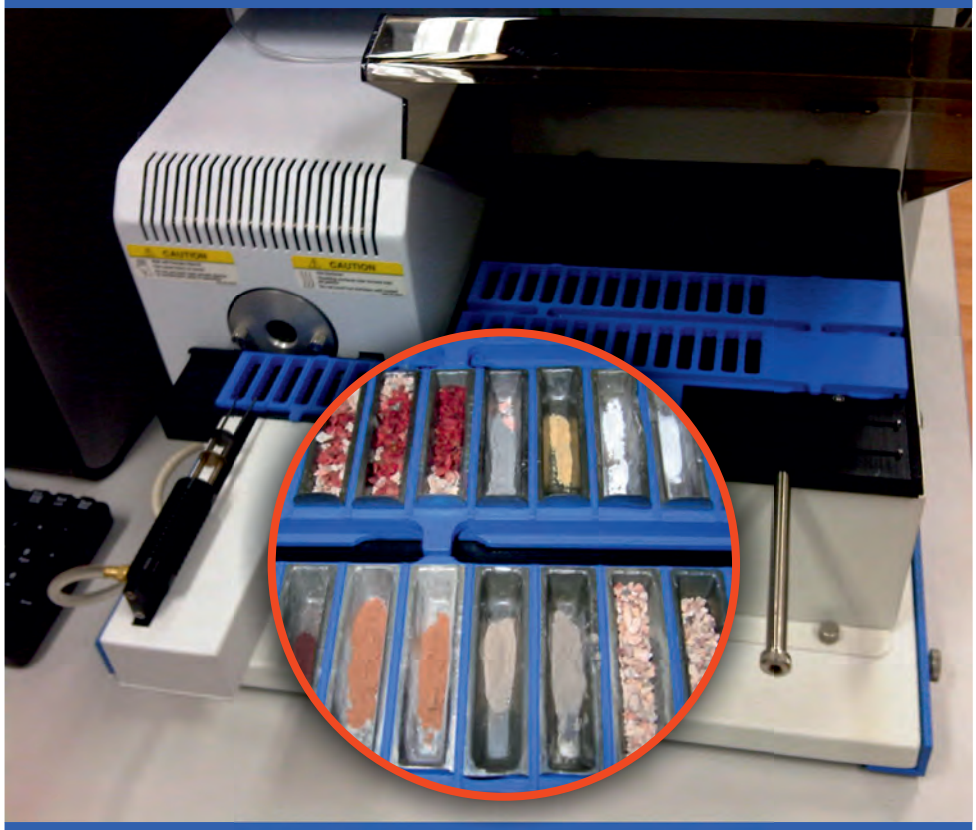

Analizador Mercurio Hydra II C de **Teledyne Leeman Labs**

MEDIDA DIRECTA DE MERCURIO EN MUESTRAS MEDIOAMBIENTALES SIN DIGESTIÓN DE MUESTRA

RESULTADOS EN 5 MINUTOS

SIN PREPARACIÓN DE MUESTRA

SIN GENERACIÓN DE RESIDUOS

TODAS LAS MATRICES SE PROCESAN DE MODO IDÉNTICO

VÁLIDA PARA SÓLIDOS Y PARA LÍQUIDOS

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

Comparativa de la aproximación de Análisis directo y Reducción previa digestión y CVAA

innovación tecnológica para laboratorio Rafer

El Analizador Hydra IIC es una solución analítica basada en la descomposición térmica, amalgamado y detección vía CVAAS. Esta solución se combina con los analizadores M7600 y M8000 basados en reducción y detección mediante CVAAS y CVAFS

INTRODUCCIÓN

El Mercurio ya ha sido reconocido desde hace mucho tiempo como un importante contaminante global. Organizaciones gubernamentales e investigadores estiman su impacto sobre nuestro ecosistema.
A diferencia de otros contaminantes, el Mercurio es móvil, no biodegradable y bioacumulable, es por ello una preocupación global. En un esfuerzo para conocer las fuentes de su origen y los efectos de la bioacumulación del Mercurio Hg, los investigadores precisan medirlo en una amplia variedad de muestras incluyendo aire, agua, suelo, pescado, aves, mamíferos, alimentos, fertilizantes y petróleo por nombrar solo algunos.

Históricamente la mayoría de los análisis han sido efectuados mediante digestión previa de las muestras, en algún caso sólidas mediante una combinación de ácidos minerales fuertes y agentes oxidantes para liberar el Mercurio y transformarlo en un líquido. Este Mercurio libre en fase líquida (Hg^{+2}) se reduce a químicamente a Hg^{0}, normalmente con cloruro estannoso y purgado hasta un detector de Absorción Atómica. Esta aproximación se conoce como Absorción Atómica de Vapor Frío CVAA muy utilizada hoy en día. Otra de las variantes es la detección mediante Fluorescencia Atómica (CVAF) la cual aporta mejoras en límite de detección y rango dinámico.

Este artículo describe la aproximación que permite medir el contenido de Hg en muestras sólidas y líquidas sin necesidad de digestión previa. Esta aproximación se basa en la descomposición térmica (combustión) de la muestra antes de la medida del contenido de Hg. Esta técnica habilita al investigador al análisis de una amplia variedad de muestras (incluyendo líquidos) sin modificaciones en la metodología.

Figura 1 - Analizador de Mercurio HydraII-C, basado en descomposición térmica.

TÉCNICA DE DESCOMPOSICIÓN TÉRMICA

Para recoger todos los beneficios que supone la aproximación de descomposición térmica asociada al análisis de Mercurio, es preciso examinar las exigencias a la digestión de muestra antes de la determinación CVAA en más detalle. Los protocolos de digestión de muestra para CVAA pueden encontrarse en una gran variedad de metodologías medioambientales como métodos EPA 245.1, 245.5, 7470A, 7471B.

El instrumento con el que se confecciona este artículo es el Hydra-IIC Teledyne Leeman Labs (Figura 1).

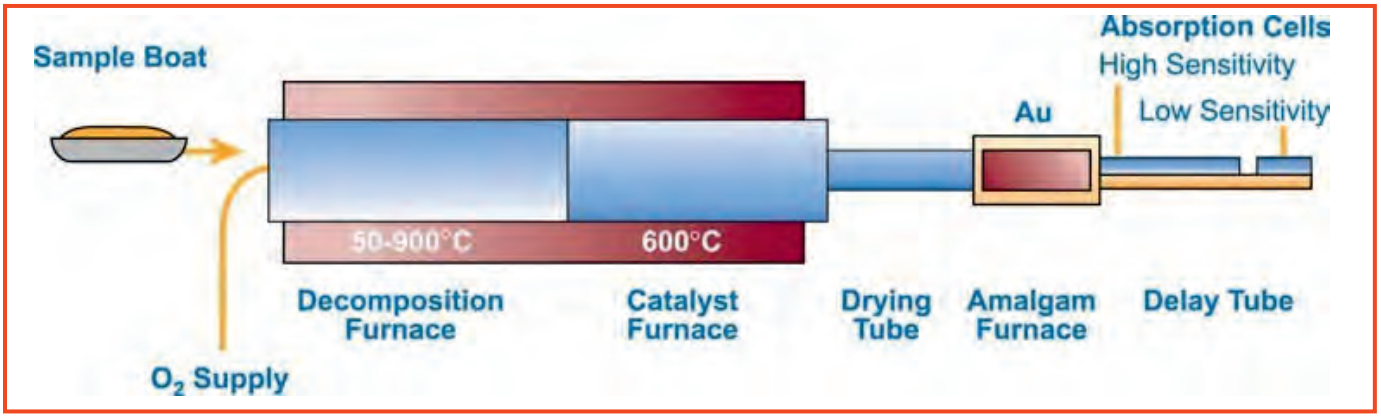

Figura 2 - Proceso analítico Hydra II C

El analizador Hydra-IIC es un sistema completamente automático que emplea la descomposición térmica como describe el método EPA 7473 y el método ASTM 6722-01. La Figura 2 representa el proceso analítico del Hydra-IIC. Un pequeña cantidad de muestra, normalmente 0.05 a 1 gramo, se pesa y deposita en un recipiente de muestra. El peso de muestra se introduce en la secuencia del Analizador Hydra-II C el recipiente es introducido en el horno y el oxígeno empieza a fluir a través de la muestra. La muestra se somete a un programa de dos etapas; el primero el secado de la muestra y el segundo el paso de descomposición.

Los gases desarrollados atraviesan el catalizador calentado para generar Mercurio mientras se retienen los halógenos, óxido de nitrógeno, y óxidos de azufre. El resto de los subproductos de la combustión incluyendo el Mercurio Elemental (Hg^0) atraviesan una amalgama de oro donde el Mercurio elemental se atrapa y concentra. Tras el paso de amalgamado, la trampa se calienta para devolver el Mercurio al flujo de gas que lo transporta hasta el espectrómetro de absorción atómica.

CALIBRACIÓN

Con la técnica de descomposición térmica el proceso de calibración es simple y puede ejecutarse tanto con patrones líquidos como sólidos. La Figura 3, muestra una curva de calibración lineal de una variedad de diferentes materiales de referencia certificados (CRM).

La curva de calibrado puede generarse igualmente mediante patrones acuosos y utilizar los patrones sólidos como chequeos de control de calidad. Pueden analizarse una gran variedad de muestras sin necesidad de re calibración.

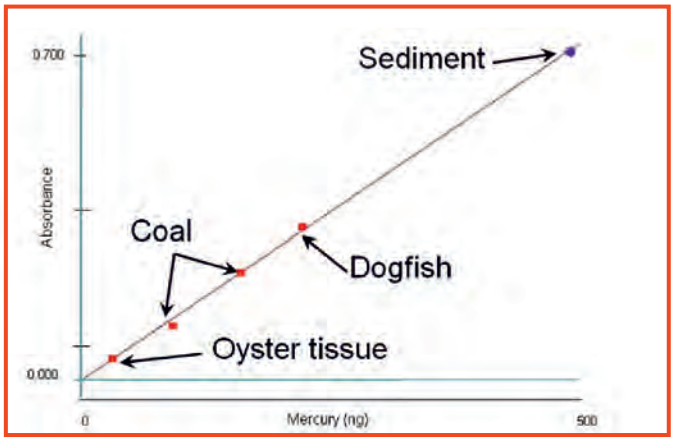

Figura 4 - Calibración utilizando toda una serie de patrones certificados

PARÁMETROS OPERATIVOS

Parámetro	Tiempo (s)	Temp.(°C)
Secado	60*	300
Descomposición	120	800
Catálisis	110	600
Amalgama	30	700
Integración	75	N.A.

Tabla 1 - Parámetros operativos

Hydra-IIC utiliza un mismo conjunto de parámetros operativos para la mayoría de las diferentes matrices. La Tabla 1 muestra los parámetros y resultados para el material de referencia certificado mostrados en Tabla 2. El único parámetro que precisa ser modificado es el tiempo de secado. Se obtienen mejores recuperaciones cuando se evitan los puntos de ebullición de las muestras líquidas. El tiempo mínimo de secado para una muestra líquida es directamente proporcional a la cantidad inyectada. Una buena regla es disponer al menos 0.7 segundos por miligramo de muestra acuosa inyectada.

Muestra	No.	Certificado (ppm)	Medido (ppm)	Recuperación (%)
Tejidos				
Hígado bovino	1577	0.016	0.0178	111.7
Sangre	Lypho 1	9.6	9.08	94.8
	Lypho 2	39	35.5	90.9
	Lypho 3	73	66.7	91.4
Pescado				
Cazón	Dorm-2	4.64	4.34	93.5
Cazón	Dolt-2	1.99	1.79	90
Tejido de ostra	1566	0.057	0.061	107
Suelos y sedimentos				
	8406	0.06	0.061	101.7
	2709	1.4	1.52	108.6
Carbón	HC-5150	0.176	0.177	100.6

Tabla 2 - Materiales de referencia certificados de calibración acuosa

CORRELACIÓN DE LAS TÉCNICAS DE REDUCCIÓN Y DESCOMPOSICIÓN TÉRMICA

A pesar de las diferencias en el uso de reducción o bien la aproximación mediante descomposición térmica para el análisis de Mercurio, se obtiene una excelente correlación entre ambas técnicas. La Tabla 3 contiene resultados de muestras de carbón analizadas por ambas técnicas. Las metodologías seguidas son ASTM D6414-99 (digestión húmeda) y ASTM 6722-01 (descomposición térmica) para la determinación de Mercurio en carbón y residuos de combustión. El Hydra AA, M-7600, M-8000 y el Hydra-IIC (Teledyne Leeman Labs) son los utilizados para las determinaciones. Las diferencias en los resultados de las muestras entre las técnicas se sitúan bien en los niveles de confianza de cada técnica. (Inferior al 1.0 SD). La correlación es muy similar para las diferentes matrices.

Hydra AA con digestión 1-5 minutos				
	20025B	20100B	30075B	40150B
Análisis 1	81.5	64.5	58.5	ND
Análisis 2	85.0	78.9	56.2	ND
Análisis 3	75.2	73.8	56.5	ND
Análisis 4	79.0	65.2	48.6	ND
Análisis 5	81.3	64.0	51.1	
Media	80.4	69.3	54.2	ND
SD	3.62	6.71	4.16	NA
Hydra-IIC Análisis de sólidos 5 replicas				
	20025B	20100B	30075B	40150B
Análisis 1	80.4	76.4	65.6	3.1
Análisis 2	77.5	84.9	54.7	2.8
Análisis 3	84.1	69.1	46.4	2.4
Análisis 4	77.1	70.1	60.0	2.5
Análisis 5	75.0	71.0	53.3	2.3
Media	78.8	74.3	56.0	2.6
SD	3.54	6.57	7.22	0.32

Aunque no es siempre el caso, es preciso determinar que la técnica de descomposición térmica es capaz de determinar Mercurio en Carbón a bajas concentraciones, inferiores a la técnica de reducción tras digestión. En el caso de muestras de carbón, el proceso de digestión húmeda da como resultado una dilución de aproximadamente 50 veces la muestra, mientras que no se produce ninguna dilución con la descomposición térmica. Con muestras líquidas, la técnica de reducción ofrece el mejor límite de detección, ya que la dilución de los reactivos de digestión es muy escasa.

Tabla 3 - Comparativa

SEGURIDAD Y QUÍMICA VERDE

La técnica de descomposición térmica tiene dos ventajas adicionales que son apreciadas en un laboratorio. Primero, con descomposición térmica no se precisa el uso de ácidos concentrados ni agentes reductores. Estos productos han de ser manejados con seguridad y por personal cualificado. En segundo lugar, dado que se elimina la digestión acuosa no hay generación de residuos. Especialmente no hay digeridos residuales con elevados contenidos metálicos (Estaño, Manganeso, Sodio y Potasio) para ser gestionados.

CONCLUSIONES

El analizador Hydra-IIC y su aproximación mediante descomposición térmica para el análisis de Mercurio son opciones atractivas para laboratorios que miden Mercurio en matrices muy variadas.

Los resultados obtenidos por descomposición térmica se correlacionan bien con las técnicas de reducción y CVAA. Los resultados no muestran desviación en los límites de confianza de ambas técnicas.

El analizador Hydra-IIC simplifica el manejo de muestra y su pretratamiento y elimina el fondo necesario para conocer en profundidad el proceso de digestión.
Adicionalmente como no depende de la matriz de la muestra, los pasos asociados al QC como blancos del sistema, blanco del reactivo, etc. se eliminan.

Estas ventajas operativas se suman al hecho de que el Analizador Hydra IIC, genera límites de cuantificación inferiores para materiales sólidos que la aproximación de reducción.

https://es.linkedin.com/company/comercial-rafer-s.l.

innovación
tecnológica
para
laboratorio
Rafer

www.rafer.es

Barcelona	Bilbao	La Coruña	Madrid	Málaga	Sevilla	Valencia	Zaragoza	Lisboa
93 645 50 28	94 499 85 80	981 93 89 26	91 365 15 70	639 359 792	954 369 334	96 340 48 00	976 23 74 00	21 154 19 98
barcelona@rafer.es	bilbao@rafer.es	galicia@rafer.es	madrid@rafer.es	malaga@rafer.es	sevilla@rafer.es	levante@rafer.es	rafer@rafer.es	lisboa@rafer.es