

MEJORAMIENTO DE LOS LÍMITES DE DETECCIÓN DEL ANÁLISIS POR INYECCIÓN EN FLUJO EN ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA CON LLAMA, MEDIANTE PROMEDIADO CONJUNTO DE LA SEÑAL ANALÍTICA

Montoya E. ⁽¹⁾ emontoya@ipen.gob.pe; Torres B. ⁽¹⁾

(1) Departamento de Química – IPEN / Lima, Perú

1. INTRODUCCIÓN

Desde su introducción en 1975 [1] el análisis por inyección en flujo (FIA) ha adquirido una gran importancia académica y práctica y actualmente cuenta con más de diez mil artículos de investigación publicados, habiendo sido aplicada a las más diversas técnicas analíticas [2, incluyendo el análisis gravimétrico [3]. La técnica de FIA provee un medio simple de automatizar una gran cantidad de procedimientos analíticos por vía húmeda y algunas de sus principales ventajas reconocidas son [4]:

- Alta productividad: de 60 a 200 muestras analizadas por hora.
- Bajo costo de operación y mantenimiento: El consumo de reactivos químicos por muestra analizada está en el orden de microgramos a uno o dos miligramos (esto también representa baja contaminación ambiental). Así mismo, el consumo de muestra es del orden de decenas a una centena de microlitros.
- Una gran parte del mantenimiento del equipo de FIA puede ser realizado por el propio usuario.
- Es aplicable a las principales técnicas instrumentales de análisis químico, tales como por ejemplo espectrofotometría de absorción atómica, ICP, potenciometría, voltamperometría e incluso HPLC. En todos los casos la utilización de FIA incrementa la productividad y reduce los costos de análisis de manera espectacular.
- Los principios fundamentales son fáciles de comprender e implementar.
- La instrumentación necesaria puede ser ensamblada directamente a partir de componentes relativamente poco costosos.

El presente trabajo describe un sistema simple que permite al análisis por espectrofotometría de absorción atómica con llama (FAAS) mediante FIA, la conocida técnica de promediado conjunto de la señal analítica con la finalidad de incrementar la relación señal / ruido, mejorando los límites de detección

obtenibles en un laboratorio con equipamiento corriente.

2. PARTE EXPERIMENTAL

El sistema de FIA está constituido como se muestra en la figura 1. Como detector se empleó un espectrofotómetro de absorción atómica PERKIN ELMER modelo 373, cuya salida analógica (0 a 1 voltio) fue conectada a una computadora personal IBM compatible, mediante una tarjeta de adquisición y control PLC711B de Advantech. El software para la adquisición y procesamiento de datos así como para el control del experimento fue elaborado empleando el programa LabWindows CVI de National Instruments. Para la inyección de la muestra se empleó una válvula de conmutación de fabricación casera, similar a la descrita por GRUDPAN, TAYLOR, SITTER & KELLER [5]. Como sistema de propulsión del líquido transportador se empleó el sistema de aspiración del espectrofotómetro de absorción atómica y para la inyección de la muestra se utilizó una bomba peristáltica LKB BROMMA 2115 Multiperpex. La adquisición de datos y la inyección de la muestra se sincronizaron mediante el uso de un micro interruptor instalado en la válvula de conmutación y conectado de manera que el cierre y apertura del interruptor indican los cambios de posición de la válvula, siendo detectados por la computadora y dándose inicio al proceso de lectura de los datos. Este arreglo permite registrar repetidamente los perfiles de absorbancia en función del tiempo, producidas por concentraciones de analito en el rango de 0.05 ppm o menos, que presentan valores muy desfavorables de la relación señal / ruido, para el posterior promediado conjunto.

Las soluciones de calibración fueron preparadas por dilución con HNO_3 0.5 M, de una solución patrón de 1000 ppm de marca Merck y $(\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O})$ en HNO_3 0.5 M). Para verificar los resultados se analizó un conjunto de muestras de agua preparadas por el Centro Panamericano de Ingeniería Sanitaria (CEPIS) con concentraciones de 0.126 y 0.099 ppm respectivamente. Las muestras se analizaron directamente, sin mayor preparación.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La figura 2 muestra las señales obtenidas para diferentes concentraciones de cobre y la figura 3 muestra una comparación de la señal obtenida para una solución patrón de cobre de 0.025 ppm, en forma individual y como promedio de 16 réplicas, pudiéndose apreciar una significativa mejora de la relación señal /ruido para la señal promedio. La señal promedio es una visión ampliada de la que aparece en la figura 2. La figura 4 muestra la gráfica de calibración y la recta de regresión lineal correspondiente a los datos de la figura 2. Del examen detenido de estos resultados se puede inferir que el promediado conjunto de señal permite disminuir los límites de detección por debajo de 0.005 ppm, extendiendo el rango dinámico de trabajo de la espectrofotometría de absorción atómica con llama. La tabla 1 permite apreciar la exactitud ("veracidad") de los datos

obtenidos en el análisis de las muestras de referencia de CEPIS.

4. REFERENCIAS

- 1) J. Ruzicka & E. H. Hansen, *Analytica Chimica Acta*, 78 (1975) 145 – 157.
- 2) J. Ruzicka & E. H. Hansen, *Analytical Chemistry*, March 1 (2000) 212A – 217 A.
- 3) R. P. Sartini, E. A. G. Zagatto & C. C. Oliveira; *J. Chem. Ed.* 77(6), 2000 (735 – 737).
- 4) <http://www/GlobalFIA.com>, FIA – SIA Tutorial, Lesson 1, pp1.
- 5) Kate Grudpan, Colin Taylor, Ans Sitter & Cornelius Keller; *Fresenius J. Anal. Chem.* 1993; 346: 882-884.

Tabla 1. Valores obtenidos y certificados para las muestras de agua proporcionadas por CEPIS.

Código de muestra	Valor encontrado	Valor certificado
A	0.128	0.126
B	0.096	0.099
C	0.126	0.126
D	0.103	0.099

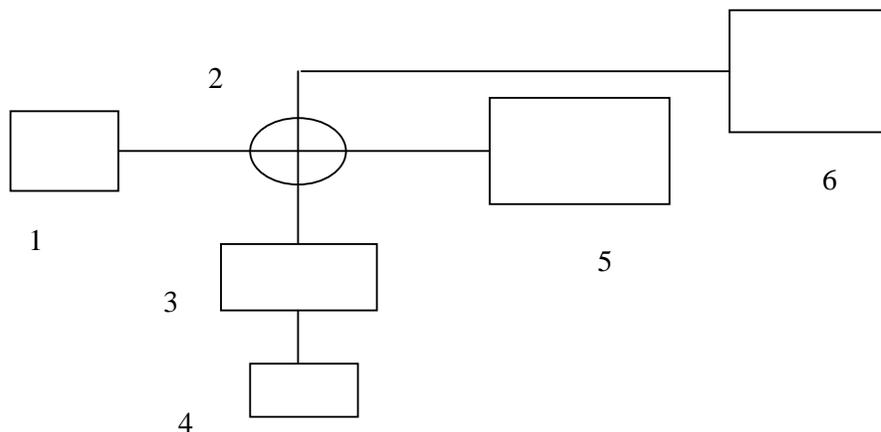


Figura 1. Diagrama del sistema de FIA utilizado: 1) Recipiente de líquido transportador, 2) válvula de inyección, 3) bomba peristáltica, 4) recipiente con muestra, 5) Detector (espectrofotómetro de absorción atómica), 6) recipiente de los desechos.

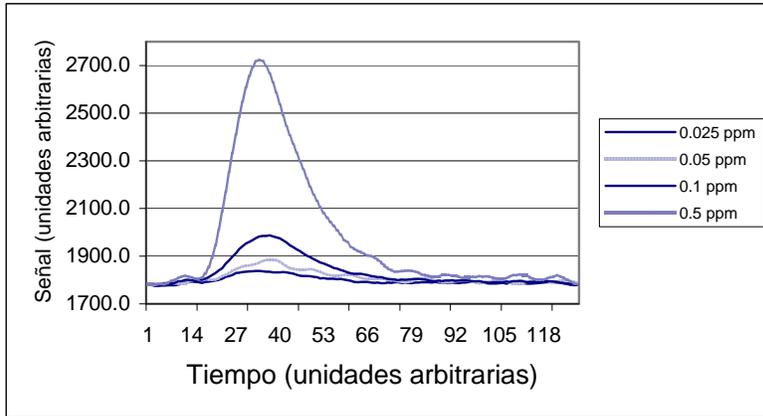


Figura 2. Señales obtenidas para diferentes concentraciones del analito en las soluciones patrón.

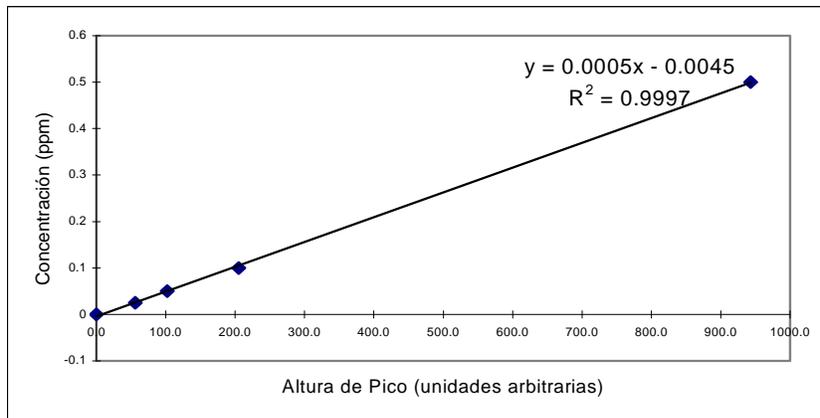


Figura 3. Incremento de la relación señal / ruido mediante promediado conjunto.

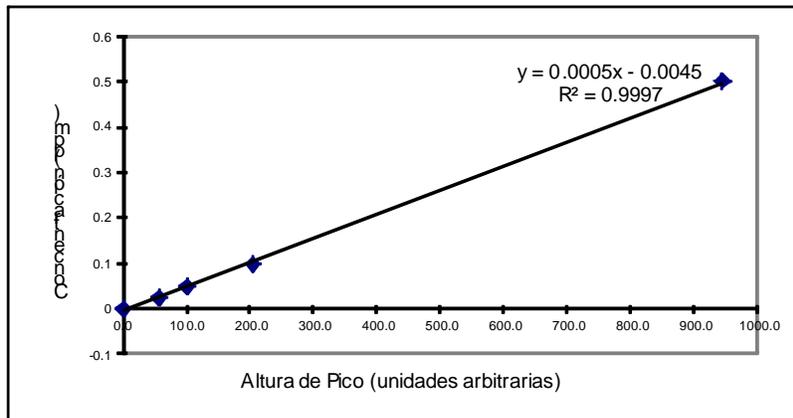


Figura 4. Curva de calibración para el análisis de cobre en agua mediante FIA – FAAS.