

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA



**AVANCES DE ESPECTROFOTOMETRIA EN ABSOR-
CION ATOMICA DE TRAZAS DE ELEMENTOS
EN MUESTRAS DE AGUA**

M O N O G R A F I A

**QUE PARA OBTENER EL TITULO DE
Q U I M I C O
P R E S E N T A**

HILDA CANTERO CANO

México, D. F.

1981



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

I N D I C E

	Pág.
1.- INTRODUCCION.....	1
2.- GENERALIDADES.....	3
3.- METODOS ANALITICOS CON FLAMA.....	17
4.- METODOS ANALITICOS SIN FLAMA.....	38
5.- METODOS ANALITICOS DE EXTRACCION CON SOL-- VENTES.....	54
6.- CONCLUSIONES.....	71
7.- BIBLIOGRAFIA.....	73

I N T R O D U C C I O N

INTRODUCCION

Los problemas analíticos de la química del agua se han visto incrementados en estos últimos años por los efectos tóxicos que causa la contaminación del agua en nuestra salud.

Existen elementos en la lista de químicos del agua que en el pasado nunca se habían considerado de importancia, sin embargo ahora se ha visto que causan grandes trastornos a nuestro organismo.

Algunos elementos se encuentran en tan poca cantidad que es difícil medirlos por los métodos convencionales. - Esto hace necesario que se realicen métodos de análisis capaces de medir pequeñas cantidades (trazas) de estos elementos-metálicos.

Es por esto que se ha desarrollado este trabajo, ya que se ha observado que es en la Espectroscopía de Absorción-Atómica donde se encuentra el mayor rango para la detección - de estos elementos.

DEFINICION

La espectrofotometría de absorción atómica es un método de análisis instrumental que mide y analiza cantidades pequeñas de un elemento.

La química analítica ha desarrollado diferentes métodos para este propósito como son:

- a) La polarografía
- b) La espectrografía de emisión
- c) Los métodos colorimétricos.

Sin embargo es en la espectrofotometría de absorción atómica donde podemos encontrar un método avanzado, exacto, de mayor rapidez de análisis, con pocas interferencias y como una atracción adicional es que, los procedimientos estandarizados para los metales de interés en el análisis de aguas están rápidamente disponibles.

En la antigüedad la absorción atómica era usada para análisis en la industria de alimentos, agricultura, medicina, en la actualidad se emplea también en laboratorios de control de calidad de aguas, para señalar el grado de contaminación -- del agua potable y en el tratamiento de aguas de deshecho.

La espectrofotometría de absorción atómica es la absorción de energía radiante (generalmente región ultravioleta y visible) por átomos neutros en estado gaseoso.

HISTORIA

La utilidad potencial de la absorción atómica para el análisis de elementos metálicos fue sugerida primero en 1955 por Walsh, y por Alkemade y Milatz. Desde esa época se han elaborado métodos para determinación de 65 elementos, y se han diseñado numerosos instrumentos comerciales específicamente para este tipo de análisis.

GENERALIDADES

,

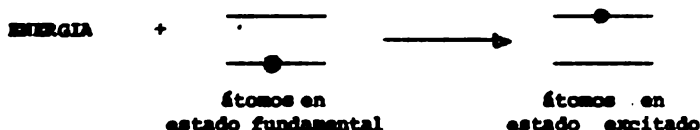
GENERALIDADES**EL ATOMO Y LA ESPECTROSCOPIA ATOMICA.**

Si a un átomo se le aplica energía de una magnitud apropiada, ésta será absorbida por él e inducirá que el electrón exterior sea promovido a un orbital menos estable o estado excitado. Como este estado es inestable, el átomo inmediatamente y espontáneamente retornará a su configuración fundamental.

El electrón por lo tanto retornará a su orbital inicial estable y emitirá energía radiante equivalente a la cantidad de energía inicialmente absorbida en el proceso de excitación.

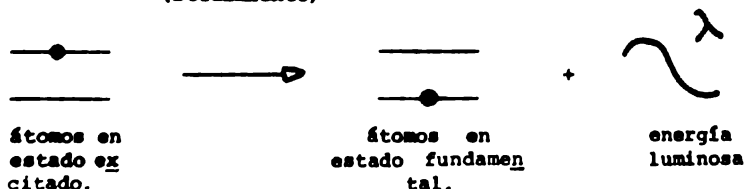
El proceso se ilustra en la siguiente figura. En este proceso excitación, es producido al suministrar energía.

(Excitación)



En el proceso inverso de decaimiento emisión de luz, ocurre espontáneamente.

(Decaimiento)



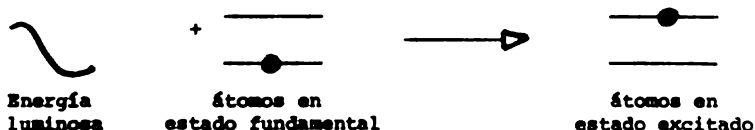
La longitud de onda de la luz emitida es una propie-

dad específica y característica de cada elemento.

Como la configuración orbital de un átomo grande puede ser compleja, existen muchas transiciones electrónicas posibles y cada una de ellas resultará en la emisión de luz de una determinada longitud de onda.

La energía absorbida en el proceso de excitación o la emitida en el proceso de decaimiento, puede ser medida y usada para propósitos analíticos.

La propiedad de un átomo de absorber luz de longitud de onda específica, es utilizada en la espectrofotometría de absorción atómica.



Se puede efectuar una determinación cuantitativa del analito presente, midiendo la cantidad de luz absorbida. El uso de fuentes especiales de luz y la selección cuidadosa de la longitud de onda, permite la determinación cuantitativa específica de elementos individuales en la presencia de otros.

La nube de átomos requerida para las mediciones en absorción atómica, es producida por la adición de suficiente energía térmica a la muestra para disociar los compuestos químicos en átomos libres.

La aspiración de una solución dentro de una llama -- alineada con el rayo de luz sirve para este propósito.

Bajo condiciones apropiadas de llama, muchos átomos permanecerán en la forma de su estado fundamental y ser capaces de absorber luz de longitud de onda apropiada proveniente de una fuente de luz.

La facilidad y la velocidad a la cuál se pueden hacer determinaciones exactas y precisas han hecho que la absorción atómica sea uno de los métodos más populares para la determinación de metales.

ANALISIS CUANTITATIVO POR ABSORCION ATOMICA.

El proceso de la absorción atómica está ilustrado - en la siguiente figura.



Luz de longitud de onda de resonancia, de intensidad inicial I_0 , es enfocada sobre la llama, que contiene átomos al estado fundamental. La intensidad inicial de la luz es disminuida en una cantidad determinada por la concentración de los átomos en la llama. Luego la luz es dirigida sobre el detector donde se mide la intensidad disminuida I .

Distintos términos afines son empleados para definir la cantidad de luz absorbida que ha tenido lugar. La transmitancia es definida como la razón de la intensidad final a la intensidad inicial.

$$T = I / I_0$$

La transmitancia es una indicación de la fracción de luz inicial que pasa a través de la llama para incidir en el detector.

El porcentaje de transmisión es simplemente la transmitancia expresada en términos de porcentaje.

$$\% A = 100 - \% T$$

Estos términos son fácilmente visualizados sobre una base física.

El cuarto término absorbancia es puramente una expresión matemática.

$$A = \log \frac{I_0}{I}$$

Absorbancia es el término más conveniente para caracterizar la absorción de luz en la espectrofotometría de absorción, pues esta cantidad guarda una relación lineal con la concentración. La ley de Beer define esta relación.

$$A = a b c$$

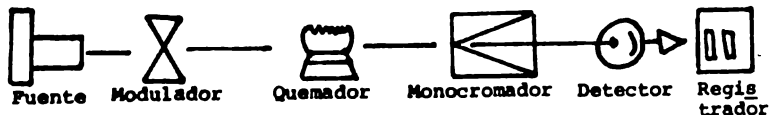
en donde A es la absorbancia
 a es el coeficiente de absortividad constante
 b es la longitud del paso de luz ocupado por la celda de absorción.
 c es la concentración de las especies absorbentes - en la celda de absorción.

Esta ecuación simplemente establece que la absorbancia es directamente proporcional a la concentración de las especies absorbentes para unas condiciones instrumentales dadas.

INSTRUMENTACION DE ABSORCION ATOMICA. COMPONENTES BASICOS.

Cualquier espectrofotómetro de absorción atómica debe tener los siguientes componentes:

- 1.- Una fuente de luz.
- 2.- Una celda de muestreo.
- 3.- Un medio de medir luz específica.



Una de las fuentes más ampliamente empleadas es una lámpara de cátodo hueco. Este tipo de lámpara es llenada con neón o argón a baja presión, el cátodo está formado por el metal del elemento que se va a determinar.

El paso de la corriente a través de la lámpara causa que la región cerca del cátodo emita líneas espectrales de lon

gitud de onda específicas para el material catódico.

Una desventaja de las lámparas de cátodo hueco convencionales es que solo procuran tener un aumento en la intensidad de radiación para evitar la corriente operante, resultando considerable en el ensanchamiento de la línea.

Para superar esta dificultad se desarrolló una lámpara de alta frecuencia en la cual una descarga eléctrica produce una presión de vapor atómico óptima por chisporroteo catódico, una segunda descarga eléctrica independiente produce la excitación necesaria.

Las propiedades importantes de estas lámparas de alta intensidad son: las líneas resonantes sin ningún incremento-significante en el ancho de la línea, la falta de excitación de las líneas de gas o las líneas adicionales de los iones -- del metal.

También se requiere que la radiación de la fuente sea modulada para suministrar una forma de amplificar selectivamente la luz de la lámpara de la fuente e ignorar la emisión de la llama. Se puede lograr esto con un modulador rotatorio localizado entre la fuente y la llama.

Consideraciones especiales se requieren también en el quemador. Se hace necesario generar un vapor atómico en el paso de el rayo de luz de la fuente. Esto se obtiene generalmente al introducir la muestra en un quemador o alternativamente, en un horno electricamente calentado que se encuentra alineado en el paso óptico del espectrofotómetro.

Se necesita de algunos componentes para la medición de la luz específica. Un monocromador que dispersa las distintas longitudes de la luz que son emitidas de la fuente y separa la línea particular que se emplea para este fin.

La selección de una fuente específica y de una longitud de onda particular de aquella fuente, es lo que permite que se pueda efectuar la determinación del elemento en presencia de otros. La longitud de onda aislada por el monocromador incide directamente sobre el detector, que sirve como el ojo del instrumento. Este es un tubo fotomultiplicador, que produce una corriente eléctrica que depende de la intensidad de la luz incidente. La corriente eléctrica del fotomultiplicador es luego amplificada y procesada por la electrónica del instrumento, que produce una señal la cual es medida de la --

atenuación de la luz que ocurre en la celda de muestreo.

Esta señal puede ser posteriormente procesada para producir una lectura en el instrumento.

Consideraciones Ópticas:

Existen espectrofotómetros de absorción atómica de uno y doble haz: Se le llama de un solo haz, porque todas -- las medidas se basan en la variación de la intensidad de luz en un solo haz.

Se pueden obtener significantes y convenientes beneficios con la incorporación de un sistema óptico adicional para obtener el sistema de doble haz. En este la luz de la lám para es dividida en un haz-muestra que es enfocado a través - de la celda de muestreo y un haz de referencia que pasa alrededor de la celda de la muestra y sirve como un monitor de la intensidad de la lámpara.

En un sistema de doble haz, las lecturas no representan simplemente la intensidad de la luz de un solo haz, si no el cociente entre el haz de la muestra y el de referencia- que se originan de la misma fuente.

Como resultado de ésto, las fluctuaciones en la intensidad de la fuente, las cuales afectan igualmente la intensidad de el haz de la muestra y el haz de referencia, no son tratadas como fluctuaciones en las lecturas del instrumento.- La línea de base o punto cero es más estable en un instrumento de doble haz.

Un factor importante que determina el ruido de la - línea de base es debido a la cantidad de energía luz que llega al tubo fotomultiplicador. Cuanto más energía luminosa se dirija sobre el detector, menos ganancia electrónica se requiere y por lo tanto menos ruido se presentará en la señal.

SISTEMA DEL QUEMADOR.

Existe un sistema de pre-mezcla en el cual la solución de la muestra es aspirada a través de un nebulizador que genera un aerosol fino, dentro de una cámara de mezcla. Aquí el aerosol de la muestra se mezcla con los gases combustibles y oxidantes y luego es llevado al cabezal del quemador en don

de ocurre la combustión y la atomización de la muestra.

El aerosol de la muestra tiene gotitas de diferente tamaño cuando es introducido en la cámara de pre-mezcla. Al entrar en la llama se vaporiza el agua de esas gotitas.

El material sólido debe ser vaporizado y se deben romper los enlaces químicos, para obtener átomos libres en su estado fundamental.

Una incompleta atomización de la muestra incrementa la posibilidad a las interferencias químicas, por esto se coloca un espiral de deflexión de flujo en el interior de la cámara de pre-mezcla, directamente enfrente del nebulizador. Las gotas grandes que no son llevadas por el flujo del gas se van al fondo donde son removidas del sistema a través del drenaje. El drenaje utiliza una trampa líquida para prevenir que los gases de combustión escapen a través de la línea de drenaje.

El interior de la cámara de combustión es de plástico inerte que permite el drenaje y previene el efecto de memoria en la cámara del quemador.

Los cabezales del quemador se construyen de titanio para darles resistencia al calor y a la corrosión.

TEMPERATURAS DE LLAMAS DE PRE-MEZCLAS

OXIDANTE COMBUSTIBLE	°C
AIRE-METANO	1875°
AIRE-GAS NATURAL	1700-1900°
AIRE-HIDROGENO	2000-2050°
AIRE-ACETILENO	2125-2400°
N ₂ O -ACETILENO	2600-2800°

INTERFERENCIAS

INTERFERENCIA DE MATRIZ.

Si la muestra es más viscosa o tiene una tensión superficial diferente a la de los patrones, la velocidad de aspiración de la muestra o la eficiencia de nebulización pueden ser diferentes entre las muestras y los patrones. Si las mues

tras y los patrones no son introducidos a la misma velocidad, la absorbancia no correlacionará entre los dos. Existirá entonces una interferencia generada por matriz.

Un ejemplo de este tipo de interferencias es el efecto de la concentración del ácido sobre la absorbancia. Altas concentraciones del ácido o sólidos disueltos producirán un error negativo. Este tipo de interferencia produce un error positivo también. La presencia de un solvente orgánico en una muestra producirá un mejoramiento de la eficiencia de nebulización, lo que resulta en un incremento de absorción.

Una forma de compensar este tipo de interferencia es la de asemejar lo más posible los componentes mayores de la matriz en las muestras y patrones. Algún ácido o cualquier otro reactivo se añaden a la muestra durante su preparación.

INTERFERENCIA QUIMICA.

Si la muestra contiene un componente el cual forma un compuesto térmicamente estable con el analito y no se descompone por la energía disponible de la llama, existirá una interferencia química.

Un efecto de este tipo es el efecto del fosfato sobre el calcio. El fosfato de calcio no se disocia en la llama aire-acetileno entonces, como se incrementa la concentración de fosfato, la absorbancia debida a los átomos de calcio, va a disminuir.

Para eliminar este tipo de interferencias se añade un exceso de otro elemento, el cual forma un compuesto térmicamente estable.

En el caso de calcio se añade lantano, el cual se enlaza el fosfato y deja libre el calcio que será atomizado teniendo el calcio una absorbancia independiente del fosfato.

Una segunda solución a la interferencia química es el uso de una llama más caliente. La llama del óxido nitroso-acetileno es considerada más caliente que la de aire-acetileno y puede ser usada para minimizar las interferencias químicas.

INTERFERENCIA POR IONIZACION.

Cuando un exceso de energía destruye el átomo en estado fundamental, existe una interferencia por ionización.

Se puede eliminar añadiendo un exceso de un elemento que sea muy fácil de ionizar, lo que originará un gran número de electrones libres en la llama y que a su vez eliminará la ionización del analito. Comúnmente se emplean el sodio o el potasio como supresores de ionización.

INTERFERENCIAS ESPECTRALES.

Si el perfil de la absorción atómica de un elemento sobrecubre la línea de emisión de algún otro, se dice que existe una interferencia espectral.

Este tipo de interferencia se incrementa cuando se emplea una lámpara multi-elemento, en las cuales la fuente puede contener líneas de emisión muy cercanas para algunos elementos. Se debe tener especial cuidado cuando se utilizan longitudes de onda analíticas secundarias en una lámpara multi-elemento.

Una forma para eliminar esta interferencia es reduciendo el ancho de la apertura espectral del monocromador o usando una longitud de onda alterna.

Las mayores interferencias en absorción atómica caen dentro de las que se han mencionado. Tomando especiales cuidados en la preparación de las muestras hacen posibles determinaciones exactas aún en muestras muy complejas.

SISTEMAS DE MUESTREO DE ALTA SENSIBILIDAD

ABSORCION ATOMICA CON HORNO DE GRAFITO.

Aunque la flama es el método más usado y el medio más conveniente de transformación de los elementos en solución de el estado atómico libre, este tiene algunos inconvenientes.

Las pequeñas gotitas formadas en la cámara del horno, cerca del 10% se van en la flama, el sobrante es deshechado y se deja caer, esto por supuesto reduce la sensibilidad. Además los gases de la flama mueven a los átomos muestra a través

del camino de la luz en una fracción de segundo, dándoles una mínima oportunidad de absorber la luz de la fuente de la lámpara y contribuir para la señal analítica.

Con el fin de remediar estas fallas y utilizar más eficientemente a la muestra se ha ideado el sistema de atomización sin flama. El más popular de estos es el horno de grafito que tiene sensibilidad y límites de detección muchas veces menores que la flama.

El sistema está construido alrededor de un pequeño tubo de grafito electricamente calentado, situado en el haz de la luz en lugar del sistema de mechero. Un pequeño volumen de muestra, generalmente de 5 a 100 microlitros es pipeteada dentro del horno de grafito.

El poder de suministro del horno es posteriormente programado a incrementar el paso de corriente a través del tubo de grafito que exitosamente seca la muestra, carbonizando cualquier materia orgánica y finalmente atomizando la muestra dentro de el haz de luz.

Durante la atomización las temperaturas de 2800°C. son logradas en el horno de grafito. Durante el período de secado y carbonizado del análisis, el vapor de agua y la materia orgánica son barridos fuera del tubo por un alto flujo de un gas inerte (nitrógeno o argón).

Durante la atomización los fluidos de gas son automáticamente reducidos para permitir que los átomos de la muestra permanezcan en la ruta de la luz por algunos segundos y de este modo dar una señal de absorción más larga.

El tubo de grafito es enfriado permitiendo que regrese de su máximo de temperatura a la temperatura ambiente en menos de 30 segundos. Un análisis típico toma cerca de 90 segundos incluyendo el tiempo de temperatura.

El uso de todas las muestras y el largo tiempo de permanencia en la ruta de la luz, aumenta la sensibilidad del horno de grafito sobre la flama.

Los límites de detección son perfeccionados por un factor de cien dobles o más para usar el horno como un sistema atomizador. Se observó que para algunos de los elementos más tóxicos como el arsénico, cadmio, cobre y selenio el horno de grafito ofrece muchos más límites de detección.

Muchos laboratorios están cambiando al horno, por el tiempo que se consume en el procedimiento de extracción con -- solventes. La importancia que se ha venido a dar al horno de grafito es debida a que elementos como arsénico y selenio tienen pocos límites de detección por técnicas convencionales de absorción con flama o con técnicas colorimétricas que son más difíciles y tardadas.

Recientemente la agencia del ambiente en los Estados Unidos ha fomentado el uso del horno para la determinación del selenio en las aguas, sedimentos e impurezas.

Se hace una digestión preliminar con HCl para romper cualquier compuesto orgánico del selenio. Como el selenio es volátil esto se estabiliza con la adición de una sal de níquel antes que la muestra sea inyectada dentro del horno de grafito.

El compuesto níquel-selenio permite la formación de carbonización en la muestra a altas temperaturas en el horno - antes de la atomización.

Se obtuvieron límites de detección de 0.0002 a -- -- 0.002 mg/l dependiendo del tipo de muestra y el procedimiento usado.

Las señales de absorción generadas por el horno de - grafito forman picos muy rápidos.

Una señal típica de picos se observa solamente en -- uno o dos segundos. Se puede utilizar un contador, pero los - instrumentos modernos tienen la capacidad de mostrar tanto el pico de elevación como el área del pico directamente sobre el espectrofotómetro.

SISTEMA DE GENERACION DE HIDRUROS.

La técnica de generación de hidruros gaseosos de --- ciertos metales son químicamente producidos por la adición de borohidruro de sodio en un frasco de reacción.

El frasco está sellado y los hidruros gaseosos e hidrógeno producidos, son arrastrados por argón hacia un tren de llama aire-argón-hidrógeno o alternativamente, en una celda de cuarzo calentada. Se disponen de equipos manuales o automáticos para generar hidruros.

A pesar de que la técnica está sujeta a una variedad de interferencias, con la generación de hidruros se es capaz de analizar muchas muestras de naturaleza compleja que son difíciles o casi imposibles de analizar por algún otro método.

EXTRACCION CON SOLVENTES.

Aunque la mayoría de las determinaciones de los elementos en el agua se hace muy fácilmente con una pequeña preparación de la muestra, algunos de los elementos que están presentes se encuentran en concentraciones menores a un nivel normal del instrumento.

En estos casos existen varias técnicas para aumentar estas concentraciones. Ocasionalmente las muestras pueden ser evaporadas a un mínimo volumen antes del análisis, pero este procedimiento consume mucho tiempo y puede traer grandes problemas de interferencia.

Un método frecuente es el uso de la extracción con solventes. Esto incluye muestras y mezclas acuosas con química orgánica capaz de combinarse con el elemento que se está terminando. El complejo formado es entonces extraído dentro de un pequeño volumen de un solvente orgánico, concentrando efectivamente los elementos antes de la determinación.

El procedimiento de la extracción con solvente tiene algunos beneficios para la absorción atómica, ya que algunas veces la sensibilidad puede ser incrementada por la presencia de la muestra en el solvente orgánico en lugar de en el agua. La extracción con solvente proporciona un medio de remover el elemento de una solución compleja a una simple.

Generalmente los procedimientos de extracción con solventes son diseñados para extraer simultáneamente algunos metales así ellos pueden determinarse en una misma solución de solvente orgánico.

El agente más usado es el pirrolidineditiocarbamato de amonio llamado quelato de "APDC" que determina elementos pesados al mismo tiempo tales como: plomo, cadmio, cobre, zinc, fierro, plata, níquel y cobalto y otros pueden ser extraídos a un pH de 2 a 6 con metil-isobutil-cetona MIBC, estos son los solventes más frecuentemente usados para absorción atómica.

Para metales como aluminio o berilio, se utilizan solventes como la 8-hidroxiquinolina.

**ELEMENTOS QUE PUEDEN SER DETERMINADOS POR ABSORCION ATOMICA --
CON SISTEMA DE MUESTREO.**

ELEMENTO	LLAMA	HORNO	HIDRURO
Ag	X	X	
Al	X	X	
As	X	X	X
Au	X	X	
B	X	X	
Ba	X	X	
Be	X	X	
Bi	X	X	X
Ca	X	X	
Cd	X	X	
Co	X	X	
Cr	X	X	
Cs	X	X	
Cu	X	X	
Dy	X	X	
Er	X	X	
Eu	X	X	
Fe	X	X	
Ga	X	X	
Gd	X	X	
Ge	X	X	X
Hf	X		
Hg	X	X	X
Ho	X	X	
In	X	X	
Ir	X	X	
K	X	X	
La	X	X	
Li	X	X	
Lu	X	X	
Mg	X	X	
Mn	X	X	
Mo	X	X	
Na	X	X	
Nb	X		
Ni	X	X	
Os	X	X	
Pb	X	X	
Pr	X		
Pt	X	X	
Rb	X	X	
Re	X	X	

ELEMENTO	LLAMA	BORNO	HIDRURO
Rh	X	X	
Ru	X	X	
Rb	X	X	
Sc	X	X	
Se	X	X	X
Si	X	X	
Sm	X	X	
Sn	X	X	X
Sr	X	X	
Ta	X		
Tc	X	X	
Tb	X	X	X
Tl	X	X	
Ti	X	X	
Tm	X	X	
U	X	X	
V	X	X	
W	X	X	
Y	X	X	
Yb	X	X	
Zn	X	X	
Zr	X	X	

MÉTODOS ANALÍTICOS CON FLAMA

26614g Vol 68 1968

ANALISIS DE AGUAS INDUSTRIALES CON IMPUREZAS METALICAS

Se describe un método para el análisis por E.A.A., - para detectar fierro, cobre, cromo, zinc, calcio y magnesio - en aguas industriales.

Las muestras de agua son aquellas provenientes de - enfriadores de agua, calentadores, condensadores de vapor, -- filtros y no filtros de aguas aeradas y aguas de deshecho.

El método toma aproximadamente 1 min./muestra y está libre de interferencias químicas y espectrales. Calcio y magnesio son detectados como carbonatos.

79997m Vol 68 1968

APLICACIONES DE LA E.A.A. EN UN PROGRAMA DE CONTROL DE CONTAMINACION.

El uso de la A.A. se realizó en el Distrito Sanitario Metropolitano de Chicago para tener una inspección en sus ríos en forma industrial de una manera fácil.

Técnicas de laboratorio calificadas pueden analizar cientos de muestras al día con un procesamiento automático y eficiente manejo de laboratorio.

Se da una detallada evaluación sobre el análisis de las aguas industriales de deshecho considerando toda la información que puede servir para el programa de contaminación del agua.

90592s Vol 70 1969

ANALISIS DE TRAZAS DE METALES

Se discute el análisis por E.A.A. de cadmio, cromo, cobre, fierro, manganeso, plomo y zinc particularmente en el rango de concentración química para contaminación de agua.

El interés particular es la discusión de la sensibilidad de estos elementos en los rangos de concentración de -- ppb.

Se estudia la directa aspiración de la muestra de --- agua en la flama de absorción para analizar los metales.

53308d Vol 71 1969

DETERMINACION DE METALES EN AGUA

El artículo contiene historia, teoría e instrumentación de la E.A.A. Se dan aplicaciones practicas en el campo de el agua.

15659g Vol 72 1970

ANALISIS EN ABSORCION ATOMICA Y FLUOROMETRIA PARA AGUA DE MAR EN EL OCEANO INDICO.

Se utiliza un Perkin Elmer modelo 303 con una flama - C_2H_2 , aire, la precisión de la flama es de 30 y 8 psi respectivamente. La velocidad de fluido fué de ~ 4 ml./ml.

Las muestras son filtradas a través de un papel Whatman número I y analizadas para: magnesio, potasio, calcio y estroncio.

Los radios de Mg/Cl son superiores en el mar Arabigo. Entre 10° y $13^\circ N$ su radio fué de 3.5×10^{-4}

Los radios de K/Cl, Ca/Cl y Sr/Cl son similares para otras regiones marinas.

47243h Vol 72 1970

DETERMINACION DE CROMO EN AGUA DE MAR. APLICACIONES EN LA MEDIDA DEL AGUA DE LOS RIOS.

La E.A.A. es un método rápido para medir $Na_2Cr_2O_7$ -- usado para la determinación de aguas naturales (flujos).

48445 Vol 73 1970

EL EFECTO SALINO EN LA DETERMINACION DE ESTRONCIO EN AGUA DE MAR.

Las diferencias de salinidad practicadas en 20 muestras y estandares pueden ser una fuente de error en la determinación del estroncio por E.A.A.

Si calibramos los estandares preparados igual que las muestras en cantidades de salinidad, los valores publicados recientemente para el estroncio son probablemente bajos.

80358t Vol 73 1970

DETERMINACION DE ZINC EN AGUAS INTERSTISIALES

Los metales de transición aparecen en fluidos de sedimentos intersticiales concentrados. Puesto que estos metales juegan un papel muy importante en la química, en el diagnóstico y secuencia del medio ambiente, es necesario tener -- una técnica precisa para su detección.

Los reportes preliminares demostraron las aplicaciones de la E.A.A. junto con un simple preanálisis concentrado para la detección del zinc contenido en el fluido intersticial traído de sedimentos glaciales de la Bahía del sur de -- Alaska.

Porciones de 25ml. de muestra de agua intersticial dura fueron pasados a través de una columna de resina Chelex 100 (Bio-Rad-Labs) bajo una velocidad de flujo de 5 ml./min. El zinc retenido fué sacado de la resina con 5 ml. de agua -- deionizada.

Al final las concentraciones de zinc son determinadas con un Perkin Elmerk por E.A.A. Los resultados son comparados con estandares preparados con una solución matriz.

Las condiciones fueron: rango UV, línea analítica - 2138A, rejilla 7A, lámpara de cátodo hueco, corriente de la lámpara 8mA flujo del aire 9.0 y flama oxidante.

Los resultados obtenidos para el zinc fueron en un rango de 0.009-0.57 \pm 0.005 mg/l. de zinc. Esta técnica puede usarse para trazas de otros metales de transición.

112810c Vol 73 1970

DETERMINACION DE FLUOR EN AGUA DE MAR

El método espectrofotométrico de S.S. Yamura y col. (1962) para determinar F^- en agua fresca fué modificada para determinaciones de F^- en agua de mar (usando un complejo quelatado de Ce-alizarin en 20 % de Na_2CO_3 llevada a un pH de --- 4.35 con O^-Ac).

La absorbancia fué medida a $623 \mu m$ y la desviación estandar de absorbancia para $1080 \mu g F^-/l.$ fué de $10 \mu g F^-/l.$

Los efectos de la sal en el agua de mar sobre la de terminación fueron pequeños. La técnica fué aplicada a muestras del río Columbia.

112823f Vol 73 1970

DETERMINACION DE MERCURIO EN AGUA.

El mercurio en agua fué detectado por E.A.A. a ---- 2537Å, después de recolectar una muestra acidificada (se diluye si es necesario, esta debe contener $< 1.5 \mu g Hg/l$) por amalgamación sobre plata alambrada.

El alambrado fué subsecuentemente calentado eléctricamente en la absorción y colocado en las celdas del fotómetro en el paso de la luz y los vapores de mercurio se asentaron por medio de celdillas usando un aspirador de agua.

Las muestras fueron analizadas por el método colorimétrico usando ditizona y por el método de A.A. conteniendo 80 y 88: 228 y 208 g de Hg/l. respectivamente $Fe (> 5 mg/l.)$ y S^{2-} causando baja recuperación de mercurio.

6269u Vol 74 1971

DETERMINACION DE PLATA EN AGUA INDUSTRIAL DE DESHECHO

Un método de E.A.A. es usado para la determinación de plata (10^{-4} 10^{-1}) en agua industrial. Puede usarse un fotómetro sin filtro.

La fuente es una lámpara de electrodos de descarga. La fuente de radiación de la lámpara tiene un cátodo hueco de plata corriente de 35Å, la línea de análisis de plata de ---- 3280.7Å.

La sensibilidad fué de 1.5 Ag/ml. el estandar relativo de desviación fué 11 %.

80122e Vol 75 1971

E.A.A. EN EL ANALISIS DE AGUA NATURAL

La determinación de trazas de níquel, plomo, zinc cobre, cobalto, y cadmio en agua natural es descrito, por la técnica de bote de muestreo y por E.A.A.

Los volúmenes de las muestras requeridas son pequeñas. Los niveles naturales de estos metales pueden ser determinados directamente con preconcentraciones o extracciones -- con un atomizador de gráfico caliente.

101086m Vol 75 1971

LA E.A.A. EN LA INVESTIGACION DE EFLUENTES Y RESERVAS DE AGUA

El uso de la absorción atómica para la detección de trazas de elementos, es un instrumento muy valioso para el -- control de estos elementos en aguas contaminadas.

Los avances de estas técnicas de control incluyen - límites de detección grandes para estos metales en muestras - de aguas, en muchos casos con una concentración preliminar ne cesaria y con la no interferencia de otras sustancias en el agua.

Se describe una técnica para la aplicación de este método en la investigación de efluentes.

La influencia de interferencias es discutida.

DETERMINACION DE ESTRONCIO Y COBRE EN LAS EMANACIONES DE AGUAS TERMALES.

El estroncio es detectado a 4670Å y el cobre a 3247Å en una solución de HCl 0.5 M; Se añaden 2000 ppm de lantano a la solución de estroncio, enmascarando las interferencias de K^+ , Na^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} , SO_4^{2-} , PO_4^{3-} .

El rango de concentración del estroncio fué de 1.8-6.3 ppm y para el cobre de 0.001-0.05 ppm.

143858v Vol 75 1971

ANALISIS EN PRUEBAS DE CONTAMINACION POR E.A.A. DETERMINACION DE MANGANESO Y LA APLICACION DE ESTE ANALISIS EN LA CONTAMINACION DEL AGUA.

Se utiliza una flama C_2H_2 -aire para la detección de 0-3ppm de manganeso. Las condiciones óptimas fueron: longitud de onda 2795Å; corriente de la lámpara 8mA; amplitud del orificio de la rejilla de 0.05 mm.; dispersión 16.6Å/mm.; presión de aire 1.4 kg/cm²; radio 6.7 l/m; presión de C_2H_2 de 0.4 Kg/cm² (1.8 h/min).

La presencia de níquel, cobalto, silicio, fierro y cobre disminuye la absorbancia del manganeso, pero el efecto es eliminado por la adición de magnesio, estroncio, calcio y bario.

El método es aplicado para la detección de manganeso en agua de mar de 0.1-1.7 ppm y en agua caliente (0.5-34 ppm - Mn).

49570u Vol 76 1972

DETERMINACION DE METALES EN AGUA DE DESHECHO Y EN LODO POR --- E.A. A. Y POLAROGRAFIA.

Se describen los resultados y experiencias obtenidas para el análisis de metales contenidos en agua de deshecho y lodo

Con un electrodo de mercurio (goteo) 2-12 gotas/seg. se realiza el método polarográfico, para los casos donde el resultado del método no es exacto se utiliza la E.A.A. usando un tubo de rayo catódico cóncavo donde se detectan selectivamente los metales.

Cada uno de los elementos en la solución es detectado requiriendo una separación del tubo y los rayos tienen que pasar a través de tres tiempos, el cambio de combustión en cada solución es vaporizado.

128281v Vol 76 1972

DETERMINACION DE LITIO EN AGUAS DEL MAR MUERTO

Se describe un método de E.A.A. para detecciones de litio en soluciones muy saladas con el método de adición.

75677v Vol 77 1973

USO DE UN E.A.A. TIPO QV-50 PRODUCIDO POR LA COMPAÑIA SHIMAZU DE HAZAROVO PARA UNA PLANTA DE FUERZA ELECTRICA REGIONAL.

La sensibilidad y rapidez del espectrofotómetro en muestras con estándares y soluciones acuosas, con intervalos de concentración de magnesio 0.004-6.0; cobre 0.005-20; fierro 0.01-20 y níquel 0.01-20 μ /ml.

El coeficiente de variación para la detección de magnesio, cobre, fierro y níquel fué de 2 %.

Los límites de sensibilidad de el espectrofotómetro fueron analizados para agua de boiler con sus parámetros.

20047j Vol 78 1973

ANALISIS PARA TRAZAS DE METALES

Se describe la discusión de los procesos usados en los laboratorios de control de calidad del agua de la Ciudad de Nueva York para el análisis de trazas de metales usando un E.

88435q Vol 78 1973

MÉTODOS PARA LA DETECCIÓN DE COMPONENTES DE AGUAS TERMALES.

Las técnicas para la determinación de los siguientes elementos en aguas termales son dados. Litio, sodio, potasio, rubidio, calcio, magnesio, manganeso, aluminio, fierro, estroncio y boro.

No se recomienda la detección de arsénico y boro a bajas concentraciones < 10 mg/l. Los sulfatos de halógeno, -- los fosfatos y NH_3 , deben ser determinados por otros métodos.

151460m Vol 78 1973

ANÁLISIS DE ZINC, PLOMO Y CADMIO EN EMANACIONES DE AGUA CALIENTE.

El zinc, plomo y cadmio son detectados a 2139\AA , --- 2170\AA y 2288\AA con una lámpara de cátodo hueco de 6mA, 8mA y -- 6mA con una amplitud de la rejilla de 0.05 mm, 0.10 mm. y --- 0.05 mm., con presión de acetileno de 0.02 Kg/cm², con presión de aire de 1.4 kg/cm² con una posición del haz luminoso de --- 17mm., 16mm., y 20 mm. respectivamente.

La presencia de ácidos y la coexistencia de elementos no interfieren excepto en grandes cantidades de silicio para -- zinc. Las interferencias son eliminadas con la adición de calcio o lantano en la solución muestra.

Los límites de detección con respecto a la curva de calibración son: para plomo 0.01 y para cadmio 0.001 ppm. El método es aplicado para la detección de los tres elementos en diferentes tipos de aguas que brotan.

Los resultados son satisfactorios y coinciden con -- los observados en los otros métodos.

118235q Vol 79 1973

LA UTILIZACIÓN DE LA ABSORCIÓN ATÓMICA PARA EL ANÁLISIS DE -- AGUAS.

Un método rápido y elemental para el análisis de --

agua por E.A.A. usa un agente complejante para la extracción - del elemento superior de unas ppb.

Quando el volúmen de la muestra es pequeño, la atomización se hace en un horno de grafito, ya que un proceso por - computadora no es posible.

El método es usado para la determinación de plomo, - zinc, cromo, níquel, fierro, nitrógeno, boro, cadmio, molibdeno, plata, oro y mercurio.

87125x Vol 80 1974

DETERMINACION DE CADMIO POR E.A.A. EN AIRE, AGUA DE MAR Y ORINA CON UN ATOMIZADOR (BED) C Y RADIO FRECUENCIA.

Se describen los parámetros de análisis para la de- terminación de cadmio por E.A.A. con el uso del generador de - radio frecuencia, el cual es calentado a $\sim 1400^\circ$. La muestra se reduce a átomos de metal libre y es analizada directamente.

El paso de atomización y de medición son pasos sepa- rados en el procedimiento. Los límites de detección son ---- 10^{-13} g de cadmio.

1489e Vol 81 1974

REVISION DEL ANALISIS DE AGUA

Métodos para la colección de muestras de agua para el análisis con revizadas.

144751m Vol 82 1975

USO DEL INTERCAMBIO IONICO PARA LA DETERMINACION DE TRAZAS DE ELEMENTOS EN AGUA NATURAL.

Se describe un método para hacer posible la separa- ción de plomo en agua natural a niveles de ppm y su determina- ción final por E.A.A.

La muestra se prepara con HBr 0.15M filtrando y pasando a través de un Dowex 1 X 8 (en forma bromuro).

El plomo es dejado en la resina y la mayoría de los otros elementos presentes se separan de él. El plomo es diluido con HCl 6M y determinado por el método de ditizona y absorción atómica.

El método es usado para la detección de plomo en un rango de 2-14 ppm en agua potable y agua del Danubio.

144752n Vol 82 1975

EL USO DEL INTERCAMBIO IONICO PARA LA DETERMINACION DE TRAZAS DE ELEMENTOS EN AGUA NATURAL.

Un método se describe para hacer posible la separación de niveles de ppm de zinc en agua natural y la determinación final por absorción atómica.

La muestra es acidificada, filtrada y se trata con KCNS, se pasa a través de un Dowex 1 X 8 (en su forma tiocianato), el complejo aniónico de tiocianato de zinc es dejado y separado de la mayoría de los elementos que lo acompañan.

La columna se lava con una solución acuosa orgánica, HCl 1M y entonces el zinc se extrae con HBr 0.15M y se determina directamente por E.A.A. El método fué usado para la detección de zinc en aguas de Australia.

144753p Vol 82 1975

USO DEL INTERCAMBIO IONICO PARA LA DETERMINACION DE TRAZAS DE ELEMENTOS EN AGUAS NATURALES.

Se describe un método para la determinación de cobre en niveles de ppm en aguas naturales por E.A.A.

Las muestras se tratan con HCl 0.1M filtrando con ácido ascórbico y pasadas por un Dowex 1 X 8 (en su forma cloruro).

Después de la dilución con HNO_3 1M el cobre se determina por E.A.A. El método es usado para la determinación de concentraciones de cobre en un rango de 10-39 ppm en algunas aguas de Australia.

48000r Vol 83 1975

ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA.

Principios básicos de la E.A.A. y su aplicación en el control de la contaminación del agua. Se revisan 3 referencias.

65153k Vol 83 1975

RAPIDA DETERMINACION DE TRAZAS DE CROMO EN AGUA DE DESHECHO INDUSTRIAL Y EN SEDIMENTOS.

Un agente de supresión-interferencia sobre la detección de cromo con flama de aire-acetileno fué estudiado.

Se encontró que el Na_2SO_4 es un adecuado agente supresor de las interferencias de fierro, níquel y cobalto. El magnesio afectó la detección de cromo, pero el grado de interferencia varió con la sal de magnesio. Añadiendo citrato la interferencia fué suprimida.

37038z Vol 85 1976

TECNICAS AUTOMATICAS PARA EL ANALISIS DE FIERRO INORGANICO TOTAL.

Un método completamente automático para la preparación de agua superficial en el análisis de fierro inorgánico por E.A.A. son usados para muestras y estandares.

La técnica de preparación de la muestra automatizada trata 60 muestras/hora y es totalmente flexible.

112591e Vol 85 1976

DETERMINACION SIMULTANEA DE TRAZAS DE ALGUNOS METALES EN AGUA DE LAGO Y DE POZO.

Se detectan (\approx 1 ppb) de cromo, manganeso, cobre, -- zinc, cadmio y plomo en agua de mar y de pozo (2L) por E.A.A. con flama de C_2H_2 -aire después de añadir ácido nítrico 14N --- (10 ml.) con filtración. Se concentra a 50 ml. con rotación, evaporando a 60-70°. El efecto de los diversos iones es examinado.

130286p Vol 85 1976

DETERMINACION DE COBRE, ZINC, PLOMO Y MANGANESO EN AGUA SALADA Y DE COSTA POR LA COMBINACION DE QUELACION INTERCAMBIO-IONICO SEPARACION.

Una muestra sintética en solución es pasada a través de una columna 1.0 X 25 cm. que contiene \sim 1.7 ml. de resina - quelatada. Los metales son absorbidos completamente en la resina a un pH de 6.0-8.0 y eluidos efectivamente con 50 ml. de HNO_3 1N con una velocidad de elución de 5-10 ml./min.

La recuperación de cada metal fué de 95-100 % en --- 50 ml. de HNO_3 1N y el coeficiente de variación fué de 0.7- --- 2.8 %.

La diversidad de factores como pH, concentración de ácidos, cantidad de resina y la presencia de diversos iones es estudiada.

Iones tales como Na^+ , K^+ , Cl^- , SO_4^{2-} no causan inter-ferencia.

201484q Vol 85 1976

APLICACION DE LA E.A.A. PARA EL ANALISIS EN LA INDUSTRIA.

Una revisión de 19 referencias. Flama, horno de grafito y en especial la aplicacion del método de E.A.A. para la mejor detección en el análisis para la industria metalúrgica,-

47168b Vol 86 1977

EFFECTO DE GRASAS, ACEITES MINERALES Y CREOSOTA EN LA DETERMINACION POR A.A. DEL COBRE, FIERRO, PLOMO Y MANGANESO EN AGUA.

Se investigaron los efectos de los aceites minerales, dos grasas y creosota en la extracción.

Aceites minerales puros, grasas y creosota dieron -- 100 ± 15 % de recuperación, pero con aceites en solución dieron bajos resultados para cobre y fierro. A una concentración de aceite soluble de 12.5 mg/l la recuperación de cobre y fierro fué de 41 y 72 % respectivamente.

95765r Vol 86 1977

DETERMINACION DE ARSENICO Y SELENIO EN AGUA POR GENERACION DE HIDRUROS Y E.A.A.

El arsénico y el selenio son reducidos y convertidos a sus hidruros con NaBH_4 muestra acidificada.

Los hidruros son transferidos usando un colector N en el depósito de atomización en la A.A. y con un mechero H---flama. La solución contiene > 3.0 g/l. de arsénico y selenio y puede ser analizada.

Los compuestos orgánicos se descomponen por digestión ácida y se detectan los compuestos inorgánicos. Se minimizan las interferencias y los hidruros volátiles se eliminan de la solución.

La sensibilidad es $0.0056 \mu\text{g}$ de As y $0.0081 \mu\text{g}$ de Se. La desviación relativa estandar fué de 3.6 y 5.1 % respectivamente.

140953j Vol 87 1977

DETERMINACION DE ARSENICO TOTAL EN CORRIENTES DE AGUA Y EN --- AGUA

El arsénico orgánico e inorgánico es determinado en agua, en mezclas de agua y en materias de corrientes de agua.

Los compuestos orgánicos son descompuestos con radiaciones UV o por digestión con $H_2SO_4-K_2S_2O_8$.

El arsénico liberado es el arsénico inorgánico presente y es reducido a AsH_3 con $NaBH_4$. El AsH_3 es separado de la solución con N pasando a un tubo calentado a 800° el cuál es colocado en el paso óptico de el E.A.A.

Se pueden analizar 30 muestras/hora a niveles de μg As/l.

160894y Vol 86 1977

DETERMINACION DE CALCIO EN AGUA; ELIMINACION DE INTERFERENCIAS.

El calcio es detectado en agua usando un E.A.A. con una flama C_2H_2 -aire y una lámpara con intensidad de 14mA y -- C_2H_2 -aire con un flujo de 26 y 30 psi respectivamente.

Se obtuvieron las mejores condiciones de estabilidad en la solución complejo y la inestabilidad en los niveles de vapor atómico con la adición de 100-500 ppm de EDTA a la muestra.

La secuencia de interferencias para calcio (niveles de vapor) no interfieren si adicionamos NH_3 , las interferencias de ionización de la flama son eliminadas usando una sal di-Na-EDTA.

27602b Vol 88 1978

DETERMINACION DE FIERRO EN AGUAS NATURALES

Concentraciones de fierro 0.1-5 mg/l. pueden ser detectadas directamente por E.A.A. con mineralización $\leq 3g/l.$ a 248. 3 nm. usando una flama C_2H_2 -aire.

Las interferencias de SiO_2 son eliminadas añadiendo Ca^{2+} a la muestra, es efectiva a 5 mg/l. para 10 mg. de $SiO_2/l.$ El propano-butano-aire solo puede ser usado a $\leq 1g$ de mineralización.

27606f Vol 88 1978

METODO AUTOMATICO PARA LA DETERMINACION DE MERCURIO TOTAL DI-SUELTO EN AGUA FRESCA Y SALINA POR DIGESTION UV, VAPOR FRIO Y E.A.A.

Un flujo de UV es incorporado al sistema automático de vapor frío a la técnica espectrométrica y nos proporciona - un método para la detección de mercurio en aguas frescas, salinas y naturales.

La digestión por UV como un medio de degradación de los organo-mercuriales elimina la interferencia del cloruro el cual, se encuentra en las técnicas de oxidación química. El método degrada 7 de los más comunes organomercuriales encontrados en aguas naturales. La precisión del método a niveles de 0.007, 0.28 y 0.55 g de Hg/l. fué de $\pm 6.0\%$, $\pm 3.8\%$ y $\pm 1.0\%$ respectivamente.

El límite de detección del sistema fué de 0.02 g/l. El método es capaz de analizar 30 muestras/hora.

27611d Vol 88 1978

ANALISIS DE TRAZAS DE ARSENICO POR COLORIMETRIA, POLAROGRAFIA Y E.A.A.

Se describe un método para la detección de concentraciones totales de arsénico en muestras de agua y en plantas -- con sistema de generación eléctrica, después de una digestión y extracción con solvente. La medida del pico de arsénico en la curva es comparado con una curva estándar.

El rango efectivo de concentración para este método es de 2-50 μg de As/l. La precisión del método de polarografía es comparado con el de absorción atómica y el colorimétrico.

117437b Vol 89 1978

DETERMINACION DE CALCIO EN EFLUENTES DE AGUAS NEGRAS. METODO PARA EL ANALISIS DE AGUAS Y MATERIALES ASOCIADOS.

El calcio es detectado en muestras acidificadas tra-

tadas con solución de lantano y aspiradas a la flama por E.A.A.

El rango de aplicación es de \pm 40 mg/l., el límite de detección es de 0.01 y 0.38 mg/l. con un espectrofotómetro de simple y doble haz respectivamente, la sensibilidad es de 0.075 para 10 mg/l de absorbancia.

El método es específico para calcio, y las interferencias causadas por substancias que forman compuestos refractarios para calcio como componentes e.g. de Al, PO_4^{3+} , SO_4^{2-} , SiO_4^{4-} se minimizan con lantano

135501x Vol 89 1978

DETERMINACION DE ESTRONCIO EN AGUA SUBTERRANEA

Una muestra de 200 ml. de agua que contiene 1 ml. de HNO_3 concentrado, fué concentrada usando una lámpara de infrarrojo IR y para secar se uso un baño de vapor.

Se disuelve con HNO_3 0.11N, se añade 1 ml. de $LaCl_3$ (La^{+10} %) y se diluye con 10 ml. de HNO_3 0.1N.

El estroncio fué detectado por absorción utilizando una flama C_2H_2 -aire. La adición de HCl 1N resultó incrementado un 10 % en absorbancia, el H_2SO_4 1N decreció la absorbancia, mientras que con el HNO_3 no tubo efecto.

Las interferencias de calcio, sodio y potasio (pos.) arsénico, silicio, PO_4 , SO_4 (neg.), aluminio y silicio son discutidas. Con lantano 1000 ppm estas interferencias fueron controladas.

La curva de calibración fué lineal en un rango de concentración de 0.04-3.0 ppm. La detección del estroncio en agua subterránea de Auchí fué de 0.002-0.18 y 0.04-0.28 ppm en dos distritos:

135531g Vol 89 1978

PRECONCENTRACIONES Y DETERMINACIONES DE TRAZAS DE ELEMENTOS EN AGUA FRESCA Y AGUA DE MAR.

Comparación de resultados obtenidos por diferentes -

métodos: (Fluorescencia de rayos X, Activación Neutrónica y Ab sorción Atómica).

Se detectaron trazas de elementos en aguas estandarizadas de río y de mar por análisis de activación neutrónica (NA), rayos X fluorescentes (RXF) y espectroscopía de absorción atómica (EAA). (EAA excepto para agua de mar)

Se efectuaron preconcentraciones con NA con secado y congelado agitando con un agente celulósico (CA); con RXF fué por separación en columna.

220641a Vol 89 1978

SEPARACION DE 8 METALES PESADOS DE TRANSICION CON ELEMENTOS AL CALI Y ALCALINOTERREOS EN AGUA DE MAR Y ESTUARINA.

Un método es descrito para detecciones de cadmio, cobre, fierro, manganeso, níquel, plomo y zinc en agua de mar -- usando una resina Chelex 100 y un horno de gráfita por E.A.A.

El pH del agua de mar es ajustado a 5-5.5 y entonces se hace pasar a través de una columna Chelex 100

Los metales alcali y alcalino térreos se eluyen de la resina con NH_4OAc^- y las tra zas de elementos se eluyen con alícuotas de 25 ml. de HNO_3 al 2.5 M. Las dificultades pre--vias encontradas en la resina fueron superadas con la selección del instrumento.

Es posible la detección de niveles sub-nanogramos de estas trazas de elementos por E.A.A. con horno de gráfita.

El método ha sido demostrado para la selección cuantitativa, los elementos fueron separados del alcali y los elementos alcalino térreos.

El método es aplicado para trazas de elementos en -- agua de estuarina en la Bahía de Chesapeak y en agua de mar en el Golfo de Alaska.

109681g Vol 90 1979

DETERMINACION DE TRAZAS DE ALGUNOS METALES EN AGUAS CORRIENTES Y EN UN MANANTIAL.

Se determinó plomo, cobre, cadmio, manganeso, fierro y zinc en agua por E.A.A.

Los coeficientes de variación fueron: Plomo \pm 11.1, -cobre \pm 5.2, cadmio \pm 4.7, manganeso \pm 4.0, fierro \pm 10.0 y zinc \pm 2.9 %.

Con límites de detección de 0.005, 0.002, 0.001, -- 0.005 y 0.01 ppm respectivamente.

62443j Vol 91 1979

DETERMINACION DE BORO EN AGUA NATURAL CON UNA ATOMIZACION --- ELECTROTÉRMICA.

El boro es detectado en plantas y en agua por E.A.A. con una adición de bario para incrementar la sensibilidad.

Se recomienda una concentración para su análisis de 0-600 ng/l., la dilución de la solución muestra es frecuentemente requerida.

112255x Vol 91 1979

SEPARACION DE ARSENICO EN AGUA DE MAR POR FLOTACION Y DETERMINACION POR E.A.A. SEGUIDO POR UNA PRODUCCION DE ARSINE.

Se describe un método rápido y preciso para separar y detectar arsénico en agua de mar, en cantidades de submicrogramos.

El arsénico en 250 ml. de agua de mar es coprecipitado con $\text{Fe}(\text{OH})_3$ a pH de 8-9. La precipitación flota con el -- oleato de sodio en pequeñas burbujas que después se separan y se disuelven en HCl 5M.

El contenido de arsénico es detectado con producción de KI usando NaBH_4 como reductor y E.A.A. con una celda de absorción de 60 X 1.2

El pretratamiento con KI después de la separación elimina los efectos supresivos de cobre, selenio y níquel.

Las desviaciones estandar relativas de las muestras de agua de mar no varían más de 3 %.

145810c Vol 91 1979

LA SEPARACION DE ESTAÑO DE AGUA Y AGUA DE MAR Y SU DETERMINACION POR E.A.A. SEGUIDA DE UNA GENERACION DE ESTAÑO

Se describe un método para separar y detectar niveles de submicrogramos de estaño en agua.

Cantidades de submicrogramos de estaño (II y IV) en muestras de 1000 ml. de agua son coprecipitados con FeCl_3 a -- pH 4 ± 0.2 . Al precipitado se le añade docecyl sulfato de sodio y pequeñas burbujas de aire, se separan, se disuelven en -- HCl 6M y se diluyen a 10 ml. con agua.

Finalmente el contenido de estaño es detectado por -- la generación de estaño usando borohidruzo de sodio como reductor y por E.A.A. con una celda de absorción.

Esta técnica de separación ha sido exitosamente aplicada para la detección de estaño en agua de mar.

El tiempo requerido para la preconcentración de estaño para un volúmen de 1000 ml. de solución es de 15 min/mues--tra después de 15 min. de agitación.

162767m Vol 91 1979

ANALISIS DE TRAZAS DE METALES EN AGUA EN EL MAR DE ARABIA.

Determinación de cobre, fierro, zinc, níquel y manganeso disueltas en partículas en el mar de Arabia son reportadas.

El promedio de concentración ($\mu\text{g}/\text{l.}$) en las muestras disueltas es de: cobre 4.9 ± 0.3 ; fierro 20 ± 2.3 ; zinc 19.2 ± 1.8 ; cobalto 2.2 ± 0.3 y níquel 3.2 ± 0.3 .

Un promedio de las partículas formadas en $\mu\text{g}/\text{g}$ peso

seco es de: cobre 250 ± 43 , fierro 12007 ± 3048 , zinc 29745 ± 9959 , y manganeso 431 ± 128 .

El manganeso disuelto podría no ser analizado por este método y las partículas formadas por cobalto y níquel están abajo del límite de detección.

9284g Vol 91 1979

APLICACION DE LAS TECNICAS SIMPLS DE SISTEMAS DE HIDRUROS DE ARSENICO Y SELENIO.

Optimización en la detección de arsénico y selenio en aguas por reducción con NaBH_4 y E.A.A. usando un pequeño tubo de cuarzo. Se discute la relación entre la reducción a hidruro, la velocidad del gas y la temperatura de atomización.

Los límites de detección para arsénico y selenio -- son 12 y 3 ng respectivamente y las desviaciones estandar relativas son de ± 2.6 y ± 4.4 % respectivamente para 50 ng.

En las dos pruebas pueden correrse 40 análisis/hora. El uso de lámparas de electrodos de descarga en lugar de lámparas de cátodo hueco ofrece pequeñas ventajas si solamente -- unos cientos de análisis son corridos por año.

METODOS ANALITICOS SIN FLAMA.

57126d Vol 74 1971

DETERMINACION DE MERCURIO EN AGUA NATURAL Y EN EFLUENTES POR E. A.A. SIN FLAMA.

Se describe un método rápido y extremadamente sensible para detecciones de concentraciones bajas de mercurio de - 20 ng/l. en agua.

Las muestras son digeridas con una mezcla de permanganato de potasio y ácido sulfúrico en orden para la descomposición de los compuestos orgánicos contenidos en la adsorción del mercurio y para evitar la adsorción en las paredes del recipiente así como la pérdida por volatilización.

La recomendación de la concentración del permanganato es de obtener la descomposición completa de los compuestos de metil mercurio, después de la digestión el análisis se lleva a cabo por la técnica de absorción atómica.

1461173h Vol 74 1971

DETERMINACION DE SUBMICROGRAMOS DE MERCURIO EN AGUA POR E.A.A. SIN FLAMA.

Se describe un método sensible para la detección simultánea de Me-Hg-Cl, y Et-Hg-Cl y Ph-Hg-OAc en agua.

El vapor de mercurio generado por la reducción de -- los compuestos de mercurio circulan a través de un tubo de -- cuarzo, donde la absorción es de 253.7 nm. con una línea de resonancia de mercurio.

En una solución de ácido sulfúrico 2N Cl^- contiene - $\sim 0.4M$ sólo inorgánico. El mercurio es reducido con Sn(II) - en una solución de NaOH 1N conteniendo trazas de Cu (II) ambas orgánica e inorgánica. El mercurio orgánico es reducido y puede ser calculado por diferencia.

El rango de detección es de 0.2-7 ppb y la desviación relativa estandar de 2% a un nivel de 5 ppb. S^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ y Ag (en solución alcalina) no interfieren.

23452 Vol 79 1973

APLICACION DE E.A.A. SIN FLAMA PARA LA DETERMINACION DE TRAZAS DE METALES EN AGUA Y AGUA DE DESHECHO.

La E.A.A. sin flama es usada con un atomizador de -- grafito caliente para la detección de trazas de metales en -- agua natural y de deshecho en especial respecto a los proble-- mas de contaminación.

Aluminio, cromo, cobre, fierro, mercurio, manganeso y plomo son detectados en el Lago Constance.

Los resultados son comparados con los contenidos de NH_4^+ , Cl^- , y PO_4^{3-} . La correlación entre los contenidos elevados de las trazas de elementos y el grado general de contaminación son checados.

23455 Vol 79 1973

DETERMINACION DE ALGUNOS METALES EN AGUA POR E.A.A.

Se detectan trazas de: zinc, cobre, cadmio, fierro, plomo y manganeso, de diferente salinidad por E.A.A. después de la separación con 1- pirrolidineditiocarbamato de amonio a pH de 2.5 y la extracción con metil-isobutil-cetona.

Además de la separación y preconcentración la sensibilidad se incrementa en la etapa de la extracción.

Las sustancias y los complejos orgánicos son destruidos por radiaciones UV antes de la extracción.

Se usa la técnica de E.A.A. sin flama con un horno de grafito caliente en combinación con una volatilización selectiva y la eliminación del sodio en las muestras usando Sb_2O_5 hidratado.

3499u Vol 79 1973

DETERMINACION DE MERCURIO EN AGUA POR E.A.A. SIN FLAMA.

El agua es tratada con ácido para minimizar el mercurio presente en compuestos orgánicos. La adición de SnCl_2 reduce al mercurio a su forma elemental.

El mercurio libre es transportado por aire a una cámara de cuarzo donde la absorción es leída a 2537Å.

19285u Vol 80 1974

ANALISIS DE METALES EN AGUAS CONTAMINADAS CON UN ATOMIZADOR DE GRAFITO CALIENTE.

Un simple mecanismo con un atomizador de grafito caliente sin flama es usado para detectar arsénico, cadmio, cobalto, cobre, níquel, molibdeno, plomo, y zinc y otros metales en agua natural.

La detección y sensibilidad de los límites es establecido. La sensibilidad se mejora en el orden de 10^{-10} a 10^{-12} eliminando muchos procesos que se requieren en el método, usando un sistema convencional quemador-nebulizador.

La sensibilidad como función de corriente y duración de descarga y el potencial de interferencia son discutidos.

11243z Vol 80 1974

SEPARACION DE MERCURIO DEL AGUA DE MAR POR ADSORCION DE FLOTACION COLOIDAL Y ANALISIS POR E.A.A. SIN FLAMA

La flotación por adsorción coloidal es usada para separar el ion mercurio del agua de mar a niveles bajos de $0.02 \mu\text{g/L}$. usando un colector de CdS y cloruro de octadeciltrimetil amonio en la superficie.

El mercurio es analizado por E.A.A. sin flama recordando el mercurio de las muestras de 0.5 l. con 0.010 Mg de inorgánico.

El mercurio da $0.014 \pm 0.002 \mu\text{g}/0.5 \text{ l}$. Las muestras de agua de mar de una estación del mar abierto se analizaron para detectar el total de mercurio.

137113k Vol 81 1974

EVALUACION DEL USO DE UN ATOMIZADOR DE GRAFITO CALIENTE EN LA DETERMINACION POR RUTINA DE TRAZAS DE METALES EN AGUA.

La detección de trazas de metales en agua natural por la comparación directa con solución estandar usando un atomizador de grafito caliente no es practica, excepto para cobre y manganeso.

Si primero se hace una quelación-extracción el método es bueno para el calcio, plomo y cromo.

La sensibilidad para arsénico, erbio, euterio, galio,-

mercurio, iridio, selenio y antimonio es también baja en determinaciones por rutina.

137114m Vol 81 1974.

E.A.A. SIN FLAMA PARA LA DETERMINACION DE MERCURIO ORGANICO E INORGANICO EN AGUA A NIVELES DE PPB USANDO UNA FASE DE EQUILIBRIO CON VAPOR EN LA SOLUCION.

Una solución muestra conteniendo 0.6 g de mercurio - inorgánico es aforado a 250 ml., se pasa a una matraz de 500ml. y se reduce con 10 ml. de H_2SO_4 2:1 y 5 ml. de $SnCl_2$ con agitación por 3min.

El vapor fué removido con 2L. aire/min. por 10 segundos y despues se pasa el agua a través de un colector de hielo.

Para la detección de mercurio orgánico en solución - con otra muestra fué tratada con 2 ml. de $CdSO_4$ al 1.14% y 5 ml. de $SnCl_2$ al 10% aereado y removido el mercurio inorgánico.

Después de la reducción del mercurio orgánico con -- 10 ml. de H_2OHL_2N el vapor es enviado a la celda.

La curva de calibración lineal obtenida para mercurio inorgánico es de 0.08-2.4 $\mu g/l$. con un coeficiente de desviación de 2.7 a un nivel de 2 $\mu g/l$.

La adición de cadmio toca la sensibilidad y previene interferencias para los otros iones.

137118r Vol 81 1974

LA ABSORCION ATOMICA. APLICACIONES EN MUESTRAS MARINAS.

Se discute la aplicación de la E.A.A sin flama para el análisis de trazas de metales en aguas marinas, sedimentos y en partículas de aire.

Los métodos son descritos para el análisis de: cobre, fierro, cobalto, níquel, cadmio, plata, zinc y plomo en estas muestras.

El reciente desenvolvimiento del atomizador designa primero el método estático del análisis y se utiliza la ranura del tubo de grafito, mejorando significativamente las sensibilidades y consiguiendo rapidez en el análisis.

96250c Vol 81 1974

DETERMINACION DE VANADIO EN EL AGUA DE MAR CON UN HORNO DE GRAFITO CALIENTE Y E.A.A. DESPUES DE LA SEPARACION DE LA SAL.

Se hace un estudio del metavanadato con soluciones - a diferentes valores de pH.

El agua de mar es filtrada, acidificada y despues se pasa por una columna de 500 mg. El vanadio es detectado por -- E.A.A. con un horno de grafito y un corretor de fondo D en una columna homogeneizada con una alícuota de 5 mg.

El método es evaluado para 0.2-12 μg V/l. con intervalos en las bases de las respuestas lineares proporcionales - entre el vanadio en la solución salina y el agua de mar en las ausencias de interferencias de humo durante la atomización.

Las dos muestras de mar dan valores de 0.71 \pm 0.09 y 0.52 0.04 μg V/l.

21594e Vol 82 1975

DETERMINACION DE BAJOS CONTENIDOS DE BERILIO EN AGUAS MINERALES POR E.A.A. SIN FLAMA.

La E.A.A. sin flama se hace posible para la determinación de niveles de ppb de berilio rápidamente sin preconcentración, las temperaturas óptimas de secado son de 100°, la combustión a 1100° y la atomización a 2650°.

Las pequeñas cantidades de muestra son de 10-20 μl . conteniendo 1-100 μg de Be/l. Los metales alcali no interfieren, los sulfatos tienen un efecto suave de depresión y el magnesio tiene un efecto positivo débil, sin embargo estos efectos se compensan con otros. Por eso las soluciones calibradas contienen sus correspondientes cantidades de sulfato de sodio y de magnesio.

Las desviaciones estandar son de 2.2% y el límite de detección es de 0.05 ppb.

Se determinó el Berilio contenido en algunas aguas minerales del oeste de Bohemia.

76840n Vol 82 1975

DETERMINACION DE TRAZAS DE ELEMENTOS EN EFLUENTES DE PLANTAS - DE FUERZA MOTRIZ.

La E.A.A. sin flama fué usada para la detección de niveles de trazas de 12 metales en efluentes de plantas de fuerza motriz y en aguas de estuario.

Estos incluyen a el arsénico, calcio, cadmio, cobre, cromo, fierro, mercurio, manganeso, níquel plomo, selenio y -- zinc.

En muestras de desagüe se obtiene usando una modificación de las muestras secuenciales obtenidas en 24 hrs. compuestas en muestra/día.

Cada una de las plantas es probada por periodos de -- 1 a 3 semanas por encima de 20000 análisis individuales que -- son llevados a cabo 1000 muestras en 11 locaciones.

Los procedimientos de los análisis son detallados y -- precisos para estos metales.

8518w Vol 86 1977

DETERMINACION DE PLOMO EN AGUA SALINA USANDO UN E.A.A. SIN FLAMA.

El plomo en muestras de agua es medido por E.A.A. sin flama (tubos de grafito, cuvetas) los disturbios dependen del matraz que lo contiene y se observa que fueron causados principalmente, por el sodio en la superficie acuosa. Otros iones podrían causar señales de depresión para la eliminación de estos disturbios.

Se sugiere un procedimiento de adición donde la curva de calibración sea señalada en la solución en la misma matriz, así como la medida de la solución, esto ocurre por la adición gradual de la solución estándar a la muestra de agua.

Una muestra de 100 ml. de agua es acidificada con -- 1 ml. de ácido sulfúrico concentrado, se adiciona una cantidad conocida de plomo poco a poco y se miden sus respectivos coeficientes de extinción. Para esto la necesidad de corrección de la extinción se omitió, y el procedimiento de adición fué equivalente al trazado de la curva de calibración de una solución contenida en el mismo matraz que la muestra.

21591j Vol 86 1977

EXPERIENCIAS PRACTICAS EN LA HIGIENE DEL AGUA, LA ATMOSFERA Y LA NUTRICION.

Análisis del medio ambiente por medio de E.A.A. sin -

flama. Se revizaron 10 referencias.

145475u Vol. 86 1977

DETERMINACION RAPIDA DE TRAZAS DE FIERRO Y COBRE EN SISTEMA DE AGUA DE BOILER POR E.A.A. SIN FLAMA.

La absorción atómica sin flama es un método rápido y sensible para determinar trazas de fierro y cobre en sistemas de agua de boiler.

El tiempo es aproximadamente de 5 veces más rápido que el de la colorimetría y hay menos contaminación.

11673q Vol 88 1978

DETERMINACION DE CADMIO EN AGUA DE MAR POR E.A.A. SIN FLAMA

El cadmio está en un rango de 0.07 a 0.16 ppb en el mar de Hiroshima y puede ser detectado por extracción con dietilditiocarbamato en metil-isobutil-cetona por E.A.A. sin flama.

65773r Vol 88 1978

DETERMINACION DE COBRE, NIQUEL Y CADMIO EN AGUA DE MAR POR QUELACION POR APDC(COPRECIPITACION) Y E.A.A. SIN FLAMA

La E.A.A. sin flama es usada para la detección de niveles de nanomol/kg, de cobre, níquel y cadmio en agua de mar.

Se utiliza para la extracción el quelato de pirroldineditio carbamato de cobalto (APDC).

172586h Vol 87 1977.

DETERMINACION DE TRAZAS DE CADMIO EN AGUA DE MAR POR E.A.A. - SIN FLAMA .

Se describe un método de E.A.A. sin flama para la detección de trazas de cadmio en agua de mar en el que se utili-

blanca formada es removida por filtración, entonces el filtrado es sacado y se utiliza como una muestra para medir, una completa separación de la sal no es necesaria en este pretratamiento.

El efecto de la sal residual puede ser evitado por separación en la absorción atómica del cadmio y la absorción de la mol residual ser controlada con la temperatura y el tiempo de calcinación y atomización de la muestra con la varilla de C.

Con 5 muestras la ocurrencia del rango es de 0.8-5.3 y el coeficiente de variación de 2.0 a 8.5 %.

172594j Vol 87 1977

DETERMINACION DE ALGUNOS METALES EN AGUA DE MAR POR E.A.A. SIN FLAMA DESPUES DE ELECTRODEPOSITAR GRAFITO PIRROLITICO.

Un horno con un saco de grafito pirrolítico se incorpora a una celda para la electrodeposición para detectar mercurio en agua de mar.

Después el horno es pasado a un E.A.A. por atomización de metales depositados. El fluido se probó para el plomo en agua de mar comparando los resultados con los obtenidos por un ASV.

La técnica es aplicada en la determinación de cobalto y níquel en el agua de mar ya que son metales irreversibles depositados en grafito y tienen sensibilidad usando ASV, pero son fácilmente medibles con absorción atómica.

Las medidas son reproducibles con una desviación estándar relativa de 15% por intervalos de 10 minutos respectivamente.

Las características de concentración para cobalto y níquel son de 0.02 mg/l.

206258v Vol 87 1977

DETERMINACION DE MANGANESO EN AGUA NATURAL POR E.A.A. SIN FLAMA.

El manganeso puede ser detectado rápidamente en agua natural por la inyección directa a un E.A.A. sin flama.

Las interferencias causadas por la sal de mar en el agua con NH_4NO_3 y con una lenta elevación de la temperatura.

La sensibilidad de la detección se ve decaída por la presencia de HNO_3 , la disminución del decaimiento se hace con un tubo de grafito. El límite de la detección de las matrices en el agua marina es de > 0.002 ng. y la sensibilidad es > 0.02 ng/l: absorbancia.

La presión es mayor del 10% para concentraciones de manganeso de $10 \mu\text{g/l}$. en el agua de mar.

11743lv Vol 89 1978

ANALISIS PARA CANTIDADES EN NANOGRAMOS DE ARSENICO EN MUESTRAS DE AGUA NATURAL POR UNA PRODUCCION DE ARSINE SEGUIDA DE UNA DETERMINACION POR E.A.A. EN UN HORNO DE GRAFITO.

La detección del total de arsénico así como su apreciación en aguas naturales se llevó a cabo detectada con una excelente precisión y con una sensibilidad de nanogramos por E.A.A. sin flama.

Las diferentes especies de arsénico en muestras de agua fueron reducidas a sus correspondientes hidruros colectados en H_2 líquido y frío de donde se vaporizaron selectivamente y después fueron pasados por el horno de grafito para detectarlos.

La exactitud relativa del método es mayor que 5% que por EPA. Para la rehabilitación del método se calculó el total de arsénico analizado con el detectado por un proceso de digestión de la muestra.

11833n Vol 89 1978

DETERMINACION DE METALES PESADOS EN EL AGUA DE MAR Y ORGANISMOS MARINOS POR E.A.A. SIN FLAMA

Cuando se cierra el paso del flujo antes del paso de atomización durante un tiempo prolongado del paso del gas, el tubo debiera ser protegido contra la destrucción de el oxígeno-infiltrado de el aire. Para esto el flujo del gas no es suspendido sino cambiado para que vaya como flujo laminar en ambos lados del tubo formando una cortina gaseosa.

La suspensión del gas para los tubos atomizadores de grafito es superior para aquellos que en el mercado se muestran que pueda reproducirse para medir cadmio-

220630h Vol 89 1978

DETECCION DE TRAZAS DE METALES POR E.A.A. CON HORNO DE GRAFITO

Dos propiedades fisicoquímicas ocurren en especies naturales en agua de lago y fueron de utilidad en la apreciación de metales.

Las especies son distribuidas a lo largo de un rango continuo de pequeños iones hidratados del complejo ion-metal ácido húmico.

La segunda propiedad de interés es la dependencia del pH del ion-libre, enlace-ion.

Las dos propiedades fueron combinadas a un pH y se usó un horno de grafito para determinar la concentración del ion metálico.

Una comparación de procedimientos selectivos de especies con los procedimientos de separación de tamaño indicaron que las separaciones son aplicables a más metales, menos a --- aquellos que sufren en la pérdida de absorción, los efectos de equilibrio de la membrana Donnan y en tiempos largos de equilibrio.

12038q Vol 90 1979

DETERMINACION SIMULTANEA DE CADMIO Y COBRE EN AGUA CON HORNO DE GRAFITO DE DOBLE CANAL

Las condiciones óptimas de operación fueron: el secado 30 seg. a 180°; calcinado 60 seg. 470°; atomizado 10 seg. a - 2700° y el flujo de esto a velocidad de 3 l/min.

Las soluciones problema fueron acidificadas con ácido nítrico por que el cadmio y el cobre llegaron a su máximo de concentración sobre el rango de 0.1-0.5 normal en H_2NO_3 y la adición de ácido nítrico fué efectiva para decrecer la absorción no específica causada por $NaCl$ y KCl .

Para muestras con velocidad de 20 μ l. la calibración de la gráfica fué lineal a 2.5 ppb para cadmio y 250 ppb para cobre.

La desviación estandar relativa fué de 2.4 y 1.4% respectivamente, se obtuvo el análisis niveles de 2.0 ppb para cadmio y 200 ppb para cobre. En las determinaciones de cadmio las cantidades permisibles de algunos iones coexistentes tales como K^+ y Pb^{2+} , fueron incrementados considerablemente haciendo uso de el area de el pico en el lugar de la altura de el pico como-

Este método fué aplicado para analizar agua de río y agua de deshecho y los resultados fueron satisfactorios por el método de corrección de fondo.

28780m Vol 90 1979

ELEMENTAL DETERMINACION DE ARSENICO, PLOMO, CADMIO, CROMO, Y SELENIO EN LOS LIMITES DE REGULACION DE AGUA POTABLE POR E.A.A. - SIN FLAMA.

Se utilizan lámparas de electrodos de descarga (EDL) en E.A.A. para detectar cantidades pequeñas (trazas) de elementos, absorbiendo luz ultravioleta .

Para el sistema de lámparas de electrodos de descarga se puede analizar muestras en concentraciones de ppb.

La aplicación de EDL en la detección de arsénico, selenio y plomo con un atomizador de horno de grafito fué probada. La detección de cromo y cadmio fué investigada usando una lámpara de cátodo hueco.

Las desviaciones estandar para los valores límite de concentración son de: ± 2.45 para arsénico, ± 3.77 para plomo, ± 2.11 para cadmio, ± 1.0 para cromo y $\pm 1.51\%$ para selenio.

109692m Vol 90 1979

DETERMINACION DE TRAZAS DE SILICA EN AGUAS DE PROCESOS INDUSTRIALES POR E.A.A SIN FLAMA.

El método se utiliza para detectar trazas de SiO_2 en aguas de procesos industriales por E.A.A. sin flama incorporando la adición de calcio en muestras y estandares para reducir la formación de SiC , además mejora la sensibilidad. Añadiendo lantano minimiza las interferencias negativas causadas por los ortofosfatos.

Es buena la correlación entre el método de E.A.A. - sin flama y el método azul colorimétrico como fué demostrado. - Se recuperó la SiO_2 añadida a varias muestras de aguas industriales, la cantidad añadida fué hasta 102%.

La desviación estandar relativa de la muestra es de $-25 \mu\text{g/l.}$ el nivel de SiO_2 es de 6.1%, el límite de detección fué de $2.5 \mu\text{g/l.}$ para SiO_2 .

12728g Vol 90 1979

**ANALISIS POR E.A.A. SIN FLAMA DE MERCURIO CON UN SISTEMA DE MO
DELO ACUATICO.**

Modelos químicos de aguas frescas y agua de mar (34% S) se usaron para examinar el efecto de materiales ácidos (humic) en el análisis de mercurio por E.A.A. sin flama.

Soluciones conteniendo $HgCl_2$ (1 μg Hg/l.), y varias -- concentraciones de materiales ácidos (humic) llevan el equilibrio, bajo condiciones controladas. En ambas asociaciones entre las entidades inorgánicas tubieron lugar dentro de los 90-min. a pH de 7 y los compuestos de mercurio orgánico no fueron detectados por métodos analíticos para compuestos inorgánicos.

La cantidad de mercurio detectado fué relacionado a la cantidad de material humico adicionado a la sal. En experimentos que involucran cambios de pH, las soluciones modelo mostraron tres características:

- 1) Una respuesta en el rango de pH neutro y alcalino -- donde los humos son aparentemente estables.
- 2) Un minuto en el rango de pH de 2-4 donde la formación de ácido floculante aparece para eliminar a el mercurio de la solución.
- 3) A un pH de 1, algunos restos de mercurio aparecen -- del precipitado orgánico.

Estudio de fotólisis usando un modelo de agua fresca mostró que las cantidades totales de mercurio podrían ser después de 2hrs. irradiadas a un pH de 1.

Usando la misma técnica para metil mercurio y difenil mercurio estos compuestos se descomponen en el término de 1 hrs.

127289q Vol 90 1979

**DETERMINACION DIRECTA DE TRAZAS DE MOLIBDENO EN AGUA DE MAR SIN
TETICA POR E.A.A. CON ATOMIZACION ELECTROTERMICA Y VOLATIZACION
SELECTIVA DE LA SAL ORIGINAL.**

Se describe un método rápido y simple para la determinación directa de trazas de molibdeno (0.1-4 ng) por E.A.A. -- con horno de grafito en agua de mar sintetica.

La sal original puede eliminarse completamente por -- una volatización selectiva a 1700-1850°C., pero se disminuye la absorbancia del molibdeno si esta en presencia de NaCl, Na_2SO_4 , $MgCl_2$ y $CaCl_2$, existe un pronunciado --

enriquecimiento. La presencia de $MgCl_2$ previene el efecto depre-
sivo.

Muestra de $< 50 \mu l$ pueden ser analizadas directamen-
te sin usar un corrector de fondo con una precisión de 10%.

15683x Vol 90 1979

DETERMINACION DE BERILIO, ANTIMONIO, MOLIBDENO, VANADIO, COBAL-
TO, NIQUEL Y CADMIO EN AGUA POR E.A.A. SIN FLAMA.

Durante la atomización, la circulación continua de -
sodio produce una absorbancia baja.

Las interferencias de magnesio con cadmio son elimi-
nadas modificando la temperatura calcinando a una temperatura
de 310 y 350°. Las interferencias de sodio pueden ser eliminadas
por diferencias de absorbancia entre 228.8 y 225.5.

El calcio (200 ppm) reduce la absorbancia de 0.01 ppm
de berilio en un 50%. El efecto puede prevenirse añadiendo --
1-3% de ácido sulfúrico.

209822x Vol 90 1979

UN METODO DE ADICION MODIFICADO PARA DETERMINAR CADMIO, PLOMO,
COBRE Y FIERRO.

La E.A.A. sin flama usando un horno de grafito calien-
te es un método sensible para analizar muestras ambientales de
trazas de metales.

Altas concentraciones de sal causan problemas de in-
terferencia que no son corregidas utilizando las condiciones -
del horno y/o utilizando corrector de fondo.

Ejemplos con radios idénticos de mayores cationes tie-
nen absorbancia con trazas de metales para sodio directamente-
y concentraciones de trazas de metales.

Las ecuaciones y las curvas basadas en concentracio-
nes de sodio similares a las estandar pueden ser calculadas por
sí sobrevienen problemas de interferencias de trazas de elemen-
tos.

Las concentraciones de plomo, cadmio, cobre, y fierro
en agua de mar pueden ser determinadas con exactitud de las --
muestras que contienen sodio usando las curvas apropiadas de -
absorbancia contra estandar puro.

209826b Vol 90 1979

DETERMINACION DIRECTA DE BARIO EN AGUA DE MAR Y AGUA ESTANCADA CON UN HORNO DE GRAFITO.

Muestras de agua de mar en el golfo de Alaska y agua estancada del río York en Virginia fueron directamente analizadas para concentraciones de bario usando un horno de grafito - contra espectrometría de emisión.

La exactitud del método es evaluado por la corrección de los resultados con los datos de análisis usando una fuente-lineal y una fuente de modulación continua de longitud de onda contra atomización del horno de grafito y E.A.A., así como el análisis de muestras de agua estandar.

Se discuten las interferencias de análisis y las -- técnicas.

203709g Vol 91 1979

METODO PARA LA DETERMINACION DE MERCURIO POR E.A.A. SIN FLAMA USANDO UN CONTROLADOR DE AMBIENTE.

Un método para la determinación de mercurio en muestras ambientales está basado en la reducción de vapores de mercurio con SnCl_2 , ácido ascórbico, H_2CO y subsecuentemente la determinación del vapor de mercurio por E.A.A. sin flama a --- 253.7 nm.

Las posibles interferencias usando SnCl_2 , ácido ascórbico y H_2CO como agentes son dadas.

El método puede usarse para determinar mercurio en - agua y en aire. El incremento de la sensibilidad de mercurio - fué preconcentrado en una solución 0.01N de I.

216515y Vol 91 1979

DETERMINACION DE FIERRO, MANGANESO Y ZINC EN AGUA DE MAR CON UN HORNO DE GRAFITO POR E.A.A.

Se describe un método para la determinación directa de fierro, manganeso y zinc en agua de mar con un horno de grafito y por E.A.A.

Una combinación de tubos de grafito, volatización -

no de grafito y por E.A.A.

Una combinación de tubos de grafito, volatización se lectiva y técnicas de matriz, hacen posible que los 3 elementos sean determinados por este método.

Los bajos límites de detección son de 0.2, 0.2 y 0.4 μ g/l. con sensibilidad de 0.4, 0.2 y 0.07 \pm g/l; y con deter minaciones de 4.5, 8 y 11 % (a niveles de 2 μ g/l.) son obtenidos para fierro, manganeso y zinc respectivamente.

MÉTODOS ANALÍTICOS DE EXTRACCIÓN CON SOLVENTES.

80063k Vol 69 1968

DETERMINACION DE ESCANDIO EN AGUA DE MAR.

Se ha desarrollado un método para la determinación de escandio en agua de mar a niveles de sub-microgramos.

El escandio es coprecipitado con $\text{Fe}(\text{OH})_3$ a pH de 8-9 y después separado del fierro por intercambio iónico.

La concentración final se llevó a cabo por extracción de el escandio dentro de una solución de oxima en BuOH.

Se utiliza una flama $\text{N}_2\text{O}-\text{C}_2\text{H}_2$ para la determinación por E.A.A. Se recupera de oxima de 95 al 100%.

El almacenaje de la solución antes de analizarla ha sido investigada por técnicas radiométricas con escandio. La concentración de escandio en la superficie de el mar de China fue de $0.01 \pm 0.005 \mu\text{g}/\text{l}$.

99247u Vol 69 1968

DETERMINACION DE FIERRO Y NIQUEL EN AGUA Y SALMUERA POR EXTRACCION CON SOLVENTES.

Se describe un método rápido, confiable y sensible para la detección de trazas de fierro y níquel en concentraciones de agua y salmuera.

Un simple y sencillo proceso de extracción es efectivo para fierro en agua a concentraciones de 0.4-200 ppb. Un proceso similar para concentraciones de níquel en un rango de 2-200 ppb en agua y de 4-200 ppb en salmuera.

Se extrae 15 minutos con metil-isobutil-cetona con un sistema buffer a pH de 7, produciendo óptimos resultados.

Los agentes complejos en solución al 0.2% son 8-hidroxiquinolina y dimetilglioxina para fierro y níquel respectivamente.

22802k Vol 70 1969

DETERMINACION DE ALGUNOS METALES EN AGUA POTABLE.

La determinación de zinc en agua puede ser por E.A.A. después de una dilución con agua (1:1), para la detección de níquel, cobre, cadmio y plomo, el agua potable debe ser ajustada a un pH de 2.5 seguido de la adición de una solución al 5%

del quelato formado por pirrolidineditiocarbamato de amonio -- (I) y metil-isoBu-cetona agitando la mezcla por cinco minutos.

La fase I es separada y usada para la medida con el espectrofotómetro. Este método es rápido y confiable, los resultados de los análisis de agua de varias fuentes son reportados.

884415r Vol 71 1969

DETERMINACION DE TRAZAS DE METALES EN AGUA DE MAR

El método de R.R. Brooks y colaboradores (1969) para la determinación de trazas de metales por E.A.A. en agua salada despues de la extracción con 1-pirrolidineditiocarbamato de amonio como agente quelante y con metil-isoBu-cetona como solbente fué estudiado.

Se incorporó el método de adición estandar en el proceso y se corrio un blanco para cada análisis.

En general las concentraciones de fierro, plomo y cobalto están a bajo de los límites de detección. Sin embargo, el método es adecuado para detectar trazas de zinc, cobre y níquel en agua de mar.

La desviación estandar de la muestras contiene para níquel 1.8-2.6; para zinc 1.7-3.8; y para cobre 0.5-4.5 ppb -- donde 0.14, 0.089 y 0.29 ppb respectivamente.

84419v Vol 71 1969

DETERMINACION DE TRAZAS DE PLATA POR INTERCAMBIO IONICO Y E.A.A.

Un método es desarrollado para determinar de 0.1-1 μg de Ag/l en agua. Este método permite la estabilización de la plata en agua sin pérdidas.

Las condiciones óptimas pueden ser establecidas para la completa recuperación de la plata en agua en una columna de intercambio ionico, para cuantificar la plata que se extrae de la resina, y para medir la plata por E.A.A. despues de la quelación con pirrolidineditiocarbamato de amonio y extracción del quelato con metil-isoBu-cetona.

La plata puede ser detectada en un rango de 1-10 $\mu\text{g}/\text{l}$. por extracción sin preconcentrar en una resina de intercambio.

42118r Vol 71 1969

DETERMINACION DE ORO EN AGUA CON UN RANGO NANOGRAMICO POR INTERCAMBIO ANIONICO Y E.A.A.

Para un orden de detección nanogramica de cantidades de oro en agua simple, el filtro \approx 10 litros de agua en la muestra situado abajo de 40 psi N de presión, usando una filtración con una presión descrita por G.F. Scabro (1968).

Inmediatamente se acidifica el filtrado con HCl a pH de 1 y se bromina con 50 mg. de Br/I. La muestra se pasa a través de una columna de resina de intercambio anionico AgI-X8 (Cl⁻ formado), y se lava la columna con 50 ml. de agua. Se diluye el oro de la resina con 250 ml. de Me₂CO-HNO₃-H₂O 100:5:5 a un porcentaje de 50 ml/hr.

La evaporación de Me₂CO en el filtrado 50-5° y la dilución de la solución permanece a 50 ml. con agua. Se añaden 5 gotas de una solución de agua de bromo al 1% y se añaden 10 ml. de metil-isobutil-cetona, se agita un minuto.

La detección del oro en la fase orgánica por E.A.A. se describe en C. Huffman (1976), usando para el análisis 2428A.

El oro es detectado en agua simple (55-200 ng/l.) -- conteniendo NaCl 10-20% y agua simple conteniendo Ca²⁺, Mg⁺, HCO₃⁻. Cl y SO₄²⁻ con recuperación de 95-119.1 %.

10508x Vol 71 1969

DETERMINACION DE ORO EN AGUA NATURAL EN NIVELES DE PARTES POR-BILLON POR QUELACION Y E.A.A.

Se prepara el polímero por condensación de 1,4 diamino 2,5 dimercaptano benceno con glicoxal, recordando el método de Bayer (1967) que fué usado para medir trazas de oro en agua natural por extracción con metil-isobutil-cetona y E.A.A. ajustando la muestra de agua a pH de 7 tratada con 10ml. de HCl y con una solución de bromo al 1%, se deja reposar toda la noche antes de pasarla a través de un polímero quelante en una columna de Cromosorb W, lavar la columna con agua hasta eliminar completamente el Cl⁻ y lavar con HCl para extraer el quelato de oro.

Después de extraer por filtración el eluato con metil isobutil-cetona se determina el oro por E.A.A. a 243 nm. De la columna de polímero concentrada sale el oro en iones y en forma coloidal del agua natural, las muestras que son posibles determinar van de 0.5-20 ppb de oro.

Las interferencias de mercurio con la quelación son eliminadas como complejos de mercurio con NH_4^- y CN^- , las interferencias pueden ser eliminadas oxidando la solución muestra con permanganato de potasio en medio clorhídrico.

15667h Vol 72 1970

DETERMINACION DE MICROGRAMOS DE MOLIBDENO EN AGUA DE LAGO.

La extracción de molibdeno por diferentes agentes fué estudiada, y comparada su sensibilidad con la absorción atómica. La oxina y el ditiol son algunos de los más sensibles.

Las condiciones óptimas para extraer el molibdeno con oxina a niveles micrográmicos y la interferencias de ciertos elementos en la absorción atómica son investigados.

El molibdeno puede extraerse con 100 ml. de agua con oxina en metil-insobutil-cetona y determinarlo con E.A.A. con flma $\text{H}_2\text{O}-\text{C}_2\text{H}_2$.

El coeficiente de variación del agua de lago contiene 20 μg Mg/l., el valor concentrado es 1.8 y 4.0 % respectivamente.

La sensibilidad del método es de 1 ppb.

101880 Vol 73 1970

DETERMINACION DE LITIO EN AGUA DE MAR.

Se determina litio en agua de mar (140 en la costa y 170 μg /l. en agua de mar abierto) por E.A.A. despues de extraerlo con alcohol isoamílico.

123410y Vol 73 1970

DETERMINACION DE COBRE EN AGUA DE MAR.

Un método es sugerido para determinar cobre en agua de mar despues de concentrar, el cobre es recolectado con dietilditio carbamato de plomo, se obtiene un precipitado y este se disuelve en un pequeño volumen de CH_3Cl y el cobre es detectado en la solución por E.A.A. (con una absorbancia a 436 nm.)

La curva de calibración es reportada para 6 muestras con concentraciones de 14.47-16.7 $\mu\text{g/l}$.

67553d Vol 74 1971

EXTRACCION SIMULTANEA DE FIERRO, MANGANESO, COBRE, COBALTO, NIQUEL, CROMO, PLOMO Y ZINC EN AGUA NATURAL.

La quelación del ácido dietilditiocarbámico a un pH de 2 a 7 (Mn4-7) seguido con una extracción con metil-isobutilcetona es usado en la concentración de iones presentes de hierro, manganeso, cobre cobalto, níquel, cromo, plomo y zinc en agua natural con rangos de concentración de ppb. La descomposición del quelato de manganeso es rápida.

El cambio de absorbancia tiene un tiempo de 0.03 % - min. arriba de los 100 minutos, después del cuál decae más cerca del exponencial.

El método puede ser adaptado para la detección de ambos filtros y particularmente fracciones de estos metales en agua natural.

40177t Vol 75 1971

DETERMINACION DE TRAZAS DE CADMIO, PLOMO, COBRE Y ZINC EN AGUA COMBINADA CON UNA EXTRACCION CON SOLVENTES.

Para la detección de ppb de cantidades de cadmio, zinc plomo y cobre en 0.5-1 litro de agua, añadiendo 5ml. de sal de Rochelle al 20 % y 2 ml. de $\text{NH}_4\text{OH}\cdot\text{HCl}$ neutralizado con NH_3 y azul de timol añadiendo $\text{NH}_4\text{Cl}\text{-}\text{NH}_4\text{OH}$ como buffer, se extrae con 2 partes de 10 ml. de ditizone 0.03 % CCl_4 combinado, se lava con agua y se reextrae con 10 ml. de HCl IN⁴ (para Cu 4N) aspirando.

91208m Vol 75 1971

DETERMINACION DE PLOMO EN AGUA.

Para la determinación de plomo de 0.3-3 mg. Pb/l., la muestra de agua es acidificada con HCl y el plomo es posteriormente extraído con un complejo de pirrolidineditiocarbamato de amonio en isopropil acetona.

La extracción orgánica es después nebulizada dentro de la flama de C_2H_2 -aire en el E.A.A.

No es necesario un embudo de separación ya que la nata de la capa orgánica se queda pegada en el cuello del embudo.

121126c Vol 75 1971

ANALISIS DE LAS AGUAS DE DESHECHO.

El cobre, zinc, plomo y fierro presentes en aguas de deshecho con cantidades de > 1 mg/l. son detectados fotométricamente en < 40 segundos con un error $< (2-3\%)$ con una línea de longitud de onda de 114.7, 213.8, 283.3 nm respectivamente.

La presencia de aguarrás crudo, (aceite de pino) 10, -tiocianato 150, y cianide 200 mg/l. no interfiere en el agua de deshecho con los elementos detectados.

Las concentraciones del metal detectado por E.A.A. y el análisis químico varía $< 7\%$.

49710q Vol 76 1972

DETERMINACION DE TRAZAS DE METALES EN AGUA.

Para la determinación de cadmio, cobalto, cobre, fierro, manganeso, níquel, plomo y zinc se hacen 4 extracciones, los agentes son comparados; pirrolidineditiocarbamato de amonio (I) dietilditiocarbamato de sodio, 8-hidroxiquinolina y ditizona.

La metil-isobutil-cetona puede ser usada como solvente.

76318z Vol 76 1972

DETERMINACION DE PPB DE CADMIO, ZINC, PLOMO Y COBRE EN AGUA CON UNA EXTRACCION CON DITIZONE/NITROBENCENO Y E.A.A.

El cadmio, zinc, plomo, y cobre en 50-1000 ml. de agua son extraídos con 25 ml. de una solución de 0.03 % de ditizone en nitrobencono a un pH de 5.3 ($O-Ac^-$).

La extracción es analizada con E.A.A. usando una flama de aire- C_2H_2 y a una longitud de onda de 2288, 2138, 2833, 3248 Å respectivamente.

108001w Vol 76 1972

DETERMINACION DE TRAZAS DE PLOMO, CROMO Y COBRE EN AGUA DE MAR POR E.A.A. Y EXTRACCION CON SOLVENTES.

Un método para la detección de ppb conteniendo plomo cromo y cobre en agua de mar, es desarrollado usando una extracción con solventes .

Se añade a la muestra una solución al 2% de pirrolidineditiocarbamato de amonio y se acidifica ajustando a un pH de 3 a 5 con HCl 0.5N. Esta mezcla es calentada a 80° formando se un complejo. Despues de que la muestra es calentada, el complejo metal es extraído simultaneamente con metil-isobutil-cetona, la extracción tiene una eficacia de 92-8%. El tiempo de extracción está por encima de 5 minutos.

La cantidad de solvente fué de 10-30 ml. contra 300-ml. de agua, conteniendo la muestra: plomo 0.5, cromo 0.3 y cobre 0.1 ppm. La extracción fué aspirada dentro de Ac-OH con un-estandar interno adicionado .

Los resultados de los análisis están referidos en las muestras preparadas con 2.8% de agua de mar artificial, son eficaces y satisfactorios. Con un valor certificado de 500 ppb de plomo, el coeficiente de variación es de 4.4 y 4.4% para exactitud y precisión respectivamente y con 5 ppb fué de 12 y -9.4 respectivamente.

131297u Vol 76 1972

DETERMINACION DE TRAZAS DE ELEMENTOS EN CONTAMINACION DE MAR Y AGUA DE RIO.

Trazas de cantidades de fierro en agua son extraídas con una cantidad grande de una capa acuosa buffer con OHAc-NaOAc dentro de una pequeña cantidad de capa de metil-isobutil-cetona y detectados por E.A.A.

Se obtiene una curva de calibración en un rango de -10-50 ppb de fierro, usando 1000 ml. de una capa acuosa y 30 -ml. de una capa orgánica.

El fierro concentrado en agua subterranea y agua de grifo se detecta con este método de acuerdo con lo obtenido -- con el método colorimétrico usando como agente 1,10 fenantro-lina.

158124x Vol 76 1972

DETERMINACION DE ARSENICO EN AGUA POR EL METODO COLORIMETRICO CON DIETILTIOCARBAMATO-CLOROFORMO, Y E.A.A. DEL MOLIBDENO. DESPUES DE UNA EXTRACCION DEL ACIDO MOLIBDICO, ARSENICO CON METIL-ISOBUTIL-CETONA.

Para la absorción de AsH_3 , 5 ml. de dietilditiocarbamato de plata al 0.25%-brucina en $CHCl_3$ al 0.1 % es superior a la solución de piridina.

Para la E.A.A. se oxida con I a un pH de 0.5-6 % añadiendolo al molibdato y se extrae con metil-isobutil-cetona con HCl de 0.2 a 1.5N por 3 minutos, se lava 4 veces con 10 ml. 1:10 de HCl por un minuto y se determina el molibdeno a 313 nm. - con una flama $N_2O-C_2H_2$.

La defecación es > 1 ppb de arsénico en agua.

158126z Vol 76 1972

DETERMINACION DE ALUMINIO EN AGUA.

El aluminio es detectado por E.A.A. El elemento es quelatado con 8 hidroxiquinoline (oxina) a pH de 8 y extraído con metil-isobutil-cetona.

La extracción es aspirada dentro de una flama de acetileno N_2O en el espectrofotómetro.

Las muestras que contienen de 10 a 300 μ g Al/l. pueden ser analizadas por este proceso. Concentraciones superiores pueden ser reducidas por dilución y detectadas por aspiración directa de la muestra acuosa.

Comunmente las sustancias se encuentran en agua, excepto el magnesio que interfiere con este método, el magnesio también se forma lentamente (aproximadamente de 3-5 min), esto puede ser eludido si el aluminio oxinate es extraído inmediatamente con metil-isobutil-cetona, despues la muestra se ajusta a un pH de 8. La precisión de la muestra por este metodo está detectada en 3 muestras de agua natural, en un periodo de 2 semanas.

El nivel de desviación estandar basado en la determinación de 10 muestras a 10, 57 y 190 μ g/l. es de 1.3 y 7 respectivamente. El método esta dado y probado para trazas de cantidades de aluminio en muestras de agua fresca.

175987b Vol 76 1972

DETERMINACION DE BORO EN AGUA DE MAR.

El agua de mar se concentra hirviendo hasta un 25% de su volumen, entonces de esos 25 ml. concentrados se extraen con 10 ml. de 20% vol/vol. de 2 etil-1,3 hexanodiol en metil-isobutil-cetona, el boro en la extracción es determinado por E.A.A.

75687y Vol 79 1973

DETERMINACION INDIRECTA POR A.A. DE NIVELES EN PPB DE ARSENICO POR COMBUSTION DE METIL-ISOBUTIL-CETONA Y EXTRACCION DEL ACIDO MOLIBDOARSENICO.

Un método indirecto de absorción para arsénico es desarrollado. El As (III) se oxida a As (V) con I., en donde se forma el ácido molibdoarsénico y se extrae con metil-isobutil-cetona y HCl 0.2-16M., el exceso de molibdato es sacado con una fase orgánica y el molibdeno en el hetero poliacido es detectado por A.A. a 313 nm. Con interferencias de fosfatos y silicatos.

Se describe un proceso para detecciones de niveles de ppb de arsénico en agua.

75688z Vol 79 1973

USO DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X, ABSORCION ATOMICA Y EMISION - ESPECTROGRAFICA PARA EL ANALISIS DE AGUA.

Se detectaron elementos tales como el paladio, arsénico, indio, selenio y telurio después de una extracción con 1-pirrolidineditiocarbamato de amonio y metil-isobutil-cetona.

El mercurio puede ser determinado por E.A.A. sin flama.

6196n Vol 81 1974

DETERMINACION DE CADMIO CON UN ATOMIZADOR CON UN TUBO DE C CALIENTE.

6196n Vol 81 1974

DETERMINACION DE CADMIO CON UN ATOMIZADOR CON UN TUBO DE C CALIENTE.

Para la determinación por E.A.A. se utiliza un atomizador con un tubo de C caliente de diferentes diámetros (2.5-5 mm.) preparados con perforaciones con una barra de carbono (6.-35 de diámetro X 70 mm), con una prueba de inyección con un orificio (diám. 2 mm) en el centro del tubo.

El tubo es calentado electricamente a 1500°. Pequeñas perforaciones dan una sensibilidad superior, grandes perforaciones dan ventajas de reproductividad. Una perforación de 4 - mm. fué óptima, la sensibilidad decrece cuando el volumen se incrementa (5-40 l) cuidando cantidades de cadmio constantes.

Se obtiene una cerrada curva de calibración lineal para 2.5-15 X 10 y de cadmio usando 5 l de la muestra y 0.7 l/min. velocidad de fluido del arsénico.

Los límites de detección y el coeficiente de variación son de 3×10^{-12} y 3 % respectivamente.

Para detecciones de cadmio en agua de mar se extrae con dietilditiocarbamato-metil-isobutil-cetona (pH 8, agitando 30 minutos). Una extracción de 20 g. es inyectada al tubo de atomización. Con este procedimiento se detectan de 0.03-1.62 - ppb de cadmio.

6710e Vol 81 1974

DETERMINACION DE ALGUNOS METALES DISUELTOS EN AGUA DE MAR POR E.A.A. Y UNA REDISOLUCION ANODICA CON UN ELECTRODO DE AMALGAMA

Algunos metales disueltos en agua de mar son detectados por E.A.A. después de 2 concentraciones sucesivas por intercambio iónico con una resina compleja, y extraídos con una mezcla de dietilditiocarbamato/ MIBC, se hacen simultáneas detecciones de cadmio, cobalto, cobre, plomo, manganeso, níquel y zinc con una precisión de 15% por concentraciones de $\mu\text{g/l}$.

Los metales son detectados por una anódica redisolución con un cromocamperímetro lineal después de una concentración electrolítica con un electrodo de plata amalgamado con el cual se determina: cobre, plomo, cadmio y zinc en concentraciones de $\mu\text{g/l}$ en agua de mar.

Este método es rápido simple y muy sensible para cadmio y plomo pero existen interferencias para zinc y en especial

89924t Vol 82 1975

DETERMINACION DE IMPORTANTES TRAZAS DE ZINC EN AGUA.

Varios métodos para la detección de zinc en agua son determinados y comparados los resultados obtenidos.

Los métodos son directamente atomizados, se hace una extracción con pirrolidineditiocarbamato de amonio y metil-isobutil-cetona y con ditizone- CCl_4 seguida de una descomposición de la capa orgánica y rompiendo⁴ con HCl 1N.

Se investiga el efecto ácido de los elementos coexistentes y el pH de las soluciones en la detección del zinc y se describe el proceso de eliminación.

Se describen detalles de precaución para evitar contaminaciones. Se recomienda la directa atomización. La extracción con PDCM/MIBC es satisfactoria para las muestras con pequeñas concentraciones de zinc, los límites de detección y el efecto de la atomización directa es observado.

129103h Vol 82 1975

PRECONCENTRACION Y DETERMINACION DE CADMIO EN AGUA CON UNA COLUMNA CROMATOGRAFICA CON UNA FASE DE REVERSA Y E.A.A.

Se estudia la extracción de Cd(III) con solvente con una mezcla HCl y tri-n-octilamina-ciclohexano.

Fueron determinados la distribución de los radios como una función de la amina y del ácido concentrado, y esta información es usada para establecer condiciones óptimas para la extracción.

Las bases del sistema son usadas para el desarrollo de la técnica cromatográfica en columna con fase de reversa por preconcentración del Cd(II) . La fase amino-ciclohexano es cubierta con una resina inerte macro reticular (XAD-2) y provista de una columna estable.

Con un sistema Cd(II) en agua acidificada a lo largo de 3l. es posible concentrar a 10 ml. y determinar por E.A.A.

Las interferencias son estudiadas y el método es aplicado para agua fresca.

12836g Vol 83 1975

METODOS DE EXTRACCION DE ALGUNOS METALES EN AGUA DE MAR.

El error de la relativa reproducibilidad en A.A. - - en la determinación de dos extracciones paralelas, usando el sistema hexametilditiocarbamato hexametilamonio butil acetato (D.L Tslaven al 1972) con un espectrofotómetro de absorción atómica Itachi modelo 207 (av. para 25 pares) manganeso - 3.6, plomo 4.4, zinc 4.8, cadmio 5.0, cobalto 9.7, fierro 12.6 y cobre 15.3 % en una muestra de 500 ml. de agua de mar. Las condiciones mínimas detectadas fueron para manganeso 0.04, fierro, cobre y zinc 0.1, plomo y cadmio 0.2, cobalto 0.3 y níquel 0.4 μ g/kg.

La reproducibilidad de la medida del fotómetro fué - para manganeso \pm 0.6, zinc \pm 0.8, Cd \pm 1.1, cobre \pm 1.6, cobalto \pm 1.7, fierro \pm 1.8, níquel \pm 2.6 y plomo \pm 3%.

Se evaporan 500 ml. de agua de mar para la muestra - con 5 ml. de ácido nítrico y 5 ml. de ácido sulfúrico concentrado constituyendo de 75-85 % del total de concentración para zinc, 55-60 para fierro, 30-65 para cobre, 20-40 para níquel, 5-15 para plomo. No existe gran diferencia para cobalto, cadmio y manganeso.

152036t Vol 83 1975

DETERMINACION DE TRAZAS DE IMPORTANTES CONTAMINANTES. DETERMINACION DE PPB DE COBRE EN AGUA DE MAR.Y RIO.

Ditizone, Tenolytrifloruro-acetona, cupferrón, piridinetiocianato, oxina, y ditiocarbamato de sodio son usados para quelar el cobre.

La ditizona es la más efectiva. El quelato de cobre es extraído con metil-isobutil-cetona y detectado por E.A.A.

Una alta sensibilidad (0.2 ppb/1% de absorbancia de - cobre es obtenida cuando se extrae de un litro de agua 30 ml. - de solvente orgánico. Las mejores concentraciones de ditizona - en la capa orgánica fueron de 2×10^{-3} M (\sim 0.05%).

La recuperación del cobre en la muestra fué con un pH de 2-6. La extracción alcanza su máximo a 6 minutos.

La existencia de iones comunes no es afectada para la recuperación del cobre. La longitud de onda usada fué de 324.7 nm.

27427y Vol 88 1978

DETERMINACION DE CROMO (VI) EN SEDIMENTOS CONTENIENDO CROMO -- (III).

El cromo (VI) en sedimentos es disuelto por tratamiento con EDTA y después el exceso es sacado con calcio, el cromo (VI) disuelto reacciona con dietilditiocarbamato (DDTC) para formar el complejo cromo III (DDTC) el cuál es extraído con metil-isobutil-cetona. La muestra finalmente pulverizada contiene Cr(5-200 μ g), se añaden 20 ml. de una solución al 10% de DDTC, y EDTA 0.05M, NH_4OH 10, y 25 ml. de CaCl_2 0.05M son añadidos, después el pH de la mezcla es ajustado con una solución buffer a 5.5 con OH-Ac-NaOAc. La solución se agita con metil-isobutilcetona (50-100 ml) unos minutos. La solución de metil isobutil-cetona es evaporada y el residuo es descompuesto con ácido nítrico.

El cromo (VI) es detectado por E.A.A. con una flamarica en combustible de apoyo, la cuál reduce el efecto de coexistencia de elementos.

Las condiciones óptimas para la detección son: longitud de onda 357.9 nm., corriente de la lámpara 10 mA, porcentaje de flujo de aire 16 l/min., porcentaje de flujo del acetileno 3/min altura del mechero 2 mm. y amplitud de rejilla - --- 0.19/nm.

El cromo III presente en la muestra no interfiere.

54901e Vol 88 1978

RECOLECCION DE TRAZAS DE METALES CON ACIDO IMINODIACETICO Y -- ETIL CELULOSA.

Trazas de impurezas de metales en la superficie del agua y en aguas minerales son recogidas con ácido iminoacético y et-celulosa (I), y detectadas por E.A.A. con flama sin interferencias.

El coeficiente de variación fué de $< 10\%$ y el enriquecimiento del ion metal fué aplicado en la concentración con un rango de 0.02-1 μ g/cm.

Cadmio, cobalto, cobre, fierro, mercurio, manganeso, níquel plomo y zinc son colectados con Iodo.

54911h Vol 88 1978

MEDIDA TOTAL DE ANTIMONIO EN AGUAS GEOTERMALES.

Se describe un procedimiento de absorción atómica -- con flama que utiliza una lámpara de descarga de electrodos pa ra determinar el total de antimonio soluble en alto contenido de SiO_2 en aguas geotermales, se sigue con una oxidación del - antimonio $3+$ con NaNO_3 , en SbCl_5 se extrae con una solución de HCl 6N usando metil-isobutil-cetona; SiO_2 y se remueve la capa orgánica por centrifugación.

El límite de detección del análisis para el antimo-- nio es de 6 mg/l., en la muestra original el coeficiente de va riación es de 4% a niveles de 250 μ g/l.

Comparando los niveles totales de antimonio, fueron encontrados en muestras que habían sido filtradas y acidifica das (a $\text{pH} < 0.5$) con ácido nítrico y no fueron tratadas al mis mo tiempo que la muestra colectada.

91597s Vol 88 1978

DETERMINACION DE MANGANESO CON TENOYLTRIFLUOROACETONA.

Una solución acuosa de $\text{NH}_2\text{OH-HCl}$ con buffer de $\text{pH} \approx 9.5$ es añadido a una solución que contiene 0.08-200 μ g. de man ganeso, el metal es extraído con tenoyltrifluoroacetona en me-- til-isobutilcetona y determinado por E.A.A. con flama aire- C_2H_2 a 279.5 nm.

La curva de calibración lineal es obtenida a 0-0.9 y 0-50 μ g/ml. En la fase orgánica, en la abertura del quemador- y paralelo a 90° en la ruta óptima respectiva.

La sensibilidad es de 0.02 y 0.13 μ g/ml. para el 1% de absorción en solución orgánica y acuosa respectivamente.

El fierro puede ser eliminado por extracción con me-- til-isobutil-cetona antes de la adición del tenoyltrifluoroaceto na.

El método es aplicado para manganeso en agua contami nada.

110284u Vol 88 1978.

RAPIDA EXTRACCION DE BORO EN AGUA DE MAR.

Una solución de 2-etil-1,3 hexanodiol al 10% en metil-isobutil-cetona puede ser usada para la extracción de agua de mar acidificada.

El boro es detectado en la extracción por E.A.A.

197323d Vol 88 1978.

DETERMINACION DE TRAZAS DE IMPORTANTES CONTAMINANTES EN AGUA DE MAR Y AGUA DE RIO. EXTRACCION CON SOLVENTES Y DETERMINACION DEL ION FOSFATO EN AGUA DE MAR.

El ion fosfato es coprecipitado con $Al(OH)_3$ y extraído con $BuOH$ como un complejo de fosfomolibdato y detectado indirectamente con la medida de la concentración del molibdeno en la extracción.

La sensibilidad del método es de 0.8 ppb/1% de absorción. El método es aplicado para muestras de agua de mar de las costas de Tarui en Japón. Se comparan los resultados entre este método y el método de azul de molibdeno espectrofotométrico.

64986w Vol 89 1978.

DETERMINACION DE FIERRO, COBRE, ZINC, CADMIO, MANGANESO Y COBALTO POR EL "METODO DE INYECCION" DESPUES DE UNA CONCENTRACION Y EXTRACCION.

Los elementos son concentrados por extracción con el complejo perclorato de 1,10 fenantrolina en nitrobenzeno (200-ml. de muestra de agua son extraídos con 2 ml. de solvente). La extracción del análisis se hace directamente por el método de inyección descrito por E. Selastiani y colaboradores (1973).

La sensibilidad de este método va de 0.4 para el zinc y 2.7 $\mu g/l.$ para el hierro y los límites de detección fueron de 0.08 y 2 $\mu g/l.$ respectivamente.

80033p Vol 89 1978.

DETERMINACION DE ALGUNOS METALES DE TRANSICION EN AGUA DE MAR CON METIL-ISOBUTIL-CETONA-ACIDO NITRICO Y SUSESIVAS EXTRACCIONES.

Un método es presentado para detectar trazas de metal en agua de mar a concentraciones de $1 \mu\text{g/l}$.

El método utiliza metil-isobutil-cetona y lleva un paso con ácido nítrico para estabilizar los complejos metálicos y ser analizados por E.A.A. sin flama. La detección está limitada para plata, cadmio, cobre, cromo, fierro, níquel, plomo y zinc y son 0.02, 0.003, 0.005, 0.05, 0.20, 0.10, 0.03 y $0.03 \mu\text{g/l}$. respectivamente. Para estos metales se requieren se encuentren en cantidades de $1 \mu\text{g/l}$.

El análisis por triplicado de tres diferentes aguas de mar da un resultado relativo con un rango de desviación -- que va de 18-25 %.

156861a Vol 90 1979

DETERMINACION DE COBRE Y MANGANESO EN AGUA DE MAR POR ACTIVACION NEUTRONICA Y E.A.A.

Dos métodos son comparados para la determinación de cobre y manganeso en agua de mar.

Los dos métodos fueron realizados independientemente en dos laboratorios. Un método está basado en aislar los elementos de agua de mar por cocrystalización con 8-quinolinol. Los cristales son irradiados con neutrones y después purificados, el cobre 64 y manganeso 56 son cuantificados con rayos gama espectrofotométrico. El otro método hace extracciones con CHCl_3 y el dietilditiocarbamato de cobre y manganeso en detecciones subsiguientes de los dos elementos por E.A.A. Ambos métodos ofrecen resultados aceptables con niveles de -- concentración para cobre y manganeso en el agua de mar.

C O N C L U S I O N E S .

CONCLUSIONES

La espectroscopia de absorción atómica parece ser uno de los más versátiles y valiosos instrumentos disponibles para el análisis del agua.

No solamente permite determinar mayores elementos tales como calcio y magnesio mucho más rápidamente que los métodos colorimétricos, sino que además permite la determinación de elementos tóxicos difíciles a bajas concentraciones.

Se puede analizar muestras en rangos tan bajos como por ejemplo cadmio a 0.001 mg/l con horno de grafito, mercurio a 0.0001 mg/l con el sistema sin flama o zinc a 0.01 mg/ con flama.

Esta técnica no es muy larga, es un instrumento de rutina para los laboratorios de tratamiento de aguas, existe menos contaminación y pocas interferencias.

Esta breve descripción de la absorción atómica y como aplicarla a los análisis de aguas ayudará en las interrogantes para una mejor capacidad analítica y finalmente par mejorar la calidad del agua para todos nosotros.

BIBLIOGRAFIA

BIBLIOGRAFIA.

- 1.- Batley, G.E.
Anal. Chem. 49(13), 2031-5, 1977
- 2.- Beatty, Richard.D.
Perkin Elmer Newsletter
Conceptos Instrumentación y Técnicas en Espectroscopía de
Absorción Atómica.
- 3.- Cobin, D.R.; Barnard, W.M.
Atomic Absorption Newsletter
15(5), 116-20, 1976
- 4.- Cruz, B.A.
Avances recientes en el análisis de materiales geológicos
Por espectrofotometría de absorción atómica. 1979.
- 5.- Delahay, P.
New Instrumental Methods in Electrochemistry
Ed. Interscience N.Y. 1959
- 6.- Ediger, Richard D.
The Use of Atomic Absorption in Water Analysis
Atomic Absorption Newsletter
623, 1-10 1976
- 7.- Ediger Richard D.
Review of water Analysis by Atomic Absorption
Atomic Absorption Newsletter
12(6), 151-7 1973
- 8.- Elwell, W.T.; Gidler, F.J.A.
Atomic Absorption Spectrophotometric
Pergamon Press, 1966
- 9.- Espinoza, P.S.
Utilización de las interferencias por cobalto y fierro en-
sus determinaciones por espectrofotometría de absorción ató-
mica. 1976
- 10.- Fishman, M.J.
Determination of Mercury in Water
Anal. Chem. 42(12), 1462, 1970

- 11.- Morrison, G.H.
Trace Analysis Physical Methods
Ed. Wiley 1972
- 12.- Peckson, R.L.; Shields, L.D.
Métodos modernos de análisis químicos
Ed. Limusa 1973
- 13.- Perkin Elmer
Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrophotometry
- 14.- Price, W.J.
Analytical Atomic Absorption Spectrometry
- 15.- Robinson, J.W.
Atomic Absorption Spectroscopy
Marcel Dekker Inc. N.Y. 1966
- 16.- Slavin, W.
Atomic Absorption Newsletter
4,330-34 1965
- 17.- Slavin, W.
Atomic Absorption Spectrometry
John Wiley Intersc. N.Y. 1968
- 18.- Sturgeon, R.E.; Berman, S.S.
Determination de iron, manganese and zinc in sea water by
graphite furnace atomic absorption spectrometry
Anal. Chem. 51(14), 2364-9, 1979
- 19.- Voyce, D.; Zeitlin, H.
Anal. Chim. Acta. 69 (1), 27-34, 1974
- 20.- Walsh, A.
Spectro Chim Acta 7, 108 1955
- 21.- Walsh, and Hiwi T.
Advances en Spectroscopy
Interscience N.Y. Vol II 1961.