



ANÁLISIS DE MERCURIO EN PESCADO Y ALIMENTOS VEGETALES

ANÁLISIS DIRECTO SIN
DIGESTIÓN PREVIA

MERCURIO CON UN
GRAN RANGO
DINÁMICO

DIRECTO SIN EFECTO
MATRIZ

6 MINUTOS POR
MUESTRA

NO HAY QUÍMICA

TODAS LAS
INTERFERENCIAS ESTÁN
ELIMINADAS

Nuestro departamento de aplicaciones está a su servicio. Consúltenos para demostraciones, cursos de formación y webinars

Introducción

El Mercurio se encuentra presente en el medio ambiente en muy diferentes formas. Su forma principal es como Mercurio elemental en su forma gaseosa en la atmósfera, mientras la mayoría del Mercurio encontrado en el agua, sedimentos, suelo, plantas y animales está en su forma orgánica e inorgánica. Las fuentes naturales del Mercurio las constituyen volcanes, incendios forestales y la erosión de las rocas que lo contienen. Estos contenidos son pequeños comparados con las cantidades de Mercurio procedentes de las fuentes antropogénicas (actividad humana), combustión de fueles fósiles, incineración de residuos sólidos, minería y extracción, fabricación de cemento y el uso de celdas para la producción comercial de Cloro.

Las actividades que más contribuyen son la generación de energía procedente de centrales de combustibles fósiles. Estas, liberan como fruto de su actividad 50 toneladas al día de mercurio resultado de los efluentes generados en el proceso de combustión. (1)

Una vez liberado el Mercurio es absorbido en el suelo, entrando a formar parte de las cosechas de frutas y vegetales. También en las aguas superficiales, lagos, ríos y acuíferos, alcanzando los estuarios y el medio marino. En estos se transforma en su forma orgánica metilmercurio. (CH_3Hg^+) por la acción de organismos anaerobios.

El metilmercurio se introduce en la cadena alimentaria encontrándose normalmente en el pescado que ingerimos.

La organización EPA considera que hay evidencias suficientes para considerar el metilmercurio como tóxico y puede potencialmente cambiar (mutar) el material genético de un organismo. (2) En especial riesgo, se sitúan las mujeres y niños de corta edad dado que su desarrollo y el del feto es más sensible a los efectos del metilmercurio.

Por estas razones la organización EPA inició el “Clean Air Interstate Rule” (CAIR) (3) y “Clean Air Mercury Rule” (CAMR) (4) en dos fases para reducir la cantidad emitida de Mercurio en las plantas de producción de energía eléctrica desde 48 toneladas al año hasta 15 en el año 2018.

Estudio

El objetivo del presente estudio es evaluar la determinación directa de Mercurio Total en una variedad de plantas y alimentos sobre materiales SRM.

Muestra Matriz	Nombre SRM
Atún	BCR 463
Musculo de cazón	NCR DORM 2
Hígado de cazón	NRC DOLT3
Hojas de espinaca	NIST 1570A
Hojas de manzano	NIST 1515
Harina de trigo	NIST 8437

Instrumentación

El Analizador de Mercurio Hydra IIc (Teledyne Leeman) es el instrumento validado para este estudio. Este instrumento está destinado a la determinación de Mercurio Total en sólidos y líquidos, basado en los principios de descomposición térmica y amalgamado con detección final de Absorción Atómica de Vapor frío (CVAA). Como se describe en EPA Method 7473 (5) y ASTM Method 6722-01 (6) El Analizador Hydra IIc elimina la necesidad de reducción de las muestras, necesaria en los analizadores tradicionales, mediante la descomposición oxidante a alta temperatura para la liberación del mercurio en fase vapor en el estado elemental. El instrumento es capaz de disponer en el inyector automático muestras sólidas y líquidas de manera alternativa para su análisis sin necesidad de tratamiento de muestra. Esta aproximación suprime la necesidad de convertir el Mercurio a su estado iónico. Se eliminan por tanto los pasos químicos de digestión y reducción y con ello la inmensa mayoría de los residuos generados.



Principio Operativo

Una pequeña cantidad de material sólido (0.05-1.00 gramos, dependiendo de la concentración de Mercurio) se pesa en un recipiente de Níquel. Este recipiente se introduce en una atmósfera rica de oxígeno, donde se desprende toda una serie de productos de combustión incluyendo el Mercurio. Estos productos se arrastran por el oxígeno a la sección catalítica del horno. Cualquier halógeno, óxido de azufre u óxido de nitrógeno es atrapado por el catalizador. El agua generada en la combustión se elimina mediante un sistema “permapure”. El gas resultante alcanza entonces una celda donde el mercurio se amalgama quedando atrapado. Esta celda que contiene la amalgama es sometida a una rampa de temperatura liberando el Mercurio contenido que es arrastrado por la corriente de oxígeno. El Mercurio en su estado elemental alcanza la celda de paso óptico largo (alta sensibilidad) y luego la celda de paso corto (baja sensibilidad). La absorbancia de los átomos de Mercurio se mide a 253.7 nm. El límite de detección obtenido es 0.005 ng (nano gramos) con la celda de 25 cm, mientras con la celda de 2 cm se amplía el rango lineal hasta 20 µg (microgramos) de Mercurio.

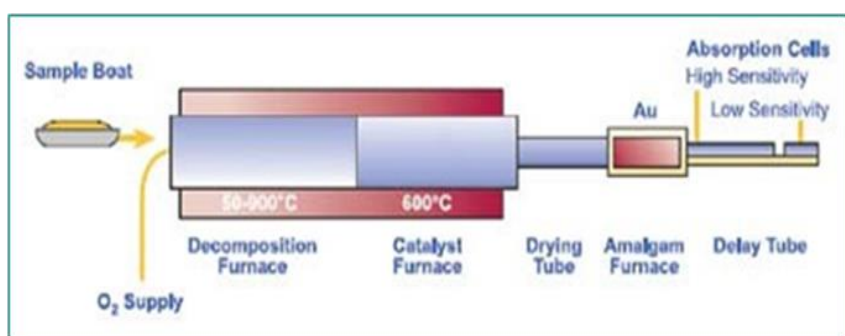


Figura 1. Esquema operativo del analizador.

Parámetros Analíticos Hydra IIc para todas las muestras analizadas

Parámetro	Valor
Peso de muestra	0.500 gr
Recipiente de muestra	Níquel
Temperatura/tiempo secado	300 °C durante 45 segundos
Temperatura/tiempo descomposición	800 °C durante 150 segundos
Temperatura/tiempo catálisis	600 °C durante 60 segundos
Temperatura desorción/tiempo	600 °C durante 30 segundos
Tiempo de medida	90 segundos
Flujo de oxígeno	300 mls/minuto

Calibración

El proceso analítico del modelo Hydra IIc supone la generación de Mercurio en su estado fundamental gaseoso, dado que la respuesta está configurada para que sea en función a los nano gramos de Mercurio amalgamados. Esto supone que puede calibrarse tanto con patrones acuosos como con los propios patrones de referencia SRM certificados. La matriz no influye en la calibración ya que la absorbancia final se obtiene tras haberla destruido. Gráficamente se puede observar mediante la curva de regresión obtenida (figura 2) procedente de muestras muy diferentes. (8)

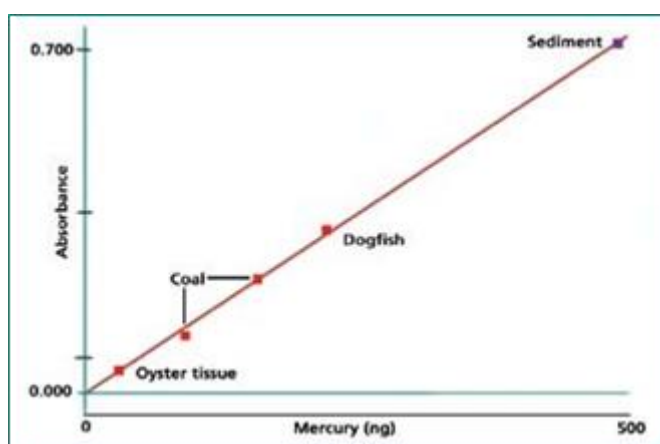


Figura 2. Resultados obtenidos de valores de Mercurio tratados con los mismos parámetros pero sobre diferentes matrices.

Para este estudio todos los resultados se han obtenido mediante la curva de calibrado procedente de patrones acuosos sobre matriz de Ácido Nítrico diluido.

Las curvas de calibrado de Mercurio obtenidas, tienen un rango lineal de 0-50 ng (nano gramos) y 50-500 ng (nano gramos). Se generan a partir de patrones acuosos de 0.1 y 1.0 ppm en Ácido Nítrico al 10% inyectando diferentes volúmenes en el recipiente de muestra de cuarzo.

La curva de 0-50 ng se obtiene con la celda de recorrido 25 cm de paso óptico. La celda de 2 cm de paso óptico da acceso a la curva en el rango de 50-500 ng.

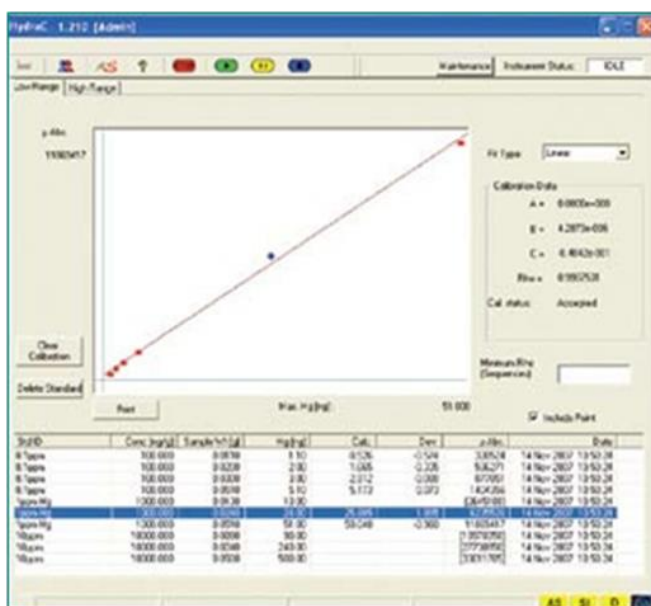


Figura 3. Curva 0-50 ng

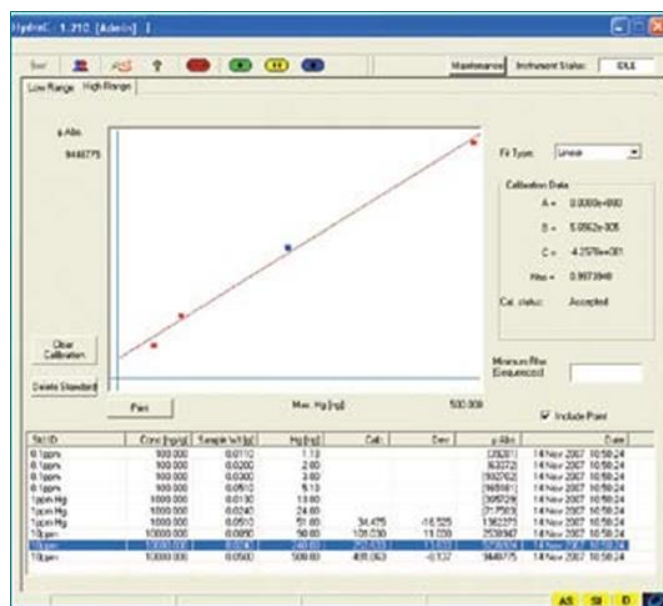


Figura 4. Curva 50-500 ng

La curva de la figura 3, se utiliza para analizar las muestras de alimentos y vegetales. Mientras que la curva de la figura 4, se utiliza para al análisis de atún y cazón.

Matriz muestra	Nombre CRM	Conc (ppm)	Encontrado (ppm)	Recuperación %
Atún	BCR 463	2,85	3,04	105
Cazón musculo	NRC Dorm 2	4,64	4,73	102
Hígado cazón	NRC Dolt 3	3,37	3,51	104
Hojas de espinaca	NIST 1570A	0.030	0.033	109
Hojas de manzano	NIST 1515	0.044	0.046	104
Harina trigo	NIST 8437	0.004	0.0042	105

Conclusión

El estudio muestra que la descomposición térmica, amalgamado y lectura por la técnica de absorción atómica en vapor frío (CVAA), genera una excelente correlación con los patrones de referencia para la determinación en toda una gama de diferentes productos SRM de materiales y plantas.

Una muestra puede ser analizada en 5 minutos utilizando patrones acuosos como calibración, lo que facilita y hace recomendable esta solución frente al método tradicional basado en la digestión previa y la reducción posterior de la muestra. Esto supone eliminar los pasos necesarios y sus interferencias generando un método universal e independiente de la matriz.

Referencias

- 1- Contaminación en las plantas de generación de energía. <http://en.wikipedia.org/wiki/Fossil.fuel.power.plant>
- 2- Efectos del Metil Mercurio. <http://en.wikipedia.org/wiki/Methylmercury>
- 3- EPA Clean Air Interstate Rule(CAIR). <http://www.epa.gov/CAIR/>
- 4- EPA Clean Air Merdury Rule (CAMR). <http://www.epa.gov/oar/mercuryrule/>
- 5- EPA Method 7473. <http://www.epa.gov/osw/hazard/testmethods/sw846/pdfs/7473.pdf>
- 6- ASTM Method D6722-01. <http://www.astm.org/standards/D7622.html>
- 7- Determinación de Mercurio total en cenizas volantes mediante descomposición térmica amalgamado acoplado con absorción atómica.
- 8- Determinación de Mercurio Total en suelos y sedimentos de rio mediante descomposición térmica y amalgamado acoplado con CV.

innovación
tecnológica
para
laboratorio

Rafer

www.rafer.es

Barcelona

93 645 50 28
barcelona@rafer.es

Bilbao

94 499 85 80
bilbao@rafer.es

La Coruña

981 93 89 26
galicia@rafer.es

Madrid

91 365 15 70
madrid@rafer.es

Málaga

639 359 792
malaga@rafer.es

Sevilla

954 369 334
sevilla@rafer.es

Valencia

96 340 48 00
levante@rafer.es

Zaragoza

976 23 74 00
rafer@rafer.es

Lisboa

21 154 19 98
lisboa@rafer.es