



ANALIZADOR DE MERCURIO CVAAS QUICKTRACE™ M-7600

# ANALISIS DE MERCURIO EN AGUA DE MAR COSTERA BCR-579

**EPA MÉTODO 245.7**

---

**90 SEGUNDOS POR  
MUESTRA**

---

**3 MINUTOS POR  
MUESTRA**

---

**DOBLE HAZ**

---

**FUENTE  
ALIMENTACIÓN  
RETROALIMENTADA**

---

**GLS PATENTADO**

---

**SISTEMA  
PERMAPURE**

---

**BOMBA DE 12  
RODILLOS**

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

Rendimiento - Basado en la determinación de mercurio en agua de mar costera, BCR - 579, EPA método 245.7, mediante el Analizador de Mercurio CVAAS Modelo QuickTrace™ M - 7600 90 segundos por muestra.

Jeff Forsberg  
Responsable de producto  
Teledyne Leeman

Brian Cook  
Especialista de producto de Mercurio  
Teledyne Leeman

## INTRODUCCIÓN

El análisis de agua de mar es una parte crucial de la supervisión ambiental. Sin embargo, pueden presentar muchos obstáculos para el analista. Esta determinación es una poderosa herramienta para recopilar información en relación con el ecosistema. Contaminación, interferencias y preparación de la muestra son algunos de los principales obstáculos que pueden surgir cuando se analiza mercurio en este nivel.

El Mercurio es un contaminante frecuente y se asocia al uso industrial y como principal característica a destacar es su dio acumulación. El propósito de esta nota de aplicación es validar la capacidad del Analizador CVAAS QuickTrace™ M-7600 en el rango de ng/L. La validación se lleva a cabo mediante el análisis de agua de mar costera BCR-579 como material de referencia y según el método EPA método 245.7, revisión 2.0: Mercurio en agua mediante Espectrometría de fluorescencia atómica de vapor frío.

## INSTRUMENTACIÓN

QuickTrace™ M-7600 es el analizador basado en la espectrometría de absorción de vapor frío (CVAAS) para la obtención de datos cuantitativos fiables de matrices simples y complejos. El rango de trabajo para el analizador QuickTrace™ M-7600 es de < 0,5 ng/L a > 500 µg/L. Esta gama dinámica cuantitativa le permite abordar una amplia gama de sustratos de muestra sin dilución o preconcentración.

El QuickTrace™ M-7600 junto a un muestreador automático que le permite el análisis de un listado de trabajo sin intervención del operador. Adicionalmente se compone de una bomba peristáltica integrada de 12 pistones y cuatro canales para la adición en línea del reactivo sobre la muestra y la reducción en sistema cerrado. La muestra reducida entonces fluye hasta un separador Gas-Líquido (GLS), donde el Argón extrae el Mercurio en su estado elemental y lo arrastra hasta el detector. Antes el mercurio pasa a través del cartucho de secado Perma Pure® para alcanzar la celda donde se

detecta a 253,7 nm. El control desde el software del instrumento incluye el flujo de argón, lámpara, control de la bomba y lavado inteligente cuando existe sobre nivel. La optimización de estos parámetros permite el aumento o disminución de la sensibilidad.

The screenshot displays the 'Conditions' menu of the QuickTrace M-7600 software. It lists several parameters with their current values and control options:

Parameter	Value	Control Type
Gas Flow (ml/min)	80	Dropdown
Pump speed (%)	80	Dropdown
Sipper depth (mm)	145	Dropdown
ASX Rinse Pump Speed (%)	80	Dropdown
Sample uptake time (s)	25	Text Input
Rinse time (s)	65	Text Input
Read delay time (s)	39	Text Input
Replicate read time (s)	1.5	Text Input
Replicates	4	Dropdown
Auto adjust replicate read time	<input checked="" type="checkbox"/>	Checkbox
Profile Replicate %RSD	0.00%	Text Input
Abort on Over Range	<input type="checkbox"/>	Checkbox
Over Range Abort Threshold	10000000	Text Input (µAbs)

## EXPERIMENTAL

El QuickTrace™ M-7600 está controlado por el software QuickTrace™. La optimización de parámetros permite la cuantificación de Mercurio en el rango de ng/L. El objetivo de esta aplicación consiste en optimizar los parámetros del instrumento utilizando el método EPA 245.7 rev. 2.0 para cuantificar el mercurio en el rango de ng/L. La muestra de agua de mar costera BCR-579, se adquirió del Instituto de materiales de referencia y mediciones. El material de referencia certificado fue tomado por el departamento de química de la Marina Real de países bajos (Marsdiep) a 10M de profundidad. Este material de referencia se almacena en una botella de 1L de cristal y se agita durante 1 minuto.

El exterior de la botella se enjuagó con agua desionizada Ultra-Pura para eliminar las partículas de sal que pudieran haberse adherido a la superficie externa. Las muestras fueron digeridas y analizadas en tubos de centrifuga de polipropileno de capacidad 50 mL.

La disolución de Bromato de Potasio / Bromuro de Potasio se prepara diluyendo la disolución comercial 1N Br / 1N BrO<sub>3</sub> con 90 mL de HCl para hacer una disolución 0.1N mono Cloruro de Bromo (BrCl). Las muestras fueron preservadas en los viales de muestra con Ácido Clorhídrico y digerido con 0.1N solución BrCl, seguida de reducción con Hidroxilamina al 12%.

La reducción del Mercurio inorgánico a Mercurio elemental se lleva a cabo en línea por adición de una disolución de 10% de Cloruro de Estaño en Ácido Clorhídrico al 7%, a un flujo de 4,8 mL/min 80% de velocidad de la bomba.

Se analizan siete replicas con los controles apropiados de calidad para validar el instrumento. El tiempo de análisis total fue aproximadamente de 39 minutos, el análisis de cada muestra dura aproximadamente 90 segundos. Optimizando las condiciones resulta posible utilizar sólo 5 ml de muestra por análisis. Una calibración de siete puntos, incluyendo cinco patrones y dos blancos.

La verificación de la calibración y el blanco inicial de calibración junto con los patrones se prepararon con Ácido Clorhídrico de 1:1 (v/v), solución de BrCl, y la disolución de Cloruro de Hidroxilamina.

Tomando alícuotas de la disolución de 1000 ng/L se preparan los patrones de Mercurio en el rango de 5 ng/L a 100 ng/L. El Mercurio se detecta a la longitud de onda 253.7 nm.

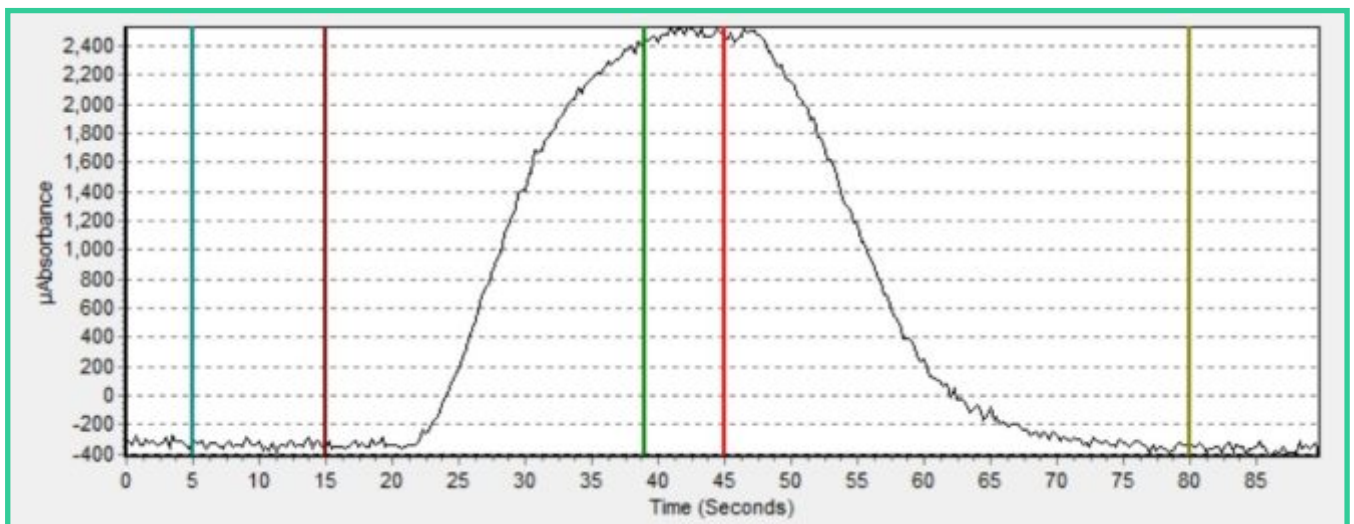
La muestra patrón de referencia BCR-579 está certificada en 1,9 ng/kg con una incertidumbre de  $\pm 0,5$  ng/kg.



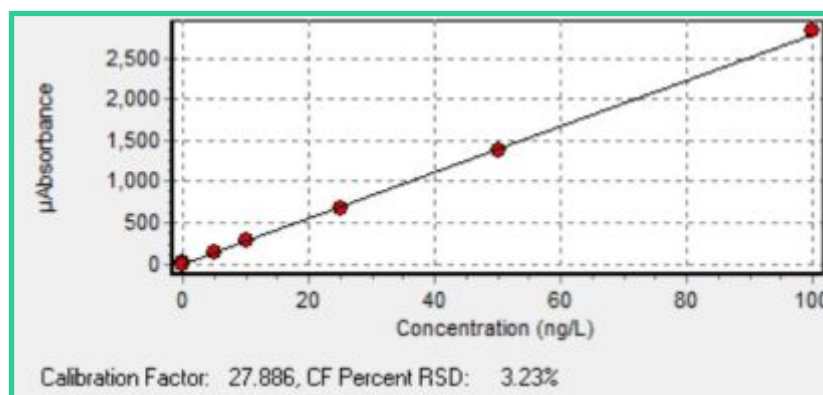
## ESTANDARIZACIÓN DE LA CALIBRACIÓN

Los patrones de calibrado se preparan con alícuotas de un patrón de trabajo de 1000 ng/L, mediante diluciones seriadas con un volumen final de 50 mL. Alícuotas de 0.25 mL, 0.5 mL, 1.25 mL 2,5 mL y 5,0 mL de la disolución patrón de 1000 ng/L con 5 mL 1:1 Ácido Clorhídrico grado trazas metálicas y enrasado con agua destilada. Las concentraciones de los patrones de calibración obtenidos son 5.0, 10.0, 25.0, 50.0 y 100.0 ng/L. Los patrones se ajustan con la matriz añadiendo 0,5 mL de disolución 0.1N BrCl solución y 0,05 mL de 12% de la disolución de Hidroxilamina. La calibración se inicia por el blanco y luego por los patrones de menor a mayor concentración.

Cada pico se integró durante 6 segundos, generando la curva de calibrado y los valores de linealidad.



Perfil de pico patron 100 ng/L



Calibración EPA 245.7

## PROCEDIMIENTO

Después de agitar bien la botella muestra de 1 litro de capacidad, se toman 50 mL de la muestra BCR-579, en un tubo de centrífuga de polipropileno que contiene 5,0 mL de disolución Ácido Clorhídrico 1:1 para preservar la muestra. La muestra se oxida luego con 0,5 mL de 0.1N solución BrCl. El vial sellado e invertido se deja reposar durante 30 minutos, asegurando que la solución sigue siendo amarilla y que fueron oxidados los compuestos orgánicos. La muestra entonces es reducida manualmente al añadir 0,05 mL de Hidroxilamina al 12%, sellado e invertido y dejándola reposar durante cinco minutos. Puesto que el agua de mar costera tenía un volumen final de 55 mL, los valores se corrigen para esta dilución con el Ácido Clorhídrico (HCl). Esto puede evitarse añadiendo 5mL de agua des ionizada a los patrones de 50 ml y los controles de calidad para mantener uniforme volumen final.

Los tubos de muestra se colocan en la bandeja del muestreador y se analizan.

El Mercurio inorgánico fue reducido a Mercurio elemental en línea con una disolución de Cloruro de Estannoso al 10 % en Ácido Clorhídrico al 7 % tomada a 4,8 mL/min a 80% velocidad de la bomba.

La señal de altura de pico de cada muestra se integra 6 segundos. La verificación de la calibración inicial, la precisión de calibración inicial en blanco y recuperación, la precisión constante y recuperación, el patrón de verificación continua de calibración, blanco fortificado de laboratorio se analizan para validar la estabilidad instrumental y detectar cualquier inconsistencia del método.

La verificación de la calibración inicial se prepara con una alícuota de 0,5 mL del patrón de 1000 ng/L de trabajo en una solución de matriz ajustada para dar una concentración de 10 ng/L. Cada control de calidad se elabora de la misma manera.

La recuperación y la precisión inicial, obtiene recuperaciones de 97,66% a 106.98% con una RSD de 4.0%. La precisión y recuperación continuada obtiene valores de 100.55 a 102.62%. La matriz y el duplicado de matriz fortalecido se preparan con alícuotas de 0,5 mL del patrón de trabajo de 1000 ng/L para obtener una concentración de 10 ng/L. (recuperaciones fueron MS = 95,8%; MSD = 97,1% con RPD en 1.39%).

## RESULTADOS

El uso del analizador de mercurio QuickTrace™ M-7600 para la medición de mercurio a niveles traza es una técnica analítica efectiva que permite la obtención de resultados analíticos cuantitativos fiables. El optimizado del flujo del gas portador, velocidad de la bomba, tiempo de admisión de muestra y tiempo de lavado permite la calibración, controles de calidad y el análisis de las muestras sobre un amplio rango dinámico.

El tiempo de análisis reducido ahorra costes operativos, tiempo de analista y minimiza el mantenimiento del instrumento.

Mercurio total en agua de mar a nivel de traza ng/L se recuperó fácilmente mediante la utilización de los diferentes instrumentos de configuración del analizador de Mercurio M-7600 QuickTrace™. El desarrollo de método con el software QuickTrace™ incluye calibración, controles de calidad y recuperación. Un estudio separado de MDL se realizó conforme a 40 CFR parte 136 Apéndice B, dando por resultado un ultra-trace MDL de 0.75 ng/L para el instrumento con valores asociados a esta nota de aplicación.



Como resultado, el mercurio total puede ser determinado con exactitud y cuantificado. El análisis de 7 patrones replicados y digeridos de material así como los valores de desviación estándar fueron calculados. Los resultados de  $1.78 \text{ ng/kg} \pm 0.3$  se muestran a continuación.

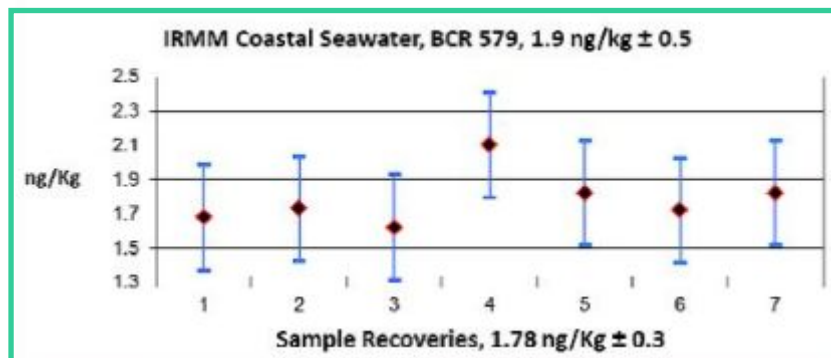
Resumen ng/Kg

1	1.68
2	1,73
3	1.62
4	2.10
5	1.82
6	1.72
7	1.82

IMMR agua de mar costera, BCR 579,  $1,9 \text{ ng/Kg} \pm 0,5$

Media = 1.78
Incertidumbre = 0.307
N = 7
SD = 0.157
%RSD = 8.778

El patrón de referencia BCR-579 tiene una concentración certificada de  $1.9 \text{ ng/kg}$  con una incertidumbre de  $\pm 0,5 \text{ ng/kg}$ . El valor de este material de referencia es la media de seis valores, cada uno la media de un conjunto de resultados obtenida de un laboratorio diferente. Los valores de incertidumbre corresponden a un nivel de confianza al 95% y se calculó de siete repeticiones de material de referencia estándar analizados en el analizador modelo M-7600 QuickTrace™ utilizando cuatro lecturas replica en altura de pico de cada una de las 7 muestras.



Puede presentar contaminación en los niveles de ultra-traza y conducir a resultados inexactos. Por lo tanto es importante poner atención en minimizar la contaminación de reactivos, agua ultra pura, y material de laboratorio.

El desarrollo de los parámetros optimizados y la preparación de muestra permite al analizador de Mercurio QuickTrace™ M-7600 cuantificar las cantidades de Mercurio en el rango  $\text{ng/L}$  obteniendo datos cuantitativos fiables.

## REFERENCIAS

EPA DE ESTADOS UNIDOS. Método 245.7, mercurio en el agua por Vapor frío  
Espectrometría de fluorescencia atómica

