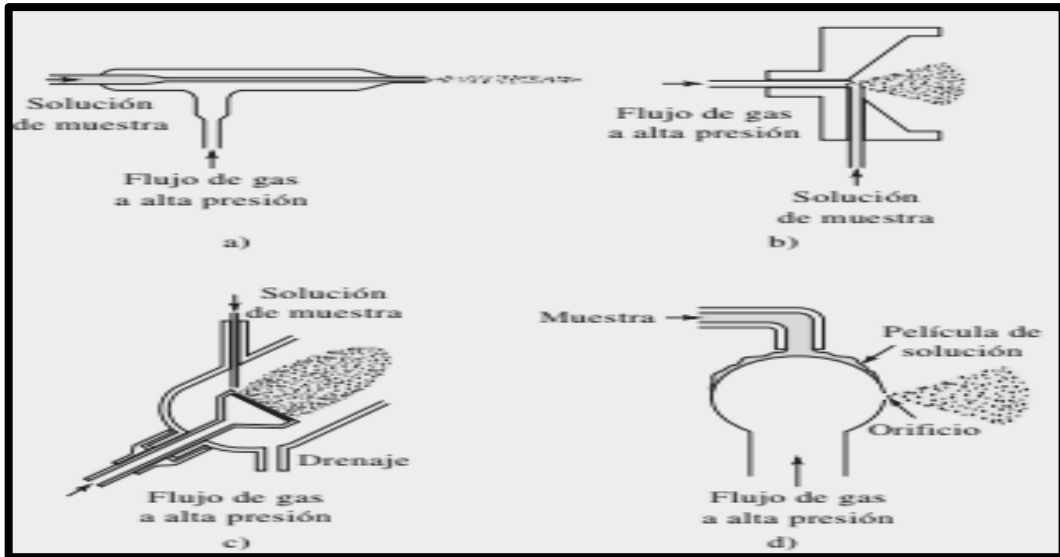
Las muestras (disoluciones o suspensiones) generalmente se disuelven en medios acuosos, se introducen en el atomizador por medio de un nebulizador neumático o ultrasónico; la muestra se convierte en una niebla, (constituidas por pequeñas gotitas finamente divididas: aerosol) por medio de un chorro de gas comprimido.

El quemador de premezclado, en la **Figura N° 13 (Ver pag. 39)** se presenta la siguiente secuencia: primero la muestra líquida, debe ser conducida al quemador haciéndose uso del efecto Venturi. Este efecto se produce cuando el oxidante, caso del aire, se introduce a través de un tubo diseñado de tal manera que se genera un vacío lo cual produce la succión de la muestra líquida a través del tubo capilar.



FIGURA N° 13

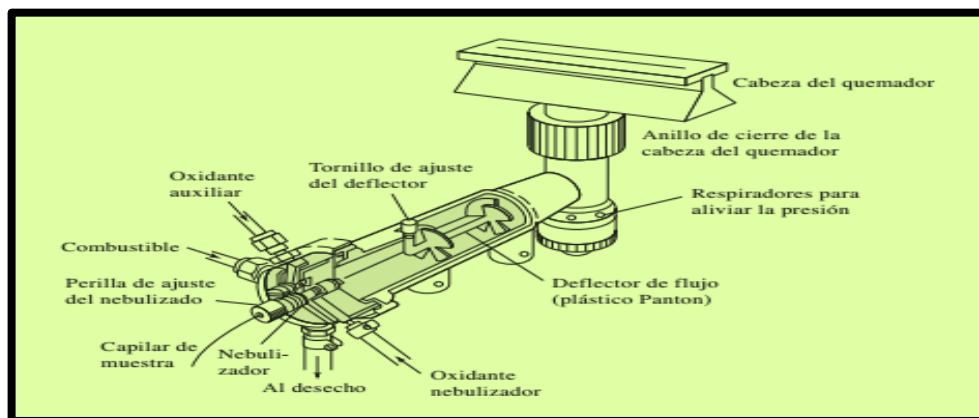
TIPOS DE NEBULIZADORES



Fuente: <http://eva.sepyc.gob.mx:8383/greenstone3/sites/localsite/collect/ciencia1/index/assoc/HASH4538.dir/23010001.pdf>

FIGURA N° 14

QUEMADOR DE FLUJO LAMINAR  
(Cortesía de Perkin – Elmer Corporation Norwalk, CT.)



Fuente: [www.ancap.com](http://www.ancap.com)

El mismo fenómeno Venturi induce a la formación de gotas de rocío cuando impacta sobre un sólido de diseño y geometría adecuada.

El combustible, generalmente acetileno se introduce a la cámara del nebulizador por un conducto adicional.

Combustible adicional ingresa a la cámara del nebulizador mediante un conducto adicional, buscando una combustión adecuada, resultando que el quemador lleva la mezcla oxidante-combustible (aire-acetileno) con gotas de rocío de muestra.

También existe otra línea que hace tubo de drenaje con la finalidad de desechar las gotas grandes (mayores de 10 mm) constituyendo estas, cerca del 90%, si tenemos en cuenta que el tiempo de residencia de las gotas de muestra, expuestas a la temperatura más alta del quemador es de milésimas de segundo, muchas de estas no llegan a formar átomos, originando falsas absorbancias.

De aquí tenemos la importancia del nebulizador para la reproductividad y sensibilidad de la técnica.

#### **5.2.9.6 Quemador**

Las gotas que llegan al quemador, sufren los siguientes procesos :

- a)** El solvente que inicialmente se encontraban como iones ( $\pm$ ) es vaporizado formando cristales de sales metálicas.
- b)** Estando formadas las sales, y por el efecto de la alta temperatura, los elementos que forman las sales, se reducen al estado metálico.

- c) Por el mismo efecto de la alta temperatura, el metal pasa al estado líquido, finalmente a un vapor atómico, que es capaz de absorber radiación de longitudes de onda bien definidas.
- d) Pero, si la temperatura fuese más alta de la requerida y/o el elemento metálico tiene bajo potencial de ionización, entonces parte de los
- e) átomos del elemento perderán uno o más de sus electrones produciéndose una ionización parcial. Esto definitivamente no es conveniente ya que la ionización es una interferencia en espectroscopia de absorción atómica (EAA)

Existen dos tipos de arreglos en nebulizador/quemador:

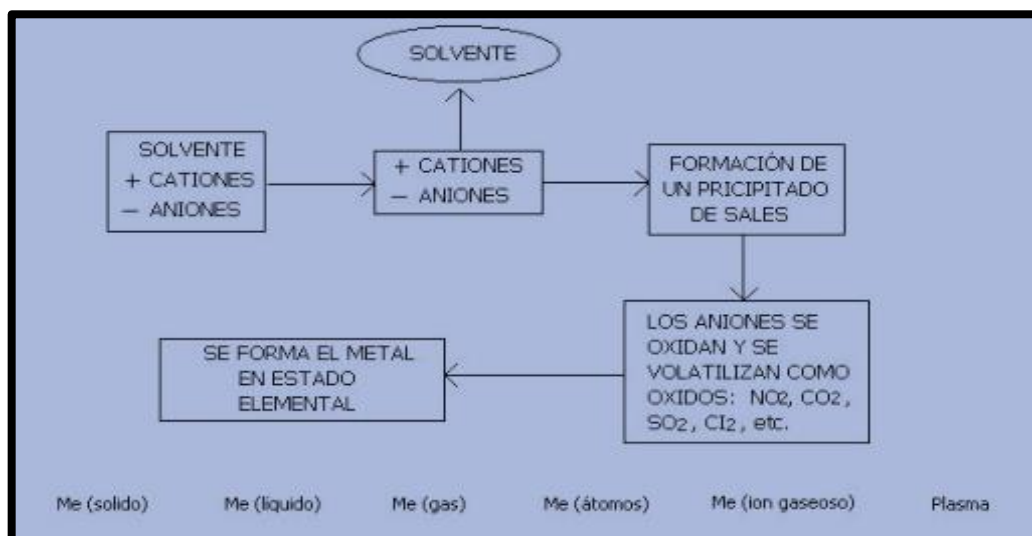
- a) Arreglo **premezclado o flujo laminar**, es el más utilizado en equipos modernos de EAA. Es el mostrado en la **Figura N° 13 (Ver pag. 39)**

En este tipo de arreglo el oxidante y el combustible se mezclan en el nebulizador. Llegando al quemador como una mezcla en régimen laminar, asimismo como se indicó antes, solamente un pequeño volumen de muestra llega al quemador y el resto se vierte por el drenaje.

La principal desventaja es la producción de “retroceso de la llama” llamado flashback que se origina cuando la combustión de la mezcla oxidante/combustible se produce en un lugar inadecuado, generalmente en la cámara del nebulizador, produciéndose una explosión. Para evitar esto es necesario que la mezcla se realice en la proporción adecuada.

b) Arreglo de **consumo total o de inyección directa**, aquí el total de la muestra aspirada se hace llegar a la flama. Debido a esto último se puede pensar que este arreglo es más eficiente que el de premezclado; pero se visualizan una serie de desventajas como mucho ruido, radiaciones emitidas por la flama y la señal es muy inestable. En contraparte, una aparente ventaja es tener una señal más intensa al tener una mayor cantidad de muestra en el quemador, pero esta es contrarrestada por el hecho de que en la flama no se alcanza la secuencia de espacios necesarios para lograr la atomización, esto por el tamaño relativamente grande de las gotas que llegan al quemador, que al no ser volatilizadas desestabilizan el entorno de la flama

**FIGURA N° 15**  
**SECUENCIA DE EVENTOS QUE SE LLEVAN A CABO EN UN QUEMADOR**



**Fuente:** [http://www.ancap.com.uy/docs\\_concursos/ARCHIVOS/2%20LLAMADOS%20FINALIZADOS/2011/REF%2022\\_2011%20TECNICO%20LABORATORIO%20LUBRICANTES/MATERIAL%20DE%20ESTUDIO/ESPECTROMETRIA.PDF](http://www.ancap.com.uy/docs_concursos/ARCHIVOS/2%20LLAMADOS%20FINALIZADOS/2011/REF%2022_2011%20TECNICO%20LABORATORIO%20LUBRICANTES/MATERIAL%20DE%20ESTUDIO/ESPECTROMETRIA.PDF)

### 5.2.9.7 Flamas

Está constituida por:

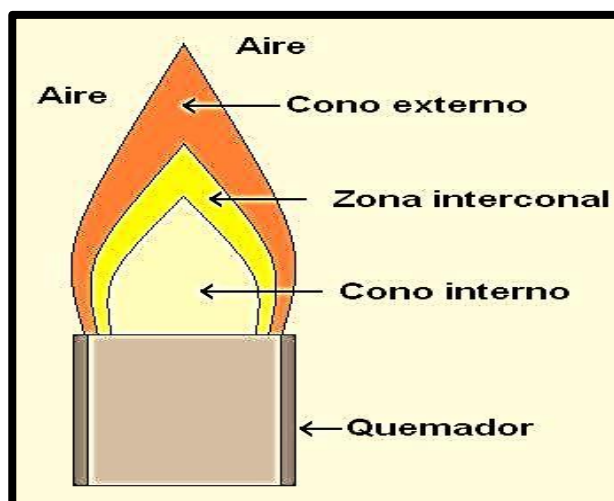
- a) **Zona de combustión primaria.**- También llamada **zona interna**, es la más próxima al mechero y es de color azul, poco usado en la espectroscopia de llama, su temperatura es relativamente baja. Aquí es donde se volatiliza el disolvente.
- b) **La región Interconal.**- También llamada zona de reacción, esta zona con frecuencia es rica en átomos libres y es la parte de la llama que más se usa ya que aquí se realiza la atomización.
- c) **Cono exterior.**- Llamada también zona externa donde los productos formados en la región interior se convierten en óxidos moleculares estables.

Los factores a tener en cuenta en la elección de la llama son :

- 1) Fácil disponibilidad
- 2) Manejo sencillo
- 3) Temperatura adecuada
- 4) Gran transparencia
- 5) Espectro de pocas líneas.

FIGURA N° 16

PARTES DE UNA FLAMA



Fuente : <http://absorcion-atomica.blogspot.pe/2009/08/funcion-y-condiciones-de-las-llamas.html>

TABLA N° 1

TIPOS DE LLAMA PARA ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

COMBUSTIBLE	OXIDANTE	TEMPERATURA (°C)
Gas natural	aire	1 700 – 1 900
Gas natural	oxígeno	2 740
Metano	aire	1 875
Hidrógeno	aire	2 000 – 2050
Hidrógeno	oxígeno	2 550 – 2700
Acetileno	óxido nitroso	2 600 – 2800
Acetileno	oxígeno	3 060 – 3135
Acetileno	aire	2 125 – 2400

Fuente : Elaboración propia

5.2.9.8 Interferencias en Espectroscopia de Absorción Atómica

Se presentan dos tipos de interferencias:

**a) Interferencias espectrales :**

- 1) **Traslapamiento de líneas atómicas**, en teoría existe la posibilidad de que otra especie atómica que no se esté analizando, absorba la radiación incidente, esta posibilidad es difícil que se pueda presentar, debido a que las líneas de absorción de los átomos son sumamente agudas; además se tiene bien documentada toda la documentación de las líneas espectrales de los diferentes elementos, por lo cual se sabe de antemano cuando podría ocurrir esta eventualidad.
- 2) **Interferencia por dispersión de partículas**, se presenta cuando la solución aspirada hacia el quemador presenta gran número de sólidos disueltos, provocando que no se produzca en forma completa la descomposición de estas partículas.

**b) Interferencias no espectrales**

- 1) **Interferencia por ionización**, como se mencionó anteriormente, en la flama se producen la formación de átomos, partiendo de la muestra, pero cuando la temperatura es muy alta se produce la ionización que causa error en la lectura del analíto.
- 2) **Interferencias por diferencias en las propiedades físicas de las muestras**, si se tienen dos soluciones con la misma concentración del analíto, las lecturas de absorbancia deben tener la misma velocidad de aspiración hacia la flama y la proporción de

líquido aspirado que finalmente llegue al quemador debe ser constante. Como ejemplo

Tenemos la determinación de calcio en una miel. Si utilizamos una muestra sin diluir, esta no podrá ser aspirada directamente, porque habría dificultad a ser succionada a través del capilar del nebulizador. De otro lado, si esta se diluye, se puede lograr que la muestra sea aspirada, pero al prepararse muestras de calcio con alguna sal de calcio y agua destilada, la proporción de solución aspirada que llega al quemador sería diferentes entre muestras y estándares. Para corregir este defecto se utiliza la técnica de adición de estándar con la finalidad de homogenizar las propiedades físicas entre los estándares y muestras.



## VI. ACTIVIDADES REALIZADAS EN LA EMPRESA

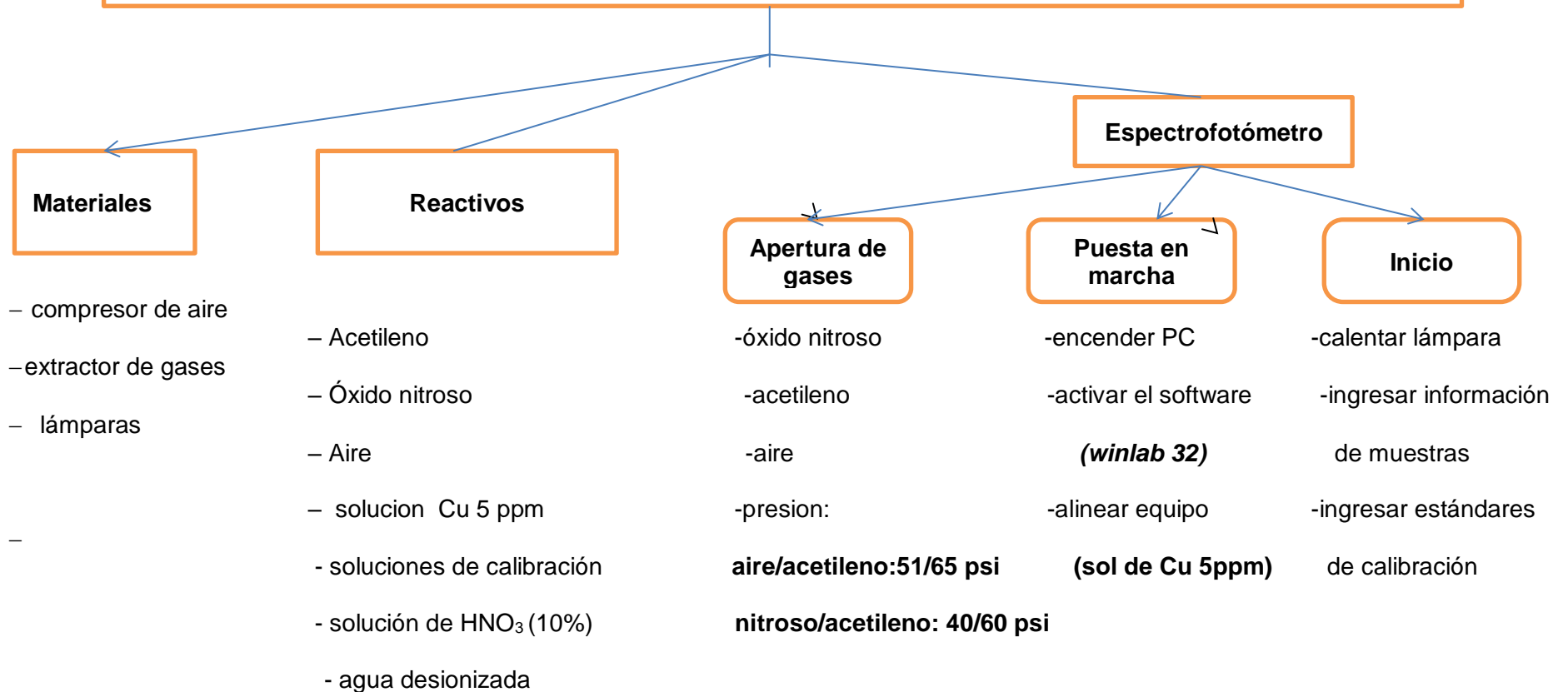
### 6.1 Actividades Cotidianas

- a) **Preparación de Estándares de Calibración.**- Los estándares se preparan cada dos meses, se leen 28 analítos. (Al, Ca, K, Au, Ag, Cu, Sn, As, Pb, Zn, Sb, Cd, Bi, etc.) aproximadamente teniendo en cuenta las curvas de calibración y el rango lineal para cada elemento como nos indica el Manual de Perkin Elmer.
- b) **Preparación de Patrones.**- Los patrones se pueden adquirir como patrones certificados o también obtener a partir de compósitos. (compuestos de varias muestras de un mismo analito), al leer las muestras se analiza un patrón que está en el rango de concentración que tienen dichas muestras, con ello se garantiza que haya una buena linealidad en las curvas de calibración.
- c) **Análisis de Muestras minerales y ensayos geoquímicos o metalúrgicos.**- Las muestras que suministra el cliente pasan por las siguientes operaciones: secado, trituración, molienda y refinado, llegan al área de preparación de muestra sea en forma de roca o muestras pulverizadas, luego de pasar por los procesos de homogenización son envasados en sobres debidamente rotulados y sellados, seguidamente pasan al área de digestión para su disgregación, si son muestras de baja ley pasan al laboratorio de absorción atómica para ser leído.
- d) **Análisis de Muestras de Au y Ag Fundido.**- Las muestras de oro se funden aproximadamente a 1 000°C utilizando litargirio y fundentes

para separar las escorias del regulo, luego pasa a la copelación que permite eliminar todo el plomo, de esta manera se obtiene el dore (botón de Au y Ag) que es separado utilizando agua regia, el oro de baja ley pasa a absorción atómica para ser leído.

- e) **Análisis de Contaminantes Provenientes de Chatarra de Aluminio, Bronce y Hierro.**- Se consideran como desechos de productos metálicos, llegan en forma de virutas o recortes, las muestras son tratadas en el área de digestión utilizando ácido nítrico y ácido clorhídrico concentrado a 180°C hasta lograr disgregación total de las muestras luego son llevadas a absorción atómica para su posterior lectura.

**f) Instrucciones y condiciones operativas para el manejo del equipo Pinnacle 900 (Perkin Elmer)**



## Instrucciones y condiciones operativas para el manejo del equipo Pinnacle 900 (Perkin Elmer)

### Espectrofotómetro

#### Lectura

- encender la flama
- leer blancos, patrones, Estándares  
Con ello verificamos la **Linealidad de la curva**
- luego leer las muestras

#### Apagado

- apagar la flama
- apagar la lámpara

#### Reporte

- en el reporte dar los valores de concentración ya sea en **porcentaje o en ppm**
- emision de resultados formato Excel

### g) Determinación del plomo por espectroscopia de absorción atómica

#### Reactivos

- HCl concentrado (precisión)
- HNO<sub>3</sub> concentrado atómico
- agua desionizada
- solución estándar de 1 000 ppm (Pb)
- solución de lavado HNO<sub>3</sub> (10%)

#### Materiales

- vaso de precipitado de 150 ml
- luna de reloj
- pipeta volumétrica clase A : 1,00 ml, 2,00; 4,00; 6,00 y 10,00 ml
- matraz aforado de 50, 100 y 200 ml
- bombilla de succión
- pisceta
- espátula

#### Equipos

- balanza analítica (0,0001 g)
- espectrofotómetro de absorción (Pinnacle 900)

## Determinación del plomo por espectroscopia de absorción atómica

### Preparación de muestra

- pesar 0,50 g de muestra
- (Añadir HNO<sub>3</sub> y HCl 10 ml) \* V2
- calentar a fuego lento  
1,00 \* 200  
(Pastoso 180°C)
- enfriar (añadir 10 ml HCl + 20 ml H<sub>2</sub>O)
- llevar a ebullición  
2,00
- transvasar a 200 ml
- 10,00

### Preparación de estándares

usar

$$C1 * V1 = C2 * V2$$

donde : C1 = conc solución patrón 1 000 ppm

V1 = vol que vamos a pipetear

C2 = conc requerida para curva de  
Vol (ml)

calibración

V2 = vol de matraz volumétrico  
6,00

$$C1 * V1 = C2 * V2$$

$$1\ 000 * V1 = 5,00 * 200$$

$$V1 = 1,00\ \text{ml}$$

Conc (ppm)	Vol (ml)
5,00	1,00
10,00	2,00
20,00	4,00

$$C1 * V1 = C2$$

$$100 * V1 =$$

$$V1 = 2,00\ \text{ml}$$

## Determinación del plomo por espectroscopia de absorción atómica

### Procedimiento de lectura

- usar cabezal de 10 cm
- poner la lámpara de Pb, verificar que la energía este en 59 Ma
- verificar la linealidad y el coeficiente de correlación
- se procede a verificar la curva con patrones internos y patrones interlab
- luego se lee las muestras

### Cálculos

$$\%Pb = \frac{\text{lectura de equipo} \cdot V \cdot Fd}{W \cdot 10000}$$

Donde :

- V = volumen
- Fd = factor de dilución
- W = peso de la muestra (g)

<b>REPORTE DE ABSORCIÓN ATÓMICA EQUIPO PINAACLE 900</b> <b>Elemento Pb</b>							Analista Sandra Fecha : 07/02/2018		
Masa	Peso	Vol.	Vol. alic	Dil	Abs	Lect	%	prom	OBS
bk					0,0000				
5					0,0341				
10					0,0671				
20					0,1288				
PtCu 5,30	0,2	200	5	50	0,0380	5,589	5,589		
PT 5,00	0,2	200			0,0345	5,061	0,506		
10 ppm					0,0675	10,060			
7 269	0,2	200			0,1276	19,810	1,981		
7 269	0,2	200			0,1281	19,880	1,988		
6 947	0,2	250			0,0013	0,185	0,023		
6 947	0,2	250			0,0017	0,241	0,030		
6 948	0,2	250			0,0011	0,161	0,020		
6 948	0,2	250			0,0014	0,198	0,025		
10 ppm					0,0672	10,02			

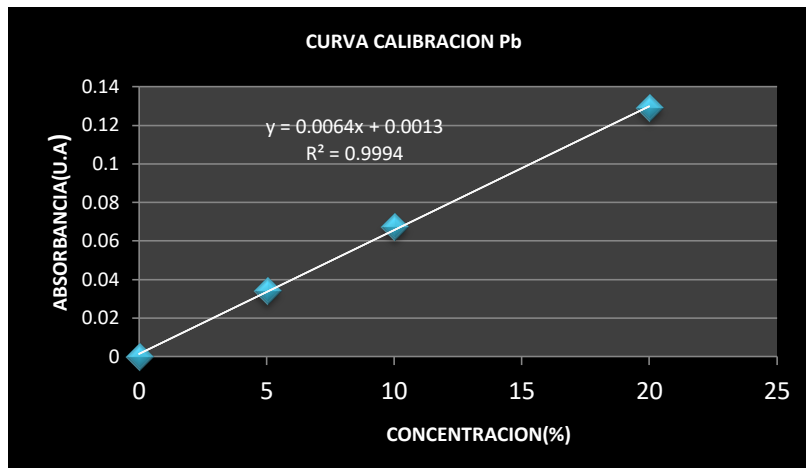
**Fuente:** elaboración propia

Los valores que nos da el equipo son: absorbancia, lectura, y concentración se tomó la curva grande para el análisis de las muestras al finalizar se lee un estándar de calibración que verifique que la curva, no ha bajado su absorbancia.

concentración (ppm)	absorbancia(UA)
x	Y
0	0
5	0,0341
10	0,0671
20	0,1288

**Fuente:** elaboración propia





**Fuente:** elaboración propia

En la gráfica se observa la relación entre la respuesta instrumental y la concentración de los estándares de plomo nos da una recta cumpliendo la relación:  $y = mx + b$ , por ajuste de mínimos cuadrados se tiene:

$$Y = 0,00064x + 0,0013$$

Donde :

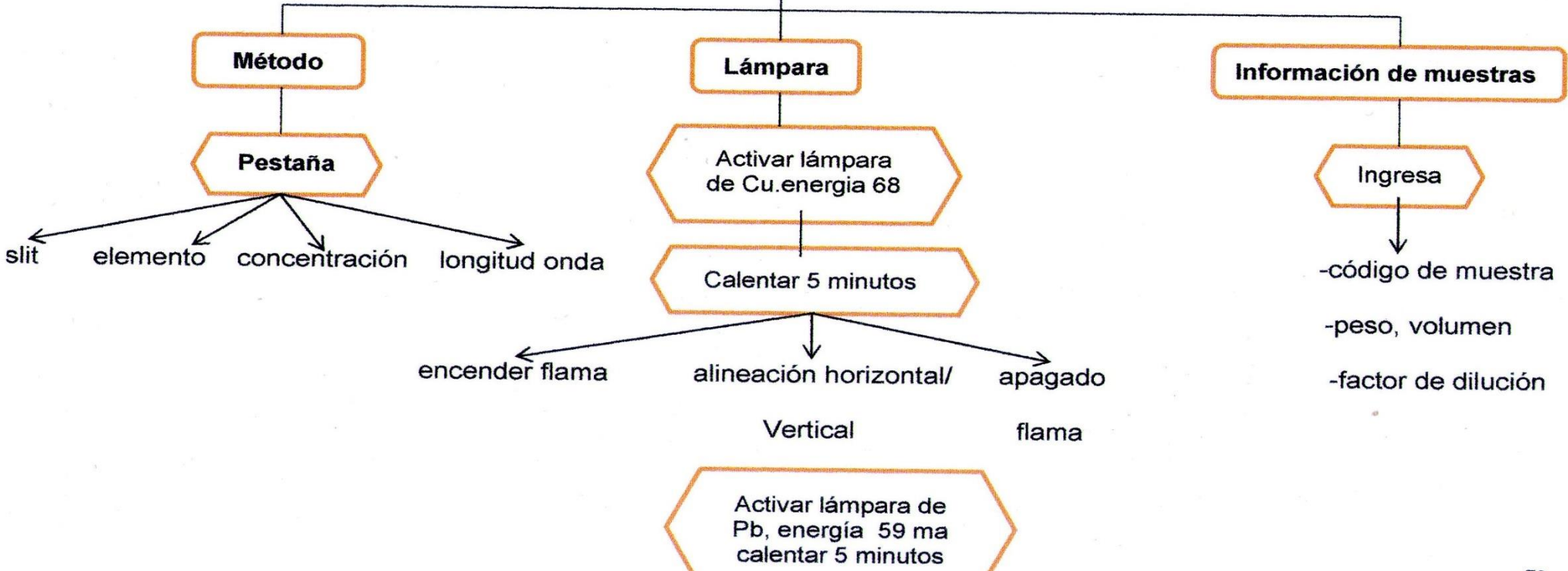
**m** = pendiente = 0,0064

**b** = intercepto o señal del blanco = 0,0013

**R<sup>2</sup>** = Índice de correlación = 0,9994

H.-Uso del Software winlab-32

Módulos de programa

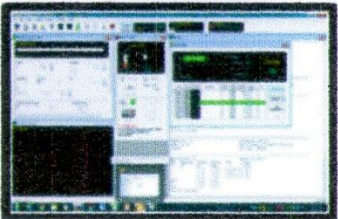


# I.-Pasos a seguir para el uso del software

1

Activar lampara de cu  
calentar 5'. alinear

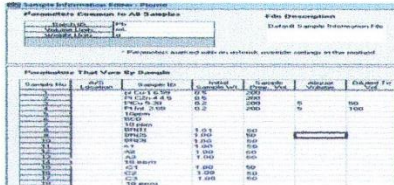
Activar lámpara  
de Pb,calentar



4

2

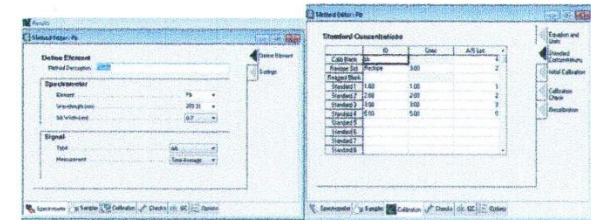
Ingresar sample  
información



Sample No.	Location	Sample ID	Weight	Volume	Element	Element For
1	1001	1001	0.100	0.100	Pb	Pb
2	1002	1002	0.100	0.100	Pb	Pb
3	1003	1003	0.100	0.100	Pb	Pb
4	1004	1004	0.100	0.100	Pb	Pb
5	1005	1005	0.100	0.100	Pb	Pb
6	1006	1006	0.100	0.100	Pb	Pb
7	1007	1007	0.100	0.100	Pb	Pb
8	1008	1008	0.100	0.100	Pb	Pb
9	1009	1009	0.100	0.100	Pb	Pb
10	1010	1010	0.100	0.100	Pb	Pb

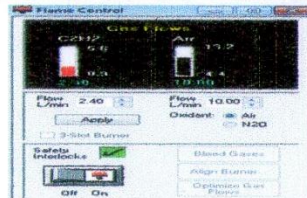
3

Ingresar estándares de calibración,  
longitud onda, slit



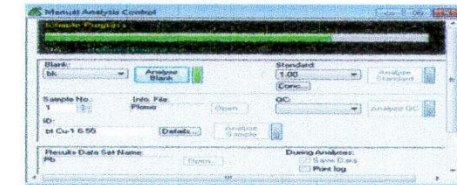
5

encendido de flama



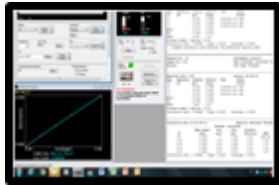
6

inicio de lectura



7

curva de calibración e índice de correlación



8

exportar lecturas, luego llevar los resultados a formato excell para ser reportado



9

Emitir los resultados

**1) Condiciones instrumentales :**

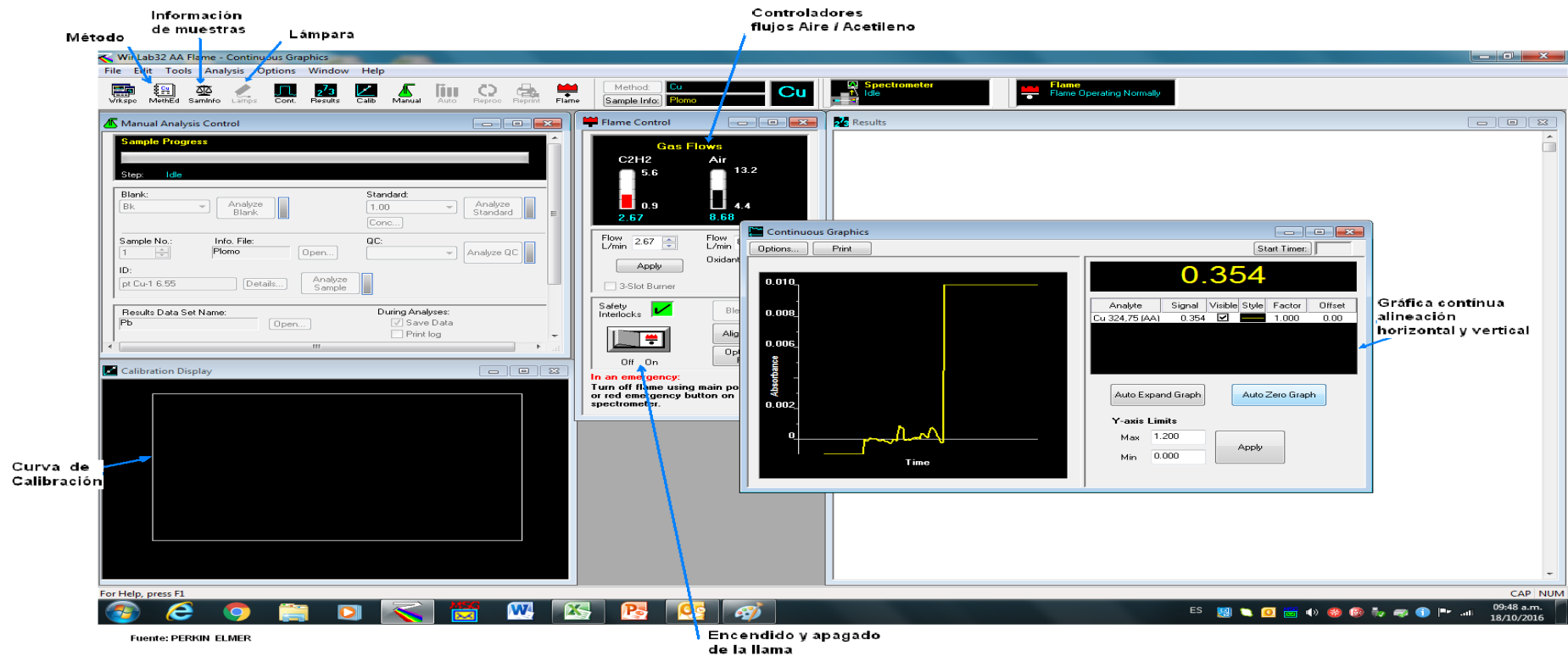
- Prender la lámpara
- Alinear el equipo con el cabezal limpio hasta obtener la mayor absorbancia
- Aspirar la solución estándar de Cu de 5 ppm hasta lograr la máxima absorción el ajuste es vertical y horizontal

Lo recomendable es llegar a una absorbancia entre 325 a 350 UA, antes de comenzar a leer:

- 2) Luego procedemos a leer las muestras de acuerdo al elemento de interés.
- 3) Las muestras llegan al laboratorio en estado líquida, previa digestión trasvase se leen por duplicado y triplicado.
- 4) Para cada elemento se prepara su curva de calibración se chequea con patrones certificados e internos.
- 5) En el laboratorio de absorción atómica se leen aproximadamente 28 analitos

FIGURA N° 17

## CALIBRACIÓN DEL ESPECTROFOTÓMETRO DE ABSORCIÓN ATÓMICA (PINNACLE 900) PERKIN ELMER



Fuente: software winlab-32(espectrofotómetro Pinnacle 900–Perkin Elmer)

**j) Control de Registros :**

- 1) Control de soluciones estándar de 1 000 ppm según la **Tabla N° 4**
- 2) Control de condiciones instrumentales del Equipo Pinnacle 900 según **Tabla N° 5**

**TABLA N° 2**

**PREPARACIÓN Y FECHA DE VENCIMIENTO DE PATRONES DE CALIBRACIÓN**

POSICIÓN	SÍMBOLO	VENCTO.	CÓDIGO
1	Al	31-11-17	R-132
2	Ag	24-09-17	R-160
3	Au	20-01-18	R-157
4	As	23-10-17	R-133
5	Bi	30-10-17	R-136
6	Ca	31-01-18	R-141
7	Cd	30-12-17	R-139
8	Co	28-12-17	R-137
9	Cr	30-04-18	R-143
10	Cu	30-06-18	R-138
11	Fe	31-12-18	R-146
12	Hg	30-11-18	R-154
13	In	31-03-18	R-150
14	K	25-12-17	R-159

POSICIÓN	SÍMBOLO	VENCTO.	CÓDIGO
15	Mg	31-01-18	R-152
16	Mn	31-10-17	R-153
17	Mo	31-02-18	R-155
18	Na	30-06-18	R-168
19	Ni	31-05-18	R-156
20	Pb	15-12-17	R-162
21	Pd	31-02-18	R-158
22	Pt	31-05-18	R-161
23	Sb	31-03-18	R-134
24	Se	31-08-18	R-167
25	Si	28-02-18	R-166
26	Sn	22-02-18	R-144
27	V	28-11-17	R-173
28	Zn	30-10-17	R-175

**Fuente:** Manual de procedimientos internos AA. Alex Stewart

**TABLA N° 3**

**CONTROL DE CONDICIONES INSTRUMENTALES DEL EQUIPO DEL ESPECTROFOTÓMETRO DE ABSORCIÓN ATÓMICA PINNACLER 900**

ELEM.	LONG. SLIT	TIPO LÁMPARA	CORR. LAMP (Ma)	ENERG. LAMP	ENERG. LAMP	CBZAL (Cm)	POSICIÓN CABEZAL	FUEL	OXIDANTE	FLOW OXID/COMB	DEFLECTOR
Ag	328.1	0.7	LCH	10	66	10	sin/giro	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	aire	17/1.4 l/min	nebulizador/ espaciador
AL	309.3	0.7	LCH	25	57	5	sin/giro	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	N2O	16/7.0 l/min	nebulizador/ espaciador
As	193.7	0.7	EDL	380	60	5	sin/giro	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	N2O	16/7.0 l/min	nebulizador/ espaciador
Au	242.8	0.7	LCH	10	53	10	sin/giro	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	aire	17/1.3 l/min	nebulizador/ espaciador
Bi	223.1	0.2	EDL	360	49	10	sin/giro	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	aire	17/1.4 l/min	nebulizador/ espaciador
Ca	422.7	0.7	LCH	10	58	10	sin/giro	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	aire	17/1.5 l/min	nebulizador/ espaciador
Cd	228.8	0.7	LCH	5	51	10	sin/giro	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	aire	17/1.4 l/min	nebulizador/ espaciador
Co	240.7	0.2	LCH	30	45	10	sin/giro	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	aire	17/1.5 l/min	nebulizador/ espaciador
Cu	324.8	0.7	LCH	15	64	10	sin/giro	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	aire	17/1.4 l/min	nebulizador/ espaciador
Cr	357.9	0.7	LCH	25	75	10	sin/giro	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	aire	17/2.0 l/min	nebulizador/ espaciador
Fe	248.3	0.2	LCH	30	46	10	sin/giro	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	aire	17/1.5 l/min	nebulizador/ espaciador
In	303.9	0.7	LCH	10	30	10	sin/giro	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	aire	17/1.5 l/min	nebulizador/ espaciador
K	766.5	0.7	LCH	12	90	10	sin/giro	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	aire	17/1.5 l/min	nebulizador/ espaciador
Mg	285.2	0.7	LCH	6	58	10	sin/giro	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	aire	17/1.5 l/min	nebulizador/ espaciador
Mn	279.5	0.7	LCH	20	49	10	sin/giro	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	aire	17/1.4 l/min	nebulizador/ espaciador
Mo	313.3	0.7	LCH	30	58	5	sin/giro	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	N2O	16/7.2 l/min	nebulizador/ espaciador
Na	589	0.2	LCH	8	75	10	sin/giro	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	aire	17/1.5 l/min	nebulizador/ espaciador
Ni	232	0.2	LCH	25	45	10	sin/giro	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	aire	17/1.4 l/min	nebulizador/ espaciador
Pb	283.3	0.7	LCH	11	59	10	sin/giro	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	aire	17/1.6 l/min	nebulizador/ espaciador

**Fuente:** Analytical Methods for Atomic Absorption spectrometry (Perkin Elmer)



ELEM.	LONG. SLIT	TIPO LAMP	CORR. LAMP (Ma)	ENERG. LAMP	ENERG. LAMP	CBZAL (Cm)	POSICIÓN CABEZAL	FUEL	OXIDANTE	FLOW OXID/COMB	DEFLECTOR
Pt	265.9	0.7	LCH	30	56	10	sin/giro	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	aire	17/1.5 l/min	nebulizador/ espaciador
Pd	244.8	0.7	LCH	33	37	10	sin/giro	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	aire	17/1.4 l/min	nebulizador/ espaciador
Sb	217.6	0.2	EDL	385	38	10	sin/giro	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	aire	17/2.0 l/min	nebulizador/ espaciador
Se	196	2	LCH	380	60	10	sin/giro	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	aire	16/2.0 l/min	nebulizador/ espaciador
Si	251.6	0.2	LCH	40	46	5	sin/giro	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	N <sub>2</sub> O	16/7.4 l/min	nebulizador/ espaciador
Sn	286.3	0.7	LCH	30	43	5	sin/giro	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	N <sub>2</sub> O	16/7.0 l/min	nebulizador/ espaciador
Ti	364.3	0.2	LCH	15	51	5	sin/giro	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	N <sub>2</sub> O	16/7.0 l/min	nebulizador/ espaciador
Zn	213.9	0.7	LCH	15	51	10	sin/giro	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	aire	17/1.4 l/min	nebulizador/ espaciador

Fuente : Analytical Methods for Atomic Absorption spectrometry (Perkin Elmer)

**FIGURA N° 18**

**ESPECTROFOTÓMETRO DE ABSORCIÓN ATÓMICA (PINNACLE 900)  
PERKIN ELMER**



**Fuente:** Pinnacle\_900\_family\_brochure–spanish.pdf–Adobe Acrobat

FIGURA N° 19

## DESCRIPCIÓN DEL EQUIPO DE ABSORCIÓN ATÓMICA PERKIN ELMER



Fuente : Pinnacle\_900\_family\_brochure–spanish.pdf–dobeAcrobat

## 6.2 APORTES REALIZADOS EN BENEFICIO DE LA EMPRESA

Análisis exploratorio con fines de ampliación de los servicios de la empresa (caso: determinación de Pb, Cd, Sb, en broches de ropa de niños)

a) **justificación del Trabajo de Investigación exploratorio.**- El hombre es la criatura más importante sobre la faz de la tierra, así lo consagran

los estados del mundo. Nuestra Constitución Política en sus primeros artículos, así lo indica. La sociedad de consumos empuja el avance tecnológico y el comercio, muchas veces dejando de lado la calidad del producto, generalmente en los de bajo precio.

Los accesorios de prendas de vestir que llevan broches especialmente coloridos contienen metales pesados en concentraciones que quizás pasan los límites permisibles, esto, ha conducido a la inquietud de explorar para detectar las concentraciones de metales pesados en dichos accesorios. El estudio se realizó de manera focalizada en el Emporio Comercial de gamarra que comercializa prendas de infantes a bajo costo, y por el hecho que la población más vulnerable en este caso son los infantes.

Se buscó determinar la existencia de metales pesados: antimonio, plomo y cadmio presentes en broches de ropa de bebe, se utilizó la técnica de migración de metales.

Si en estos broches se encuentra que la concentración de estos metales pesados es mayor a los que fijan NTP 324001 – 3 entonces nuestros bebes estarían expuestos a una vulnerabilidad inclusive mucho mayor que los adultos, sobre todo cuando él bebe lleva estos broches a la boca.

En nuestro país la Norma Técnica Peruana es NTP 324001 – 3 fija los límites permisibles de metales pesados, los cuales son : Sb : 60

ppm; As : 25 ppm; Ba : 1 000 ppm; Cd : 75 ppm; Pb : 90 ppm; Hg : 60 ppm; Se : 500 ppm

**1) Técnica de análisis.-** Tomando prendas de ropa de bebe que contienen broches metálicos, se procedió a extraer dichos broches; los mismos, se cortaron finamente, se tomó un peso adecuado de la muestra para ver cuánto migra el material en un volumen de 50 veces su peso de HCl 0,07N, procediendo luego a la lectura respectiva por absorción atómica

**b) Fundamento Teórico :**

**1) Metales pesados.-** Se considera metal pesado a aquel elemento con densidad Igual o superior a  $5 \text{ g/cm}^3$ , cuando está en forma elemental, o cuyo número atómico es superior a 20 (excluyendo a los metales alcalinos y alcalinos térreos)

Su concentración promedio en la corteza terrestre es inferior al 0,1% y casi siempre menor de 0,01%, junto a estos metales pesados hay otros elementos químicos denominados metaloides y no metales que suelen englobarse con ellos por presentar origen y comportamiento asociados; además son considerados posibles causantes de contaminación como son los casos de : Pb, Cr, Cd, Co, Ni, Cu, Zn, As, Mo, Sn, Ba, Hg

**2) Plomo.-** Es un metal pesado y no esencial para la vida. Se puede encontrar como sulfuros, carbonatos, óxidos o minerales, por lo que el ser humano está permanentemente expuesto a este metal. Las

personas más vulnerables son los niños y las mujeres embarazadas.

Causa alteraciones en el sistema nervioso, el plomo reemplaza al calcio en los huesos, produce anemia, alteraciones renales, y puede ser carcinógeno.

- 3) Cadmio.-** Se encuentra en la naturaleza principalmente asociado al plomo y cinc, y formando sulfuros y óxidos; se encuentra como componente en varios productos industriales como pinturas, tintas, pilas, recubrimientos; presenta una alta movilidad ya que se puede desplazar con otros metales que poseen una función biológica como el cinc; la alta afinidad con los grupos sulfuros incrementa su toxicidad, genera dolor de huesos y fracturas, alteraciones renales, pulmonares y hepáticas; es considerado carcinógeno.
- 4) Antimonio.-** El antimonio se utiliza en muchas aleaciones, acumuladores, revestimiento de cables; la exposición al antimonio tiene lugar por respirar polvo de antimonio, o en agua potable. La exposición durante un largo período de tiempo puede causar irritación en los ojos, piel y pulmones; su exposición continua puede traer problemas del corazón, diarreas, vómitos y úlceras estomacales.

**c) Procedimiento Experimental :**

- **Materiales y Equipos :**

- 1) Espectrofotómetro de Absorción Atómica Pinaacle 900 (Perkin Elmer)
- 2) Lámpara de cátodo hueco : (Pb, Cd, Sb)
- 3) Quemador o cabezal de 10 cm
- 4) Baño maria marca Variomag con agitación magnética
- 5) Campana extractora de gases
- 6) Balanza analítica con precisión  $\pm 0,0001$

– **Reactivos :**

- 1) Estándares certificados de 1000 mg/l del elemento a analizar (Pb, Cd, Sb).
- 2) Ácido nítrico concentrado ( $\rho_{20} = 1,42$  g/ml)
- 3) Ácido clorhídrico concentrado ( $\rho_{20} = 1,16$ g/ml o 1,19 g/ml)
- 4) Ácido clorhídrico 0,07N ( $\rho_{20} = 1,16$ g/ml o 1,19 g/ml)
- 5) Agua des ionizada

– **Material de vidrio :**

- 1) Matraces aforados clase A de 200,100 y 50 ml
- 2) Pipetas aforadas clase A de : 0,50; 1,0; 2,00; 4,00; 8,00; 10,00; 5,00 y 20 ml
- 3) Probetas graduadas clase A : de 50 y 100 ml

– **Procedimiento :**

- 1) Pesar 1,00 g de muestra en un vaso de 150 ml
- 2) Las muestras se analizaran por triplicado, tomando tres muestras al azar

- 3) Añadir HCl 0,07N 50 ml, hasta cubrir toda la superficie.
- 4) Llevar las muestras a baño maría a 37°C por una hora con agitación luego una hora más sin agitación.
- 5) Sacar del baño maría y filtrar.
- 6) Enrazar en matraz aforado de 50 ml, agitar para tener una solución homogénea.
- 7) Llevar a lectura en el equipo de absorción atómica



## **VII. PROCEDIMIENTO EN LA ELABORACIÓN DE LAS CURVAS DE CALIBRACIÓN**

### **EVALUACIÓN DE RESULTADOS**

#### **a) Curva de Calibración del Antimonio (Sb) :**

##### **1) Parámetros Instrumentales para la Determinación del Antimonio (Sb) :**


- Longitud de onda : 283,3 nm
- Ancho de banda (slit) : 0,70
- Tipo de lámpara : cátodo hueco
- Tipo de flama : aire/acetileno
- Flujo de combustible :10,00/2,40 (l/min)

##### **2) Reporte de resultado para el Antimonio (Sb) :**

- En el reporte se especifica las concentraciones de los estándares
- concentración de muestra, pesos y volúmenes.
- Los valores a reportar son la concentración de las muestras en ppm

**CUADRO N° 1**

**REPORTE DE ABSORCIÓN ATÓMICA PARA EL ANTIMONIO (Sb)**

	<b>REPORTE DE ABSORCION ATOMICA</b>						Analista	Sandra
	EQUIPO AA 900							
	Elemento	Sb					Fecha	19/09/2017

ASA	PESO	VOLUM	ALICUO	DILUC	ABS	LECT	ppm	prom	OBS
bk					0.0002				
0.00					0.0000				
0.50					0.0065				
1.00					0.0103				
2.50					0.0225				
5.00					0.0425				
CPb 0.71%	0.5	200			0.1960				
1.0ppm					0.0152	0.978			
BR(1)	1.006	50			0.0126	1.223	60.81	61	
BR(2)	1.001	50			0.0127	1.233	61.59		
BR(3)	1.005	50			0.0124	1.203	59.83		
A( 1)	1.003	50			0.0096	0.738	36.79	32	
A (2)	1	50			0.0083	0.638	31.91		
A(3)	1.001	50			0.0072	0.554	27.68		
1.0 ppm					0.0156	1.01			
C(1)	1.006	50			0.0168	1.631	81.03	81	
C(2)	1.009	50			0.0174	1.689	83.73		
C(3)	1.005	50			0.0160	1.553	77.28		
1.0 ppm					0.0156	1.01			

**Fuentes :** Software Winlab 32 (Perkin Elmer)

3) **Parámetros Estadísticos de Validación para Antimonio (Sb) :**

$$\text{Desviación estandar relativa RSD} = \frac{S}{\bar{x}}$$

$$\text{Desviación estandar de la media } S_m = \frac{S}{\sqrt{N}}$$

$$\text{Coeficiente de variación CV} = \frac{S}{\bar{x}} (100\%)$$

$$\text{Varianza } S^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}{N - 1}$$

**CUADRO N° 2**

**PARÁMETROS ESTADÍSTICOS PARA EL ANTIMONIO (Sb)**

muestra	Cc(ppm)	CC((ppm) –CC(prom))	CC((ppm) – CC(prom) <sub>2</sub> )	S	RSD	Sm	Cv	S2
BR(1)	60,81	0	0					
BR(2)	61,59	1	1					
BR(3)	59,83	-1	1					
	<u>61</u>		<u>2</u>	0,8161	0,0134	0,4712	1,34	1
				S	RSD	Sm	Cv	S2
A(1)	36,79	5	25					
A(2)	31,91	0	0					
A(3)	27,68	-4	16					
	<u>32</u>		<u>41</u>	3,6969	0,1155	2,1345	11,51	20,5
				S	RSD	Sm	Cv	S2
C(1)	81,03	0	0					
C(2)	83,73	3	9					
C(3)	77,28	-4	16					
	<u>81</u>		<u>25</u>	2,8867	0,0358	1,6666	3,58	13

**Fuente:** Elaboración Propia

Estandarizar la curva de calibración de acuerdo al rango de trabajo

### CUADRO N° 3

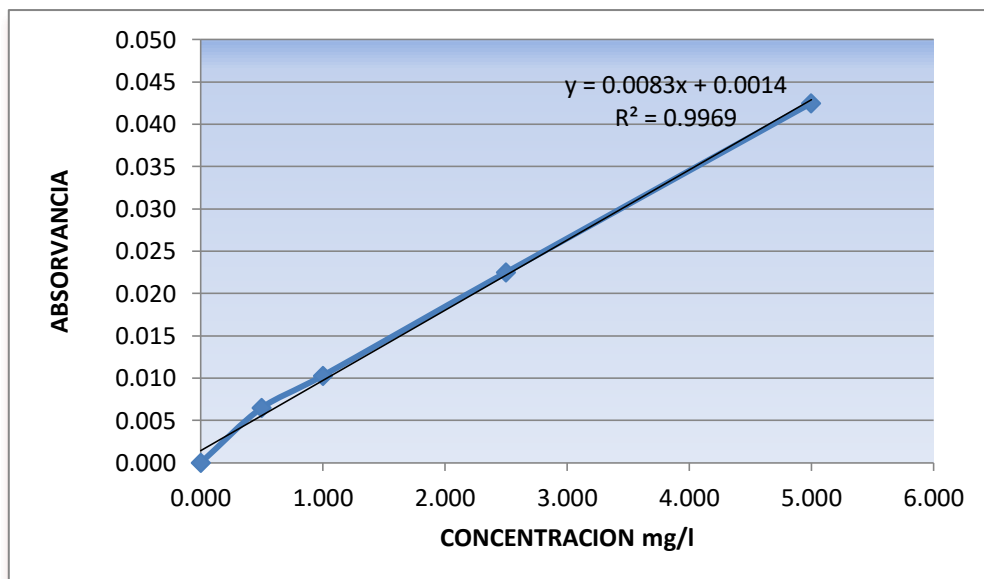
#### DATOS PARA CALIBRACIÓN DEL ANTIMONIO (Sb)

Concentración ppm	Absorbancia UA
0,000	0,000
0,500	0,0065
1,000	0,0103
2,500	0,0225
5,000	0,0425

Fuente : Elaboración propia

### GRAFICO N° 1

#### CALIBRACIÓN DEL ANTIMONIO (Sb)



Fuente: Elaboración Propia

**4) Condiciones óptimas de trabajo :**

**Sensibilidad:** 0,0044/m

$$S = 0,0044/0,0083 = 0,53 \text{ mg/l}$$

Según el manual de Perkin Elmer para las condiciones óptimas se muestra el siguiente cuadro :

Wavelength (nm)	Slit (nm)	Relative noise	Characteristic Concentration mg/l	Characteristic Concentration Check (mg/l)	Linear range
217,6	0,20	1,0	0,55	25	30

$$\text{Desviación estándar : } S = \sqrt{\frac{\sum(x - \bar{x})^2}{n-1}}$$

**Límite de detección : LD : 3,3 S**

**Límite de cuantificación : LC : 10 S**

Hallamos 10 blancos para poder determinar el límite de detección y límite de cuantificación,

**TABLA N° 4  
DATOS PARA DETERMINAR EL LÍMITE DE DETECCIÓN Y CUANTIFICACIÓN DEL ANTIMONIO (Sb)**

BLANCOS	SEÑAL (UA)
BCO 1	- 0,0051
BCO 2	- 0,0063
BCO 3	- 0,0050
BCO 4	0,0055
BCO 5	0,0047
BCO 6	0,0033
BCO 7	0,0044
BCO 8	0,0027
BCO 9	- 0,0061
BCO 10	- 0,0048
BCO 11	- 0,0044
<b>PROMED X</b>	<b>= - 0,0010</b>
<b>S</b>	<b>= 0,00497</b>

**Fuente:** Elaboración Propia

**Límite de detección:**  $3,3 S = 3,3 S = 3,3 * 0,00497 = 0,0164 \text{ ua}$

**Conc LD** = (standar (abs muestra/abs estándar))

**LD** = 1,59 ppm

**Límite de cuantificación:** LC

**$10*s$**  =  $10*0.00497=0,0497$

**LC** = 4,82 ppm

## **b) Curva de Calibración del Plomo (Pb)**

### **1) Parámetros instrumentales para la determinación del Plomo**

**(Pb) :**

- Longitud de onda : 283,3 nm
- Ancho de banda (slit) : 0,70
- Tipo de lámpara : cátodo hueco
- Tipo de flama : aire/acetileno
- Flujo de combustible : 10,00/2.40 (l/min)

### **2) Reporte de resultados para el plomo (Pb) :**

- En el reporte se especifica las concentraciones de los estándares, concentración de muestra, pesos y volúmenes los valores a reportar son la concentración de las muestras en ppm

CUADRO N° 4

REPORTE DE ABSORCIÓN ATÓMICA DEL PLOMO (Pb)

	REPORTE DE ABSORCION ATOMICA						Analista	Sandra	
	EQUIPO AA 900								
	Elemento	Pb					Fecha	20/09/2017	
ASA	PESO	VOLUM	ALIC	DILU	ABS	LECT	ppm	prom	OBS
bk					2.37E-05				
1.00					0.0103				
2.00					0.0202				
3.00					0.0301				
5.00					0.0492				
Pt Int. 2.65	0.2	200			0.0276	2.627	2627		
10ppm					0.0943	10.03			
BR(1)	1.01	50			0.0256	2.415	120.08	123	
BR(2)	1	50			0.0262	2.480	123.42		
BR(3)	1	50			0.0264	2.497	124.63		
A(1)	1	50			0.0213	1.967	98.26	99	
A(2)	1	50			0.0219	1.997	99.53		
A(3)	1	50			0.0217	2.007	100.06		
10 ppm					0.0497	5.031			
C1	1	50			0.0250	2.220	110.56	109	
C2	1	50			0.0220	2.180	108.62		
C3	1	50			0.0180	2.135	106.57		
10 ppm					0.0942	10.02			

Fuentes: Software Winlab 32 (Perkin Elmer)

### 3) Parámetros Estadísticos de Validación para el Plomo (Pb) :

$$\text{Desviación estandar relativa RSD} = \frac{S}{\bar{x}}$$

$$\text{Desviación estandar de la media } S_m = \frac{S}{\sqrt{N}}$$

$$\text{Coeficiente de variación CV} = \frac{S}{\bar{x}} (100\%)$$

$$\text{Varianza } S^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}{N - 1}$$

**CUADRO N° 5**

#### PARÁMETROS ESTADÍSTICOS PARA EL PLOMO (Pb)

muestra	Cc(ppm)	CC((ppm) – CC(prom))	(CC((ppm) – CC(prom)) <sup>2</sup> )	S	RSD	Sm	Cv	S2
BR(1)	120,08	-3	9					
BR(2)	123,42	0	0					
BR(3)	124,63	2	4					
	123		13	2,0820	0,0170	1,2020	1,70	6,50
	122,71			S	RSD	Sm	Cv	S2
A (1)	98,26	-1	1					
A (2)	99,53	0	0					
A(3)	100,06	1	1					
	99		2	0,8165	0,0082	0,4714	0,82	1
				S	RSD	Sm	Cv	S2
C(1)	110,56	2	0					
C(2)	108,62	0	9					
C(3)	106,57	-4	16					
	109		25	1,6330	0,0150	0,9428	1,50	4

Fuente: Elaboración Propia



Estandarizar la curva de calibración de acuerdo al rango de trabajo

**CUADRO N° 6**

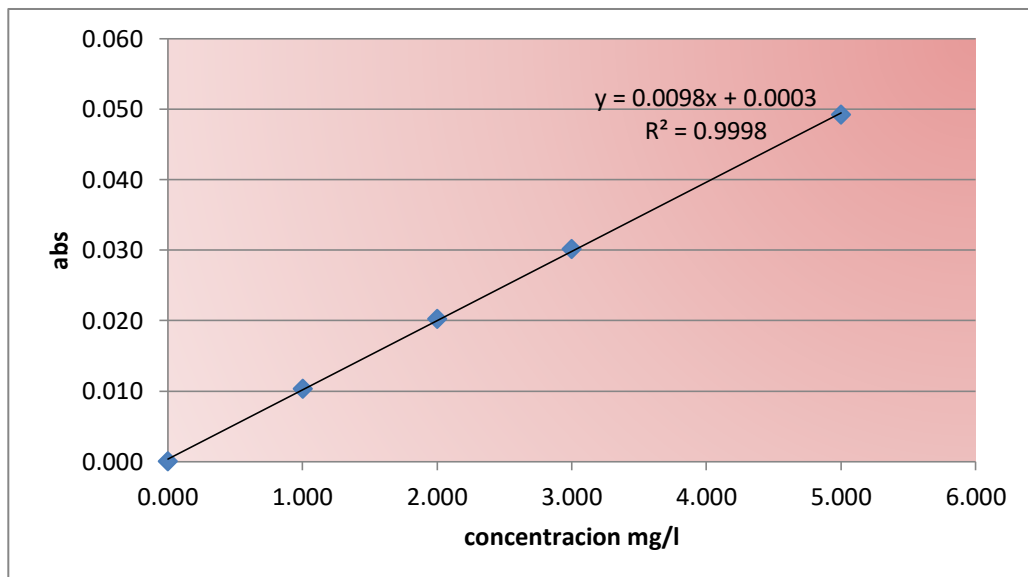
**DATOS PARA CALIBRACIÓN DEL PLOMO (Pb)**

Concentración ppm	Absorbancia UA
0,000	0,000
1,000	0,0103
2,000	0,0202
3,000	0,0301
5,000	0,0492

**Fuente:** Elaboración Propia

**GRAFICO N° 2**

**CALIBRACIÓN DEL PLOMO (Pb)**



**Fuente:** Elaboración Propia

4) **Condiciones óptimas de trabajo :**

**Sensibilidad :** 0,0044/m

$$S = 0,0044/0,0098 = 0,449 \text{ mg/l}$$

Según el manual de Perkin Elmer para las condiciones óptimas de trabajo se muestra el siguiente cuadro:

Wavelength (nm)	Slit(nm)	Relative noise	Characteristic Concentration mg/l	Characteristic Concentration Check(mg/l)	Linear range
283,30	0,70	0,43	0,45	20	20

$$\text{Desviación estándar: } S = \sqrt{\frac{\Sigma(x - \bar{x})^2}{n-1}}$$

**Límite de detección:** LD: 3,3 S

**Límite de cuantificación:** LC: 10 S

Hallamos 10 blancos para poder determinar el límite de detección y límite de cuantificación.

**TABLA N° 5**  
**DATOS PARA DETERMINAR EL LÍMITE DE DETECCIÓN Y CUANTIFICACIÓN DEL PLOMO (Pb)**

BLANCOS	SEÑAL (UA)
BCO 1	0,0040
BCO 2	- 0,0035
BCO 3	0,0050
BCO 4	0,0055
BCO 5	- 0,0047
BCO 6	- 0,0020
BCO 7	0,0040
BCO 8	0,0045
BCO 9	- 0,0060
BCO 10	0,0022
<b>PROMED X</b>	<b>= 0,0009</b>
<b>S</b>	<b>= 0.0044</b>

**Fuente :** Elaboración Propia

**Límite de detección:**  $3,3 S = 3,3 * 0,0044 = 0,0145$

**LD** = Conc estándar \* (abs muestra/abs estándar)

**LD** =  $1 * (0,0145/0,0103) = 1,40$  ppm

**LD** = 1,40 ppm

**Límite de cuantificación:**  $10 * s$

**$10 * s$**  =  $10 * 0,0044 = 0,044$

**LC** = 4,27 ppm

**c) Curva de Calibración del Cadmio (Cd) :**

**1) Parámetros Instrumentales para la Determinación del Cadmio (Cd)**


- Longitud de onda : 228,8 nm
- Ancho de banda (slit) : 0,70
- Tipo de lámpara : cátodo hueco
- Tipo de flama : aire/acetileno
- Flujo de combustible : 10,00/2,40 (l/min)

**2) Reporte de resultados para el plomo (Cd) :**

- En el reporte se especifica las concentraciones de los estándares, concentración de muestra, pesos y volúmenes
- Los valores a reportar son la concentración de las muestras en ppm

CUADRO N° 7

REPORTE DE ABSORCIÓN ATÓMICA DEL CADMIO (Cd)

ASA	PESO	VOLUM	ALIC	DILUC	ABS	LECT	ppm	prom	OBS
									
<p align="center"><b>REPORTE DE ABSORCION ATOMICA</b></p> <p align="center"><b>EQUIPO AA 900</b></p>								Analista	Sandra
<p align="center"><b>Elemento Cd</b></p>								Fecha	25/09/2017
Bk					-1.19E-07				
0.00					0.00E+00				
0.01					0.00157				
0.02					0.00319				
0.05					0.00702				
0.1					0.01557				
Pt Pb-2 0.016%	0.2	200			0.02730	0.178	178		
Pt CZn-3 0.248	0.2	200	5	50	0.03476	0.228	228		
0.01ppm					0.00175	0.011			
BR(1)	1.006	50			0.00495	0.03	1.49	1.54	
BR(2)	1.001	50			0.00508	0.032	1.60		
BR(3)	1.005	50			0.00486	0.031	1.54		
A(1)	1	50			0.01156	0.082	4.10	4.13	
A(2)	1.009	50			0.01159	0.083	4.11		
A(3)	1.008	50			0.01185	0.084	4.17		
C1	1.007	50			0.00803	0.057	2.83	3.01	
C2	1.007	50			0.00855	0.061	3.03		
C3	1.007	50			0.00902	0.064	3.18		
1ppm					0.00195	0.012			

Fuente : Software Winlab 32 (Perkin Elmer)

3) **Parámetros Estadísticos de Validación para Cadmio(Cd) :**

$$\text{Desviación estandar relativa } RSD = \frac{S}{\bar{x}}$$

$$\text{Desviación estandar de la media } S_m = \frac{S}{\sqrt{N}}$$

$$\text{Coeficiente de variación } CV = \frac{S}{\bar{x}} (100\%)$$

$$\text{Varianza } S^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}{N - 1}$$

**CUADRO N° 8**

**PARÁMETROS ESTADÍSTICOS PARA EL CADMIO (Cd)**

muestra	Cc(ppm)	CC((ppm) –CC(prom))	(CC((ppm) – CC(prom)) <sup>2</sup>	S	RSD	Sm	Cv	S2
BR(1)	1,49	-0,05	0,0025					
BR(2)	1,60	0,06	0,0036					
BR(3)	1,54	0,00	0,0000					
	<u>1,54</u>		<u>0,0061</u>	0,0451	0,0292	0,0260	2,92	0,00305
				S	RSD	Sm	Cv	S2
A( 1)	4,10	-0,03	0,0009					
A (2)	4,11	-0,02	0,0004					
A(3)	4,17	0,04	0,0016					
	<u>4,13</u>		<u>0,0029</u>	0,031	0,0075	0,0180	0,7536	0,0015
				S	RSD	Sm	Cv	S2
C(1)	2,83	-0,18	0,0324					
C(2)	3,03	0,02	0,0004					
C(3)	3,18	0,17	0,0289					
	<u>3,01</u>		<u>0,0617</u>	0,143	0,0476	0,0828	4,7588	0,03085

**Fuente :** Elaboracion propia

Estandarizar la curva de calibración de acuerdo al rango de trabajo

### CUADRO N° 9

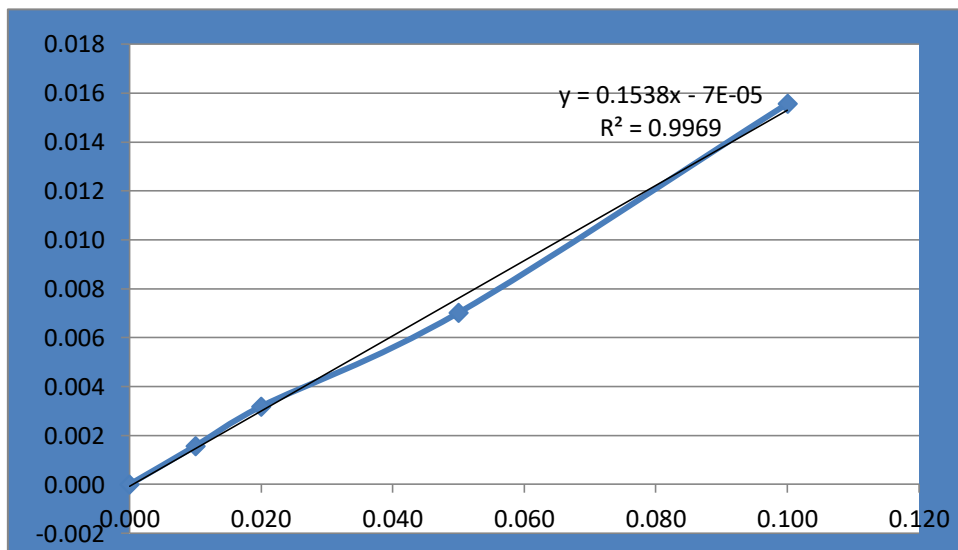
#### DATOS PARA CALIBRACIÓN DEL CADMIO (Cd)

Concentración ppm	Absorbancia UA
0,000	0,000
0,010	0,00157
0,020	0,00319
0,050	0,00702
0,100	0,01557

Fuente : Elaboración Propia

### GRAFICO N° 3

#### CALIBRACIÓN DEL CADMIO (Cd)



Fuente: Elaboración propia

**4) condiciones óptimas de trabajo :**

**Sensibilidad :** 0,0044/m

$$S = 0,0044/0,1538 = 0,028 \text{ mg/l}$$

Según el manual de Perkin Elmer para las condiciones óptimas de trabajo se muestra el siguiente cuadro:

**CUADRO Nº 10**

Wavelength (nm)	Slit (nm)	Relative noise	Characteristic Concentration mg/l	Characteristic Concentration Check (mg/l)	Linear range
228,8	0,70	1,0	0,028	2,00	2,00

$$\text{Desviación estándar: } S = \sqrt{\frac{\Sigma(x - \bar{x})^2}{n-1}}$$

**Límite de detección :** LD: 3,3 S

**Límite de cuantificación :** LQ: 10 S

Hallamos 10 blancos para poder determinar el límite de detección y límite de Cuantificación.

**TABLA N° 6**

**DATOS PARA DETERMINAR EL LÍMITE DE DETECCIÓN Y CUANTIFICACIÓN DEL CADMIO (Cd)**

<b>BLANCOS</b>	<b>SEÑAL (UA)</b>
<b>BCO 1</b>	0,0003
<b>BCO 2</b>	- 0,0007
<b>BCO 3</b>	0,0007
<b>BCO 4</b>	- 0,0008
<b>BCO 5</b>	- 0,0002
<b>BCO 6</b>	0,0004
<b>BCO 7</b>	0,0006
<b>BCO 8</b>	- 0,0003
<b>BCO 9</b>	- 0,0001
<b>BCO 10</b>	0,0002
<b>PROMED X</b>	<b>= 0,00001</b>
<b>S</b>	<b>= 0,000447</b>

**Fuente:** Elaboración Propia

**Límite de detección:**  $3,3S = 3,3 * 0,000447 = 0,00148$

**LD = 0,009 ppm**

**Límite de cuantificación :**  $10 * s = 10 * 0,00447 = 0,00447$

**LC = 1,40 ppm**



## VIII. EVALUACIÓN Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

### a) Para el Antimonio (Sb) :

- 1) **Linealidad en la curva de calibración.**- En la determinación del antimonio en ropas de bebe, se procedió a realizar la curva de calibración en un rango de 0,00 a 5,00 ppm, su gráfica muestra una linealidad con un coeficiente de correlación de  $r^2 = 0,9969$  siendo este un valor aceptable, es este un intervalo confiable, pues las muestras caen dentro de la curva.
- 2) **Límite de detección y cuantificación.**- Se encontró que el límite de detección fue de 1,59 ppm y su límite de cuantificación fue de 4,82 ppm. El rango lineal de la curva se puede ampliar hasta 30 ppm dados que los valores son bajos. Para aumentar la sensibilidad se trabajó con bolita de impacto, aumentando su sensibilidad de 2 a 3 veces que trabajando con un nebulizador normal.
- 3) **Límite permisible.**- Las muestras se tomaron por triplicado y al azar. La marca BR dio un promedio de 61 ppm (cuadro 1)  
La marca A dio un promedio de 32 ppm (cuadro 1)  
La marca C dio un promedio de 81 ppm (cuadro 1)  
De lo que se concluye que las marcas BR y A se encuentran dentro del rango  
La marca C sale del rango, pues el límite permisible es 60 ppm
- 4) **Desviación estándar (S) y coeficiente de variación (Cv).**- Las

muestras BR y A están muy por debajo del límite permisible, se observa que los datos de la muestra BR están más cercanos a la media pues su  $S = 0,8161$ , igualmente sucede con  $Cv = 1,34$  que nos muestra que los datos no están tan dispersos como en el caso de la muestra A cuyo  $Cv = 3,85$  y su  $S = 1,2323$

- 5) Distribución Normal.-** Para la muestra BR tomando en cuenta  $\bar{X} = 61$ ;  $S = 0,8161$  la probabilidad de error es de 5%, con un intervalo de confianza de 95%, sus límites son :

$$\bar{X} + 2S = 61 + 2 * 0,8161 = 62,3$$

$$\bar{X} - 2S = 61 - 2 * 0,8161 = 59,37$$

Para la muestra A, tomando en cuenta  $\bar{X} = 32$ ,  $S = 1,2323$ , cuyo intervalo de confianza es de 95%, los límites son :

$$\bar{X} + 2S = 32 + 2 * 1,2323 = 39,39$$

$$\bar{X} - 2S = 32 - 2 * 1,2323 = 24,60$$

**b) Para el Plomo (Pb) :**

- 1) Linealidad en la curva de calibración.-** En la determinación del plomo en broches de ropas de bebe, se procedió a realizar la curva de calibración en un rango de 0,00 a 5,00 ppm, su gráfica muestra una linealidad con un coeficiente de correlación de  $r^2 = 0,9998$  siendo este un valor aceptable, en este un intervalo las muestras caen dentro de la curva.
- 2) Límite de detección y cuantificación.-** Se encontró el límite de detección fue 1,40 ppm y su límite de cuantificación de 4,27 ppm, el

rango lineal de la curva se puede ampliar hasta 20 ppm, como lo indica el Manual de Perkin Elmer, para concentraciones bajas se trabaja con bolita de impacto para aumentar la sensibilidad.

**3) Límite permisible.-** Las muestras se tomaron por triplicado y al azar.

La marca BR dio un promedio de 123 ppm (cuadro 4)

La marca A dio un promedio de 99 ppm (cuadro 4)

La marca C dio un promedio de 109 ppm (cuadro 4)

Los valores sobrepasan los límites permisibles en las 3 muestras, de lo que se concluye que no puede ser la curva porque hay una marcada linealidad ni la limpieza del cabeza tampoco interferencias, puesto que cuando existen interferencias los valores estarían dispares.

Concluimos que el problema son los broches, pues supera el límite permisible que es 90 ppm.

**4) Desviación estándar (S).-** Se observa que cuanto más pequeña es la desviación estándar mayor será la concentración de datos alrededor de la media, para este caso consideramos solo la muestra A cuyo  $S = 0,8165$ .

**5) Coeficiente de variación (Cv).-** El valor de Cv para la muestra A es 0,82; lo que indica que no hay tanta dispersión en los datos.

**6) Distribución normal.-** Tomando en cuenta la muestra A, cuya  $X_{prom} = 99$ ,  $S = 0,8165$ , se deduce que la probabilidad de error es de 5% para un intervalo de confianza de 95%, tomando en cuenta

los límites :  $\bar{X}$

$$\bar{X} + 2S = 99 + 2 * 0,8165 = 100,63$$

$$\bar{X} - 2S = 99 - 2 * 0,8165 = 97,37$$

**c) Para el Cadmio (Cd) :**

- **Linealidad en la curva de calibración.**- En la determinación del cadmio en broches de ropas de bebe, se procedió a realizar la curva de calibración en un rango de 0,00 a 0,10 ppm, su gráfica muestra una linealidad con un coeficiente de correlación de  $r^2 = 0,9969$  siendo este un valor aceptable, se nota una ligera desviación.
- **Límite de detección y cuantificación.**- Se encontró su límite de detección fue 0,009 ppm y su límite de cuantificación de 1,40 ppm el rango lineal de la curva se puede ampliar hasta 20 ppm, como lo indica el Manual de Perkin Elmer, para concentraciones bajas se trabaja con bolita de impacto para aumentar la sensibilidad.
- **Límite permisible :**  
Las muestras se tomaron por triplicado y al azar.  
La marca BR dio un promedio de 1,54 ppm (cuadro 7)  
La marca A dio un promedio de 4,13 ppm (cuadro 7)  
La marca C dio un promedio de 3,01 ppm (cuadro 7)  
El límite permisible aceptable es de 75 ppm lo cual demuestra  
Que Las muestras no contienen contaminantes por cadmio.
- **Desviación estándar (S) y coeficiente de variación (Cv).**- Las

tres muestras de broches BR, A y C están muy por debajo de los límites permisibles. La desviación más pequeña es de la muestra A cuyo  $S = 0,0311$  puesto que sus datos están más cercanos a la media, lo mismo sucede con Cv, puesto que el valor para la muestra A es 0,7536 lo que indica que no hay tanta dispersión en los datos.

- **Distribución normal.**- Teniendo en cuenta la muestra A con  $X_{\text{prom}} = 4,13$ ,  $S = 0,0311$  cae dentro del intervalo de confianza de 95%, cuyos límites son :

$$\bar{X} + 2S = 4,13 + 2 * 0,0311 = 4,19$$

$$\bar{X} - 2S = 4,13 - 2 * 0,0311 = 4,07$$

Para la muestra BR cuyos valores de  $X_{\text{prom}} = 1,54$ ;  $S = 0,0451$  cuyo intervalo de confianza de 95% los límites son :

$$\bar{X} + 2 S = 1,54 + 2 * 0,0451 = 1,63$$

$$\bar{X} - 2 S = 1,54 - 2 * 0,0451 = 1,45$$

Para la muestra C cuyos valores de  $X_{\text{prom}} = 3,01$ ,  $S = 0,1434$ , la probabilidad de error es del 5%, para un intervalo de confianza de 95% cuyos límites son:

$$\bar{X} + 2 S = 3,01 + 2 * 0,1434 = 3,30$$

$$\bar{X} - 2 S = 3,01 - 2 * 0,1434 = 2,72$$

## **IX. CONCLUSIONES**

- 1) En el caso de los estándares de calibración y patrones se considera :
  - Para la preparación de Los estándares de calibración en absorción atómica se tiene en cuenta el rango lineal para cada analito, preparar de 3 a 4 estándares con ello se asegura una buena linealidad
  - Los patrones certificados o patrones internos aseguran que el equipo este calibrado correctamente y nos permiten validar los métodos para los analitos de interés
- 2) Para muestras de minerales, oro y chatarras considerar la concentración máxima para el analito y su límite de detección. Los análisis son por triplicado o duplicado, se considera pasar blancos para evitar contaminación ya sea por equipos o impurezas de reactivos con ello aseguramos la calidad analítica de los resultados tener en cuenta requerimientos del cliente, cumpliendo las condiciones de linealidad y calidad que establece la norma.
- 3) Las condiciones operativas e instrumentales del equipo se realizaron teniendo en cuenta los procedimientos del Manual de Perkin Elmer y de conformidad con las buenas prácticas de laboratorio.

Elmer y de conformidad con las buenas prácticas de laboratorio como indica la Norma ISO 17025:2005
- 4) Sobre el estudio del análisis exploratorio de determinación de metales pesados (Pb, Cd y Sb) en broches de ropa para bebe, como aporte a

la empresa se ha encontrado :

- En el caso del Plomo, todas las muestras analizadas presentaron valores superiores al límite permisible indicado por la NTP 324.001-3 (altamente significativo), esto indicaría posible riesgo de contaminación por plomo.
- En el caso del Cadmio, todas las muestras reportaron bajos valores comparables con los límites permisibles NTP 324.001-3 (no significativo) lo cual indicaría que no hay riesgo de contaminación por Cadmio.
- En el caso del Antimonio una sola muestra supera el límite permisible que aplica NTP 324.001-3, (altamente significativo) en tanto que las demás muestras registran valores no significativos, lo cual implica un mayor análisis.

## **X. RECOMENDACIONES**

1) Tanto los estándares de calibración como los patrones deben ser preparados cuidadosamente con precisión, exactitud y con una antigüedad máxima de dos meses para poder obtener una buena linealidad, considerar también que deben encontrarse dentro del rango de concentración en las que se encuentran las muestras a analizar.

2) Para muestras de minerales, geoquímicas, metalúrgicas, muestras de oro y chatarras que se leen en el laboratorio de absorción atómica Cuando y se tiene un conjunto de lecturas, se debe comenzar la lectura con las muestras de baja ley y cuando se trata de concentrados, se debe tener un lavado escrupuloso del cabezal, para evitar las interferencias por contaminación.

Tener en cuenta que el material (matraces aforados, pipetas, matraces, vasos) debe estar bien lavados para asegurar la calidad del ensayo puesto que el rango de trabajo es pequeño

3) Considerar de suma importancia las especificaciones contempladas en el manual PERKIN ELMER en cuanto al entorno de trabajo y operatividad del equipo en condiciones óptimas.

Trabajar con una buena ventilación en términos generales, Considerando que los vapores ácidos son corrosivos y contaminantes

Se debe utilizar gafas protectoras contra la radiación UV, sobre todo cuando se utiliza la llama óxido nitroso/acetileno que requiere de altas temperaturas.



Considerar fundamental la limpieza del sistema nebulizador-quemador, para una buena producción de vapor atómico y para que no existan impurezas en el quemador.

- 4) En cuanto a la preparación de muestra para el estudio exploratorio en la determinación de Pb, Cd y Sb en broches de ropa de bebe obtener un tamaño de partícula lo más homogéneo posible Y conseguir una Buena absorción al momento de la lectura

## XI. BIBLIOGRAFÍA

- 1) Douglas A. Skoog y F. James Holler. **Principios de Análisis Instrumental**. Madrid. Editorial Mc Graw Hill Interamericana – 1992 Quinta Edición.
- 2) Draper, N, R, and Smith, H. **Applied Regression Analysis**. New York, Ediciones Wiley – 1998 Tercera Edición
- 3) Lucas Hernández y Claudio Gonzales Pérez. **Introducción al Análisis Instrumental**. Barcelona. Editorial Ariel S.A. – 2002 Primera edición.
- 4) Rocha Castro E, **Principios Básicos de Espectroscopia**. México Editorial UACH – 2000
- 5) Martínez Roció y Palacio Carolina. **Determinación de Metales Pesados Cadmio y Plomo en suelos y granos de cacao frescos y fermentados mediante espectroscopia de Absorción Atómica de Llama**. Tesis para optar de grado de química. Colombia. Universidad Industrial de Santander – 2010
- 6) Sánchez Paz Laura Alejandra. **Determinación Cuantitativa del Plomo en Chiles enlatados mediante técnicas analíticas, nucleares y espectrometrías**. Tesis para optar de grado de química. México. Universidad Autónoma del Estado de México – 1991
- 7) Quino Israel Quino. **Determinación de Limite de Detección y Cuantificación Instrumental en elementos traza de aguas subterráneas**. Revista Boliviana de Química, vol. 24, (N° 1), **53 al 57** – 2007
- 8) Rodríguez Aurora, Espinal Georgina. **Niveles de plomo en sangre y factores de riesgo asociados en niños de 2 a 10 años en el Barrio Villa Francisca, Santo Domingo**. Revista Ciencia y Sociedad, Vol. XXXIII (N° 4) **595 – 609**. Octubre 2008
- 9) Ministerio de Salud – Digesa. Exposición al plomo <http://www.digesa.minsa.gob.pe>.. Consultado en Julio 2017
- 10) Organización Panamericana de La Salud. Determinación de la presencia de plomo <http://www.ops.org.bo>, consultado Octubre 2017
- 11) Oeko – Tex Seguridad Textil para niños <http://www.oeko.tex.com>>downloads, Setiembre 2017

# **ANEXOS**

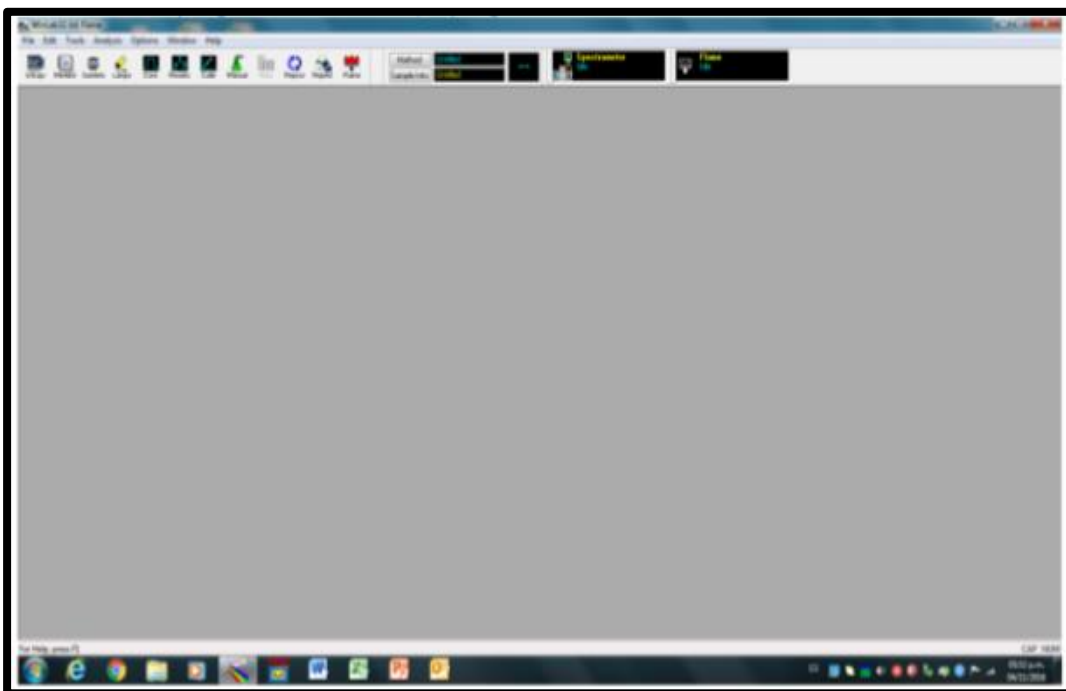
**a) Conocimiento del Manejo del Software Winlab 32 (Perkin Elmer)**

**1) Activar el software :**

- Encendido de la Pc.
- Darle click al programa winlab – 32, el programa está dividido en siete módulos.

**FIGURA N° 20**

**ACTIVACIÓN DEL SOFTWARE**

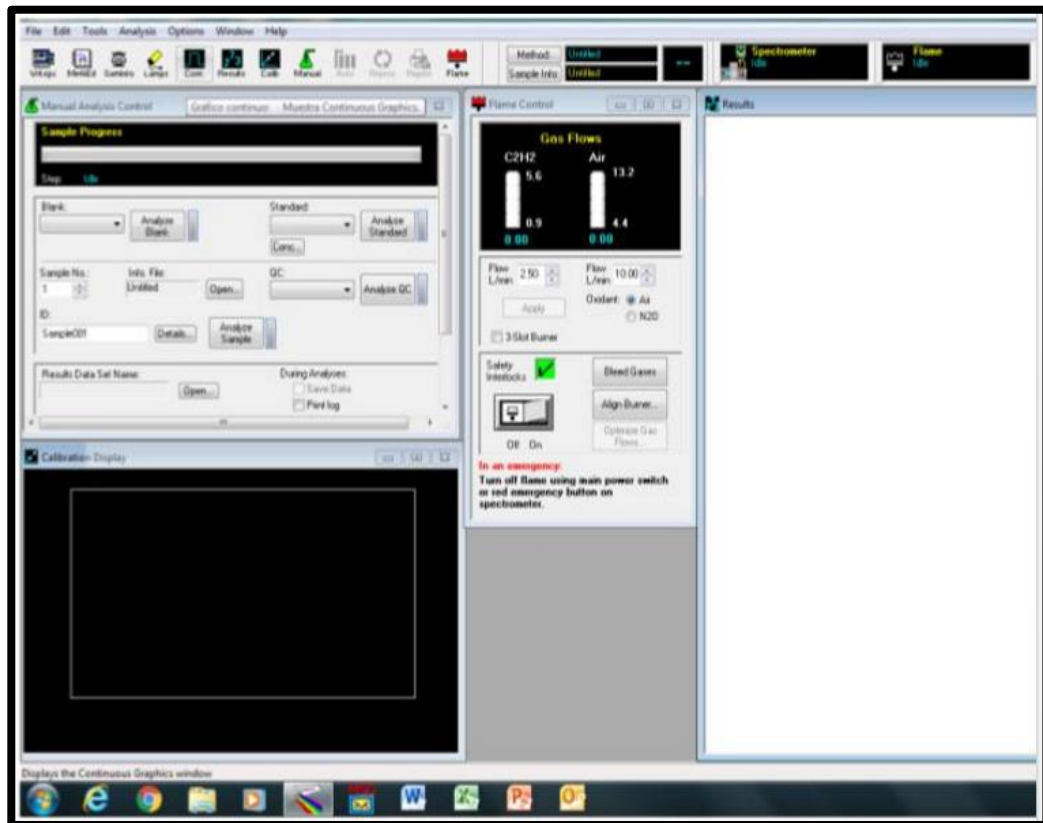


**Fuente :** Software Winlab 32 (Perkin Elmer)

- 2) **Módulos del programa.**- Podemos apreciar en la pantalla los módulos, método, condiciones de lámpara, curvas de calibración, flujo de gases, encendido, apagado de flama, saminfo.

**FIGURA N° 21**

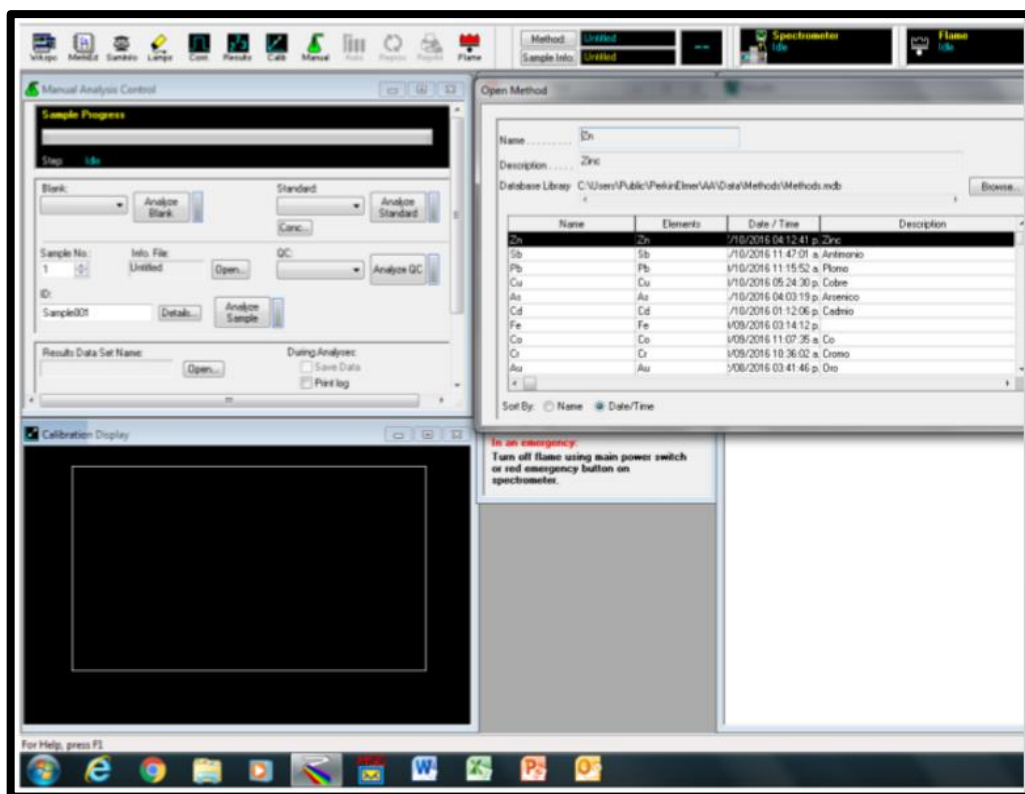
**MÓDULOS DEL PROGRAMA**



**Fuente :** Software Winlab 32 (Perkin Elmer)

- 3) **Método.-** Nos vamos a la opción método, se despliega una ventana donde están los elementos por su símbolo y su descripción indica la fecha en la que se realizó la última lectura como se aprecia, selecciona el elemento a leer.

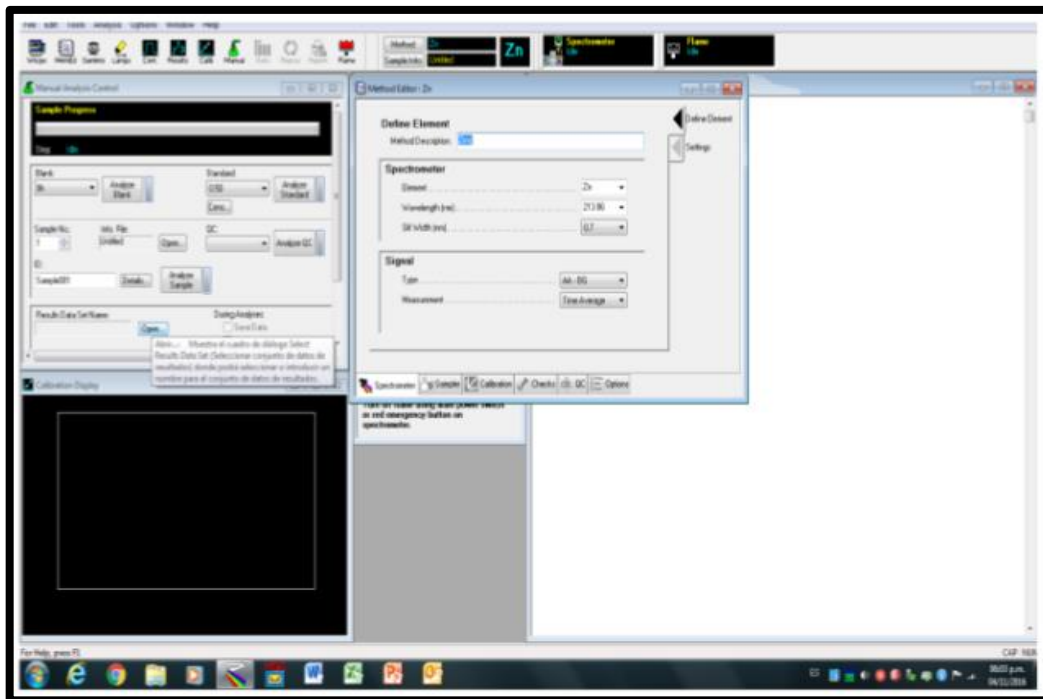
**FIGURA N° 22**  
**OPCIÓN MÉTODOS**



Fuente : Software winlab 32 (Perkin Elmer)

- b) **Los módulos.-** En el módulo método podemos visualizar 6 opciones: dar click en opción spectrometer se despliega una ventana que nos describe el: elemento longitud de onda, paso de luz abertura o slit, concentración, tipo de señal. Concentración (mg/L,ppm, %)

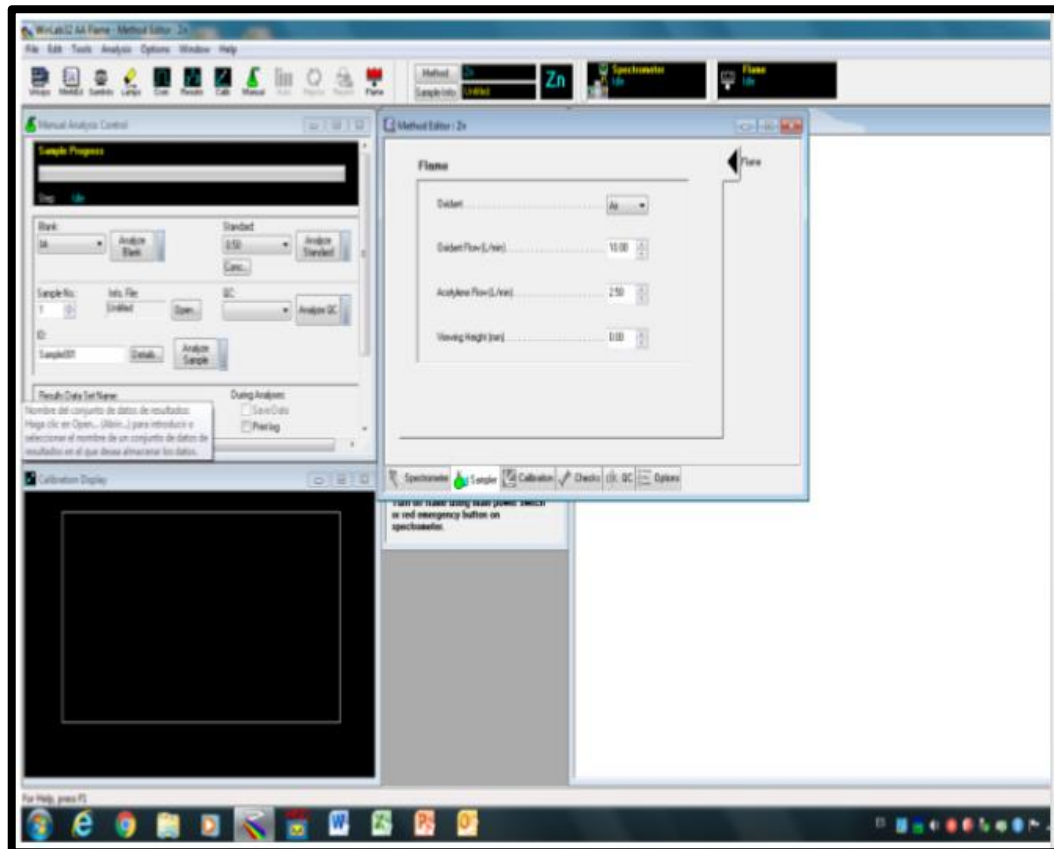
**FIGURA N° 23**  
**OPCIÓN MÓDULOS**



**Fuente:** Software winlab 32 (Perkin Elmer)

- 1) La opción sampler muestra la información de la flama: los flujos sea aire acetileno u óxido nitroso y cantidades recomendadas por el fabricante, estas cantidades pueden ser modificadas.

**FIGURA N° 24**  
**INFORMACIÓN DE LA FLAMA**



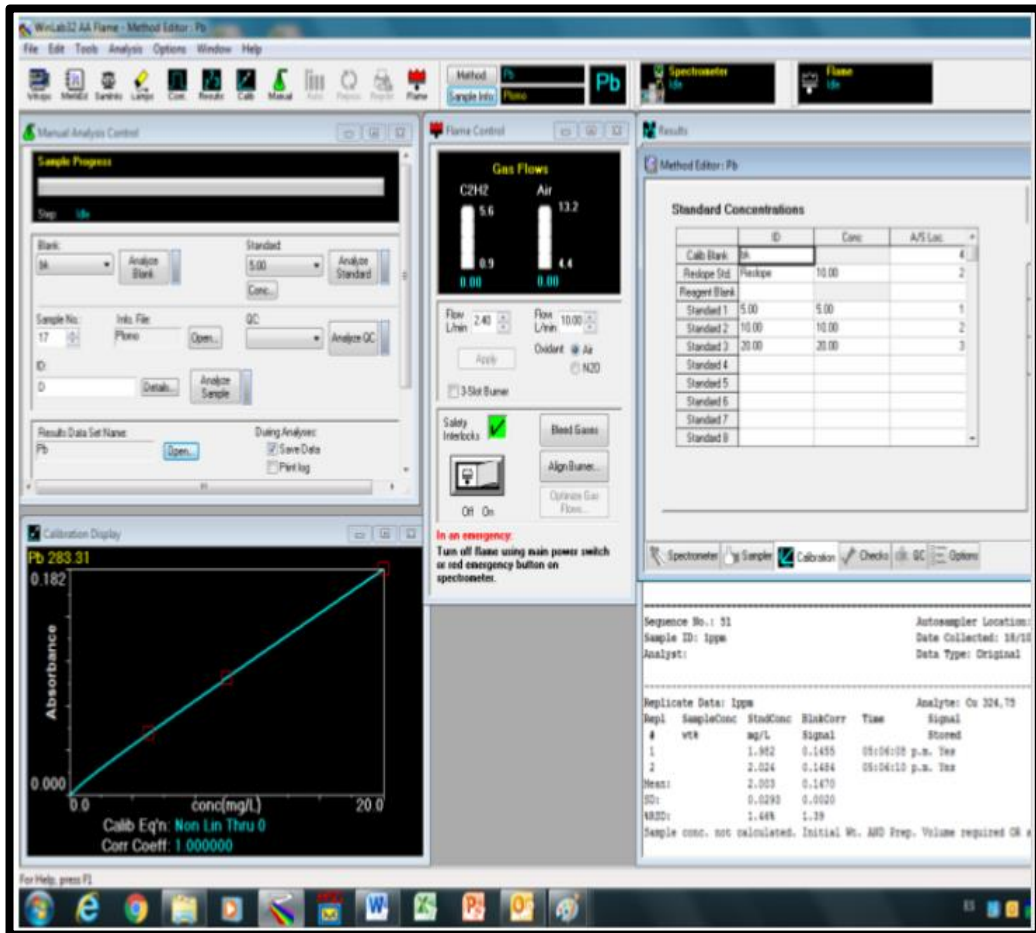
**Fuente :** Software winlab 32 (Perkin Elmer)

- 2) En la opción calibración, se despliega una ventana que nos permite ingresar las concentraciones de los estándares de acuerdo al elemento y concentración de muestras a analizar.



FIGURA N° 25

INGRESO DE LAS CONCENTRACIONES DE LOS STANDARES

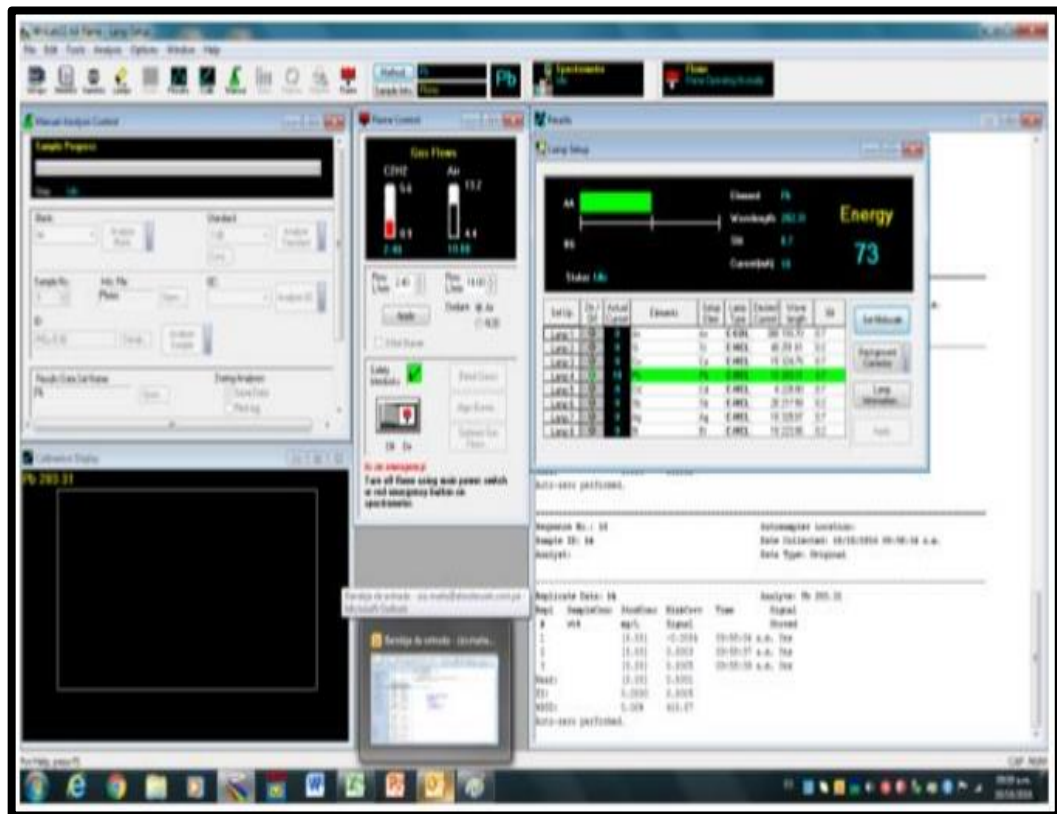


Fuente : Software winlab 32 (Perkin Elmer)

- 3) **Modulo lámpara** : al activar esta opción se abrirá una ventana que muestra elemento, tipo de lámpara, densidad de corriente, longitud de onda slit seleccionar el elemento a leer ,se activa la barra verde esperar 5 minutos aproximadamente para que caliente la lámpara, luego poner la flama en ON para iniciar la lectura

FIGURA N° 26

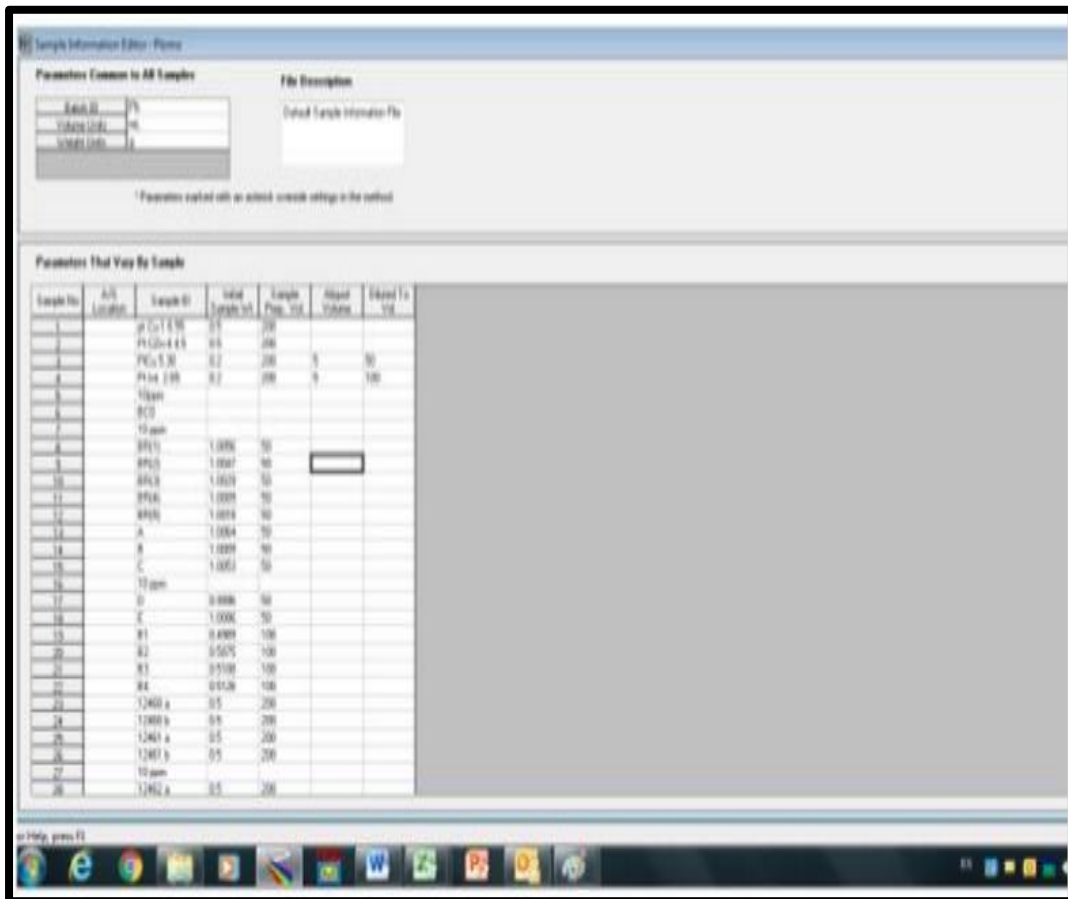
## MODULO LÁMPARA



Fuentes: Software winlab 32 (Perkin Elmer)

- 4) **Módulo Sampinfo:** nos permite ingresar la información de muestra de acuerdo al elemento, ingresamos: peso, volumen, factor de dilución.

**FIGURA N° 27**  
**MÓDULO SAMPINFO**

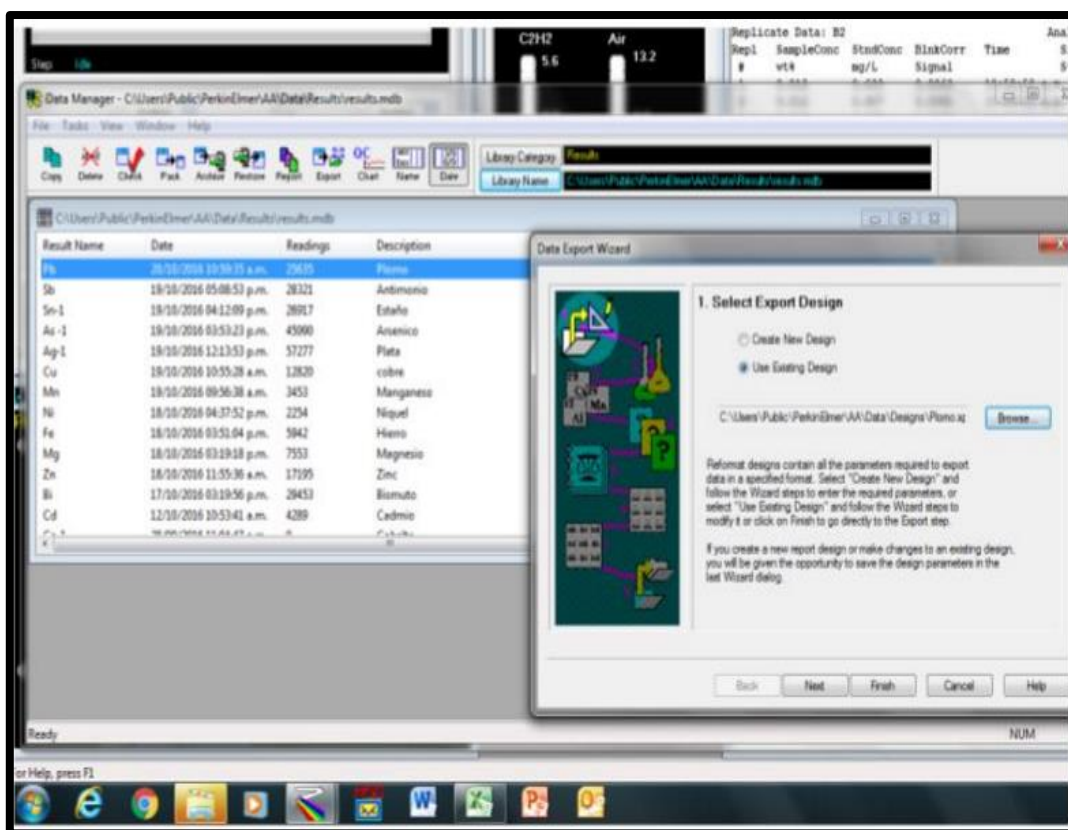


**Fuente:** Software winlab 32 (Perkin Elmer)

- 5) Curva de calibración y coeficiente de correlación.-** Al comenzar a leer en el equipo, se lee primero los blancos, los estándares, si la curva está bien calibrada y el coeficiente de correlación es óptimo 0,999 a 1,000; se procederá a leer las muestras.

FIGURA N° 28

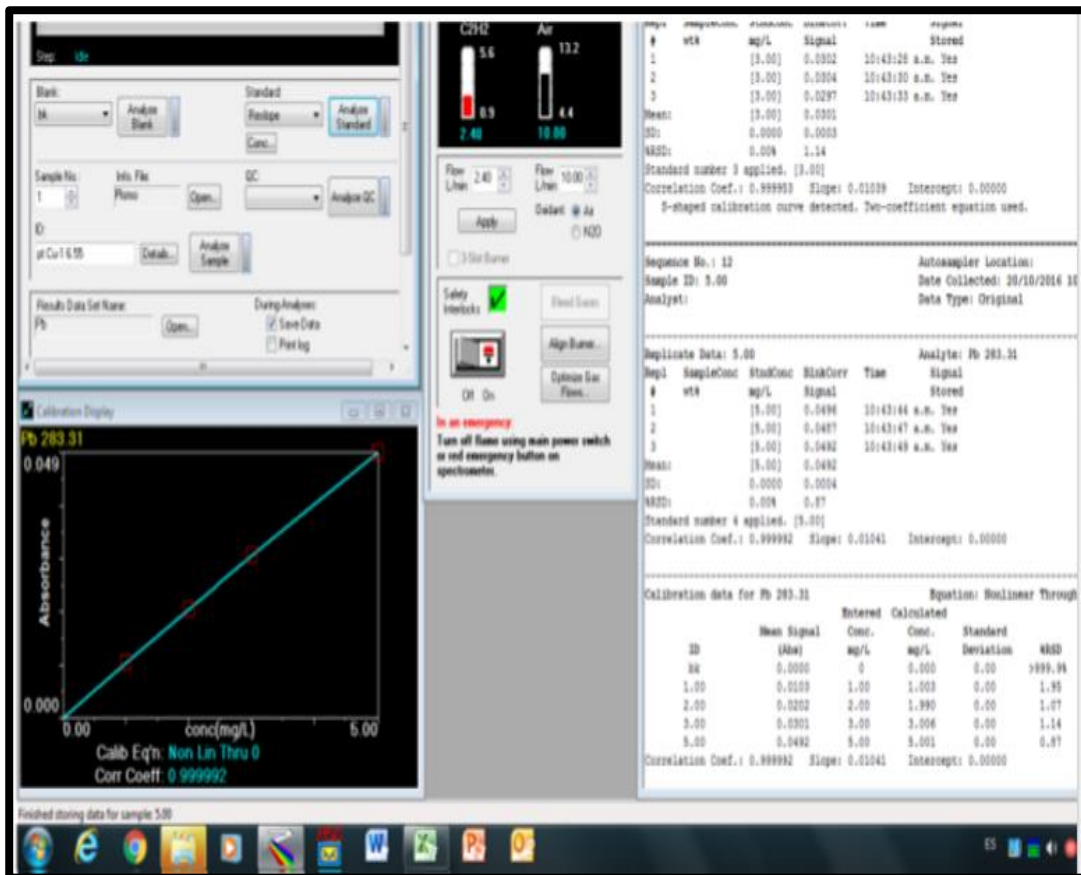
**CURVA DE CALIBRACIÓN Y COEFICIENTE DE CORRELACIÓN**



Fuente : Software winlab 32 (Perkin Elmer)

- 6) **Exportando lecturas.**- Nos permite llevar los resultados y visualizarlo en formato Excel, abrimos file–utilities–Data Manager, se abrirá una ventana la cual contiene los resultados de los elementos leídos, hora de inicio de lectura, ir a opción exportar, luego a usar diseño existente.

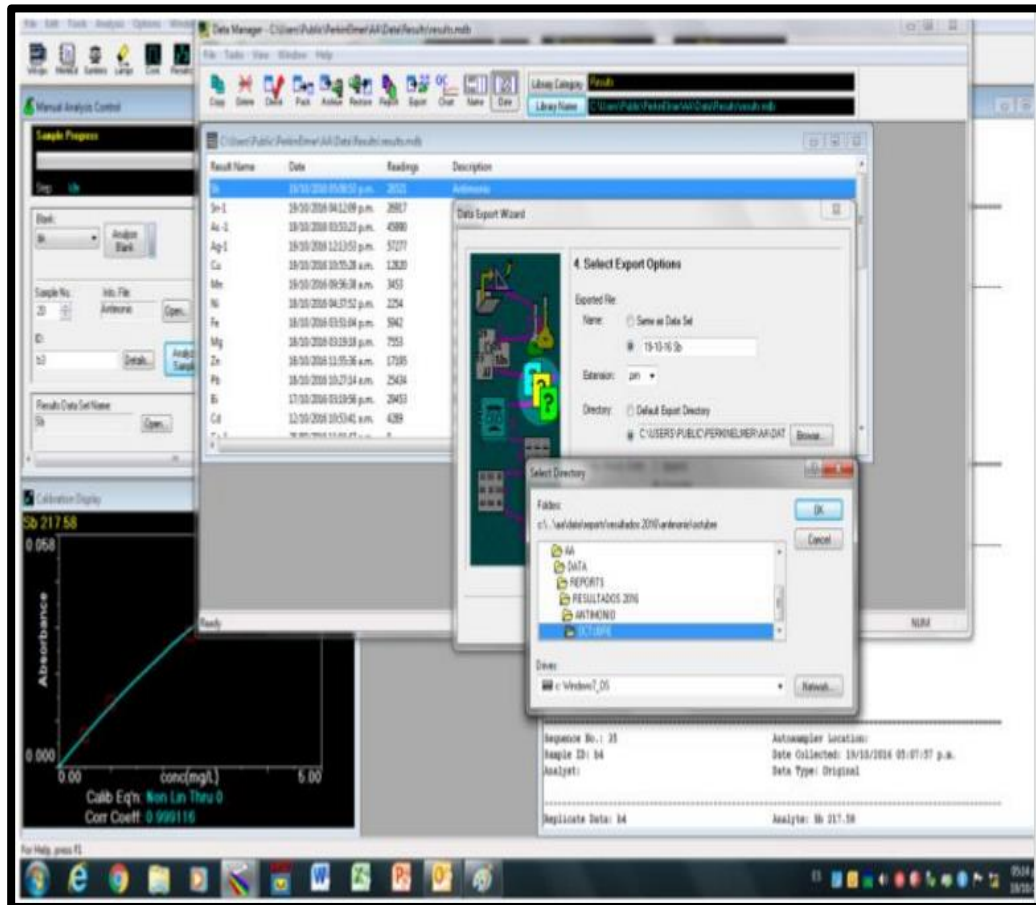
**FIGURA N° 29**  
**EXPORTANDO LECTURAS**



**Fuente:** Software winlab 32 (Perkin Elmer)

- 7) Luego seleccionamos los datos a exportar : fecha, elemento, se despliega un directorio que contiene información de los elementos y los meses, que se guardaran de acuerdo a las lecturas que se realicen finalmente exportar data y finish.

**FIGURA N° 30**  
**DATOS A EXPORTAR**



Fuente : Software winlab 32 (Perkin Elmer)