

|   |   |               |              |
|---|---|---------------|--------------|
|  | <b>Guía Unificada de Fundamental IV<br/>MAESTRIA EN QUIMICA</b> | <b>Código</b> | FLA-23 V. 00 |
|   |   | <b>Página</b> | 1 de 4       |

## 1. TITULO

### **Determinación del contenido de metales pesados en un producto alimenticio por espectroscopia de absorción atómica**

## 2. OBJETIVO

- ❖ Afianzar los conceptos básicos importantes para el estudio de la espectroscopia de absorción atómica, especialmente la operación del espectrofotómetro de AA analyst300, y como se relaciona la absorción con el análisis de metales.
- ❖ Adquirir un juicio crítico para la determinación del tipo de tratamiento que debe dársele a la muestra previo a su análisis.

## 3. MARCO TEÓRICO

La Espectroscopia por Absorción Atómica (EAA) es la medición instrumental de la cantidad de radiación absorbida por átomos no-excitados en el estado gaseoso. El espectro de absorción de un elemento en su forma atómica gaseosa consiste de líneas agudas, bien definidas, que surgen de las transiciones electrónicas de los electrones de valencia. Para metales, las energías de estas transiciones generalmente corresponden a longitudes de onda en las regiones UV y visible. Se debe seleccionar una longitud de onda para cada elemento donde el absorba fuertemente el elemento, y donde no interfieran otros elementos. Para el calcio, la longitud de onda usual es 422.7 nm, y para magnesio es de 285.2 nm.

La espectroscopia de absorción atómica se ha usado para la determinación de más de 70 elementos. Las aplicaciones en la industria incluyen muestras clínicas y biológicas, materiales forenses, alimentos, bebidas, agua y efluentes, análisis de suelos, análisis de minerales, productos petrolíferos, farmacéuticos y cosméticos. En este experimento, se analizará el contenido de calcio y magnesio de muestras de agua de la llave o agua dura.

|   |   |               |              |
|---|---|---------------|--------------|
|  | <b>Guía Unificada de Fundamental IV<br/>MAESTRIA EN QUIMICA</b> | <b>Código</b> | FLA-23 V. 00 |
|   |   | <b>Página</b> | 2 de 4       |

#### 4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

Espectrómetro A.A. Analyst 300  
 Balones aforados de 10ml  
 Vaso de precipitado de 50 ml  
 Toallas de papel  
 Guantes desechables  
 Pipeta graduada de 10ml  
 Pipeteador  
 Papel filtro  
 Embudo

#### 5. REACTIVOS

Acido clorhídrico  
 Acido Nítrico  
 Alambre de hierro  
 Agua desionizada

#### 6. PROCEDIMIENTO

##### A. Preparación de las muestras para la curva de calibración:

1. Preparar 1L de HCl 8M.
2. Preparar 1L de solución madre de hierro con una concentración de 1000 $\mu$ g Fe/ml.
  - a. Limpiar varios alambres de hierro con una servilleta y luego enjuagarlos con hexano para remover la capa protectora de aceite.
  - b. Disolver 1.000g de alambre de Fe en un vaso de precipitado adicionando 50ml 1:1 HNO<sub>3</sub>:H<sub>2</sub>O (usar la vitrina extractora de gases para este efecto)
  - c. Transferir cuantitativamente esta solución a un balón aforado de 1L y aforar con agua desionizada.
3. Prepara 250ml de una solución diluida de hierro a una concentración de 100 $\mu$ g Fe/ml. Usar un balón aforado de 250ml y agua desionizada para la dilución.
4. Soluciones de calibración:

| <u>Muestra</u>     | <u>Solución Fe diluida</u> | <u>HCl 8M</u> | <u>Volumen final</u> |
|--------------------|----------------------------|---------------|----------------------|
| Blanco             | 0.00 mL                    | 125 mL        | 250.00 mL            |
| 1 $\mu$ g Fe / mL  | 1.00 mL                    | 50 mL         | 100.00 mL            |
| 3 $\mu$ g Fe / mL  | 3.00 mL                    | 50 mL         | 100.00 mL            |
| 5 $\mu$ g Fe / mL  | 25.00 mL                   | 250 mL        | 500.00 mL            |
| 10 $\mu$ g Fe / mL | 10.00 mL                   | 50 mL         | 100.00 mL            |
| 15 $\mu$ g Fe / mL | 15.00 mL                   | 50 mL         | 100.00 mL            |
| 20 $\mu$ g Fe / mL | 20.00 mL                   | 50 mL         | 100.00 mL            |

|   |   |               |              |
|---|---|---------------|--------------|
|  | <b>Guía Unificada de Fundamental IV<br/>MAESTRIA EN QUIMICA</b> | <b>Código</b> | FLA-23 V. 00 |
|   |   | <b>Página</b> | 3 de 4       |

### **B. Preparación de la muestra:**

1. Pulverizar aproximadamente 6gr de cereal y pesar exactamente 4 gr de muestra, colocarla en un erlenmeyer de 125 ml que contenga alrededor de 50ml de agua desionizada.
2. Agitar, utilizando una barra magnética, aproximadamente durante 15 minutos, para permitir que todo el hierro se libere de la muestra y se pegue al imán.
3. Remover la barra magnética y lavar cuidadosamente con agua desionizada, tener cuidado de no perder muestra de hierro .
4. Colocar el imán dentro de un vaso de precipitado de 100ml que contenga 50ml de HCl 8M y calentar suavemente hasta que todo el hierro se disuelva (Usar la vitrina extractora de gases). No hierva la solución.
5. Dejar enfriar la solución.
6. Transferir cuantitativamente esta solución a través de un papel filtro Watman #1 a un balón aforado de 100ml y diluir con agua desionizada.

### **C. Determinación de las Absorbancias:**

1. Seguir las instrucciones del manual de operación del espectrómetro de absorción atómica PE Analys300.
2. Desarrollar los siguientes pasos:
  - a. Ajustas las líneas de gas al flujo deseado
  - b. Alinear la lámpara
  - c. Alinear el quemador. Usar la solución de 5 $\mu$ g Fe / mL
  - d. Optimizar el nebulizador y la relación de gases Combustible/oxidante
  - e. Modo de autocero
  - f. Modo de absorbancia – desarrollar la parte experimental

## **7. NIVEL DE RIESGO**

Muchos de estos compuestos son tóxicos y/o cancerígenos. No dejar botellas abiertas o muestras reposando en el área de trabajo. Preparar las soluciones en la vitrina extractora de gases. Limpiar cualquier derrame. Disponer de los desechos orgánicos en los contenedores apropiados.

|   |   |               |              |
|---|---|---------------|--------------|
|  | <b>Guía Unificada de Fundamental IV<br/>MAESTRIA EN QUIMICA</b> | <b>Código</b> | FLA-23 V. 00 |
|   |   | <b>Página</b> | 4 de 4       |

## 8. BIBLIOGRAFÍA

- ❖ Principios de Análisis Instrumental, (5ª ed). D. Skoog, F.J. Holler, T.A. Nieman, McGraw-Hill/Interamericana de España, 2000.
- ❖ Análisis Instrumental, K.A. Rubinson, J.F. Rubinson. Prentice Hall, Pearson Education S.A. 2001.
- ❖ Handbook of Instrumental Techniques for Analytical Chemistry, F.A. Settle. Prentice Hall PTR, Upper Saddle River, NJ 07458.
- ❖ Instrumental Analysis, G.D. Christian, J.E. Oreilly. Allyn and Bacon Inc. 1986
- ❖ Análisis Instrumental, K.A. Rubinson, J.F. Rubinson. Prentice Hall, Pearson Education S.A. 2001.

## 9. ANEXOS

### **Incluir en el reporte**

1. Diagrama de los principales componentes del espectrómetro de absorción atómica
2. Porque el alambre de hierro es un excelente estándar para este análisis?
3. Describir el procedimiento usado para la preparación de la muestra, incluyendo todas las observaciones.
4. Realizar la curva de calibración y determinar la ecuación de la recta. Determinar la cantidad de hierro en la muestra utilizando esta curva de calibración.
5. Reportar la cantidad de hierro encontrado en la muestra y compararlo con el valor reportado por el fabricante.