

Determinación de trazas de Al en muestras biológicas y agua mediante el método de preconcentración-extracción a punto de nube y detección mediante espectrometría de absorción atómica en horno de grafito.

Basado en el trabajo de:

Hongbo Sang, Pei Liang, Dan Du

Universidad Normal de China Central

*Martin Pérez Comisso
Victor Puentes Araya
Química Analítica III 2010*

Introducción



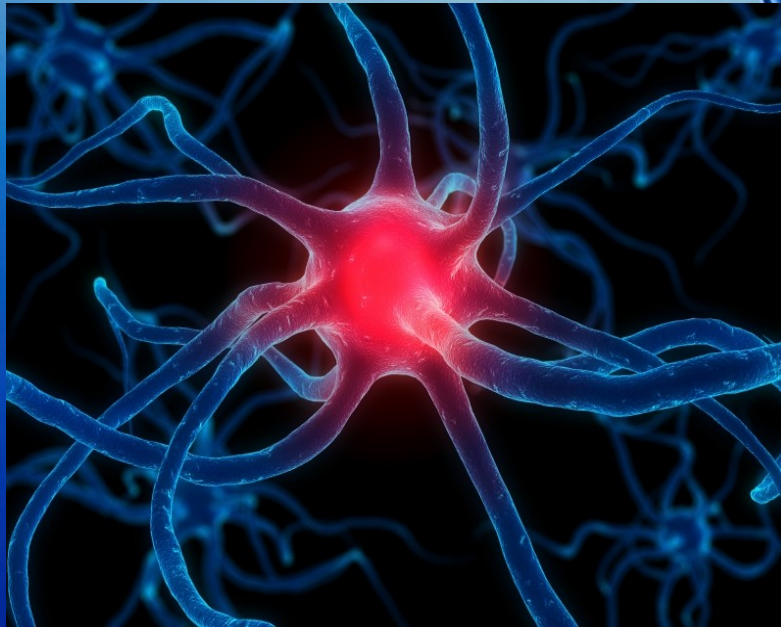
El Aluminio

Tercer elemento más abundante en la corteza terrestre.

Esta ampliamente repartido por toda la naturaleza, en el aire, el agua, las plantas y los alimentos .

Se le ha relacionado por estudios anteriores con enfermedades relacionadas al sistema nervioso. (Parkinson, Alzheimer, Osteodistrofía Renal)

Introducción



Introducción

El Aluminio

Sin embargo los niveles de concentración que son dañinos para el hombre son muy bajos, de allí la necesidad de un método para detectar niveles trazas de Al en el medioambiente y en el ser humano.



Introducción

Detección

La técnica mas apropiada para su detección y cuantificación es la espectrometría de absorción atómica por horno de grafito (GFAAS).

Es la mas adecuada debido a su alta sensibilidad, selectividad, precisión y versatilidad.



Introducción

Detección

Sin embargo no se puede medir directamente Aluminio sobre muestras biológicas, ya que es un elemento que se encuentra en niveles traza (generalmente en niveles que están por debajo del límite de detección del instrumento) y además la matriz donde se quiere detectar es muy compleja, siendo evidente una importante complicación, que es la interferencia de los otros componentes que se encuentren en ella.



Introducción

Preconcentración y Extracción

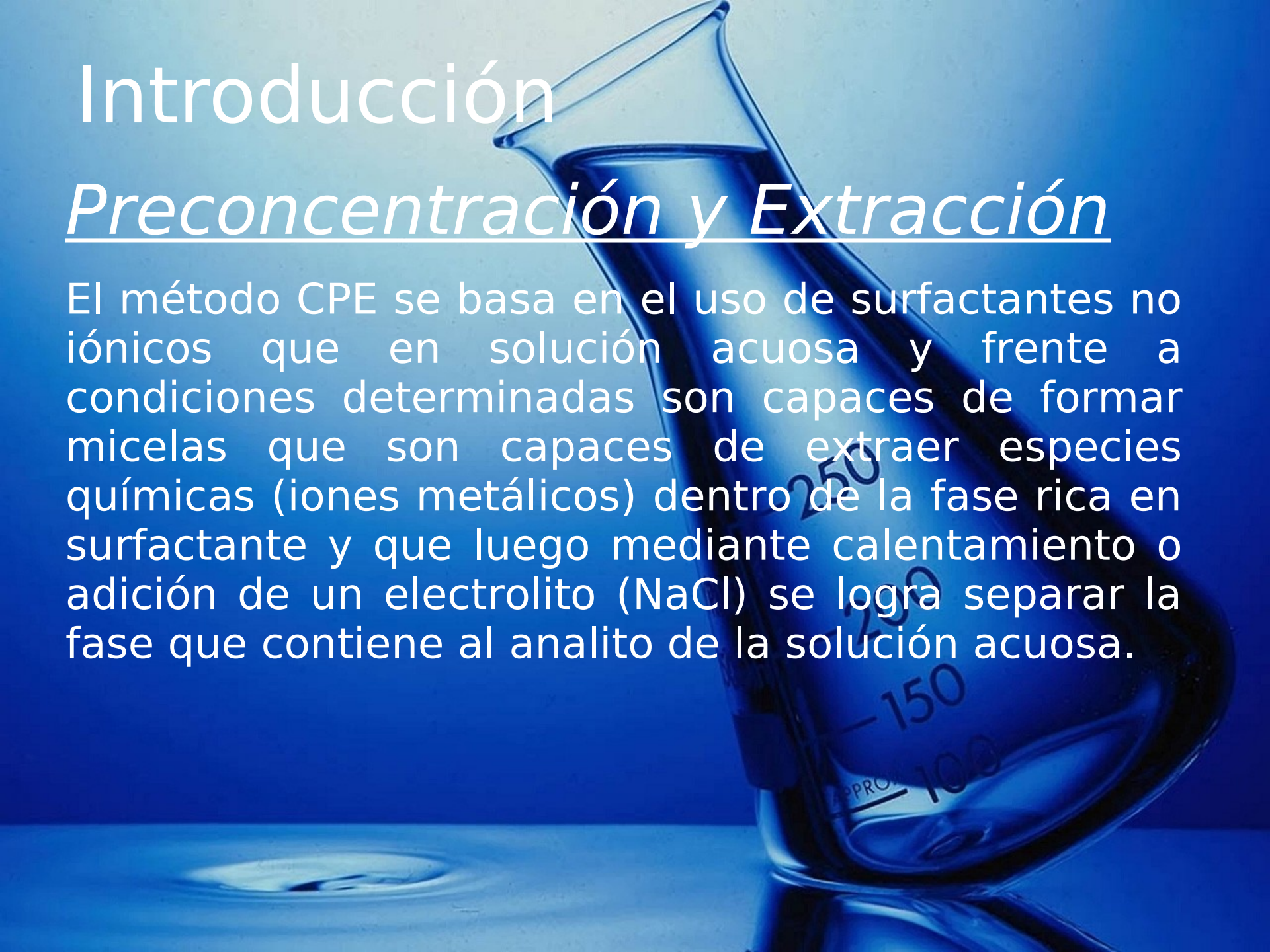
Para solucionar el problema de los analito que se encuentran en concentraciones menores al LOD, existen varios métodos analíticos que se utilizan para preconcentrarlo y extraerlo, por ejemplo: extracción liquido-liquido, intercambio de iones, extracción en fase solida, entre otros.

Sin embargo, existe un método de gran interés, ya que es simple, económico, eficiente, rápido y de baja toxicidad. Este método es la preconcentración-extracción a punto de nube, (CPE).

Introducción

Preconcentración y Extracción

El método CPE se basa en el uso de surfactantes no iónicos que en solución acuosa y frente a condiciones determinadas son capaces de formar micelas que son capaces de extraer especies químicas (iones metálicos) dentro de la fase rica en surfactante y que luego mediante calentamiento o adición de un electrolito (NaCl) se logra separar la fase que contiene al analito de la solución acuosa.

A blue-tinted photograph of a laboratory flask containing a liquid, with a water droplet visible on the surface in the foreground.



Triton X-114

Experimento

Instrumentación

Espectrómetro de absorción atómica TBS-990 con corrección de fondo de deuterio y un sistema atomizador, horno de grafito GF990. Este con una lámpara de cátodo hueco de Al. Fuente de radiación a 309.3 nm.

pH metro Mettler Toledo 320-S.

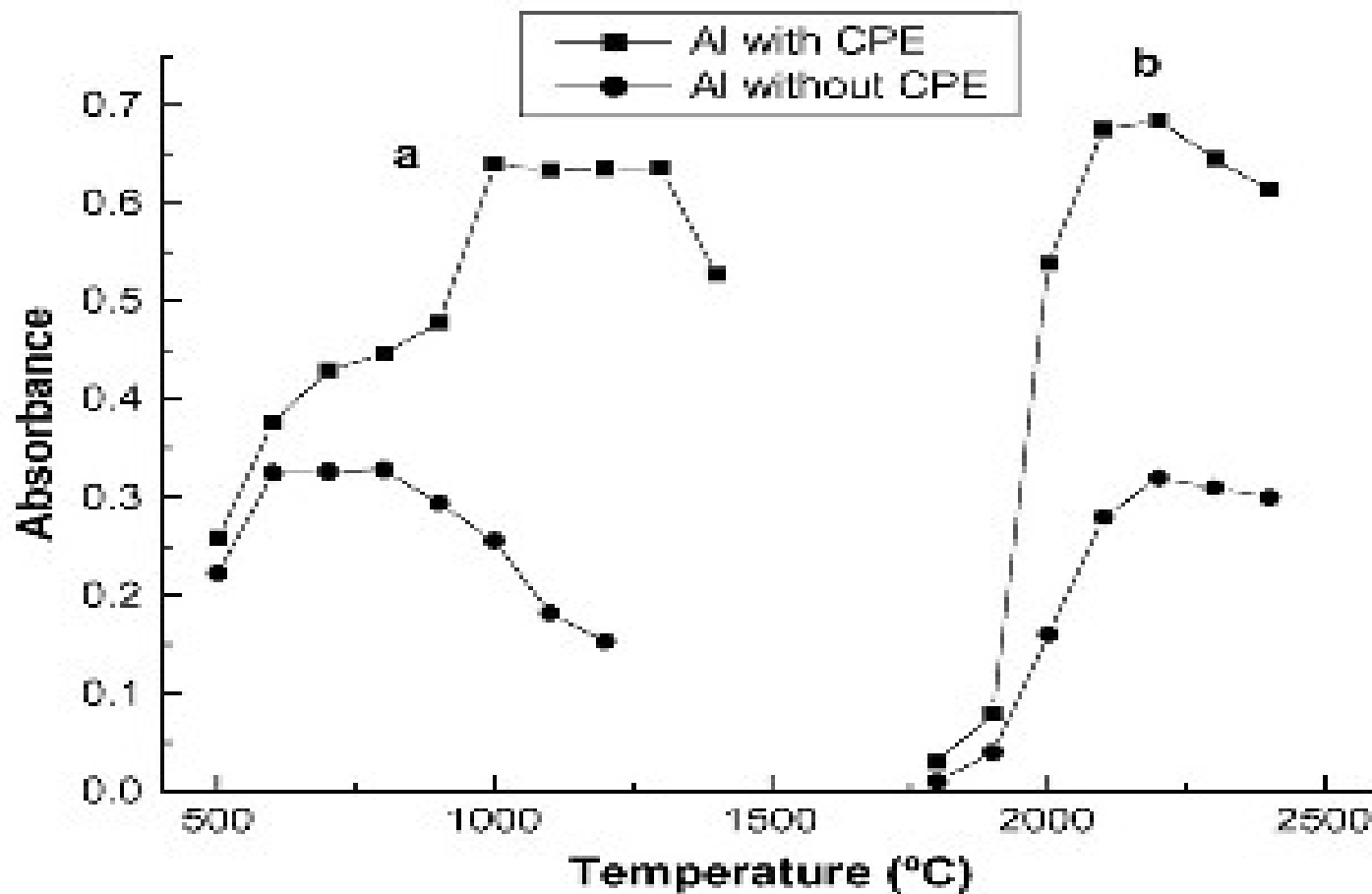
Baño termostataado y centrifuga. (CPE)

Aluminum Holow Cathode Lamp



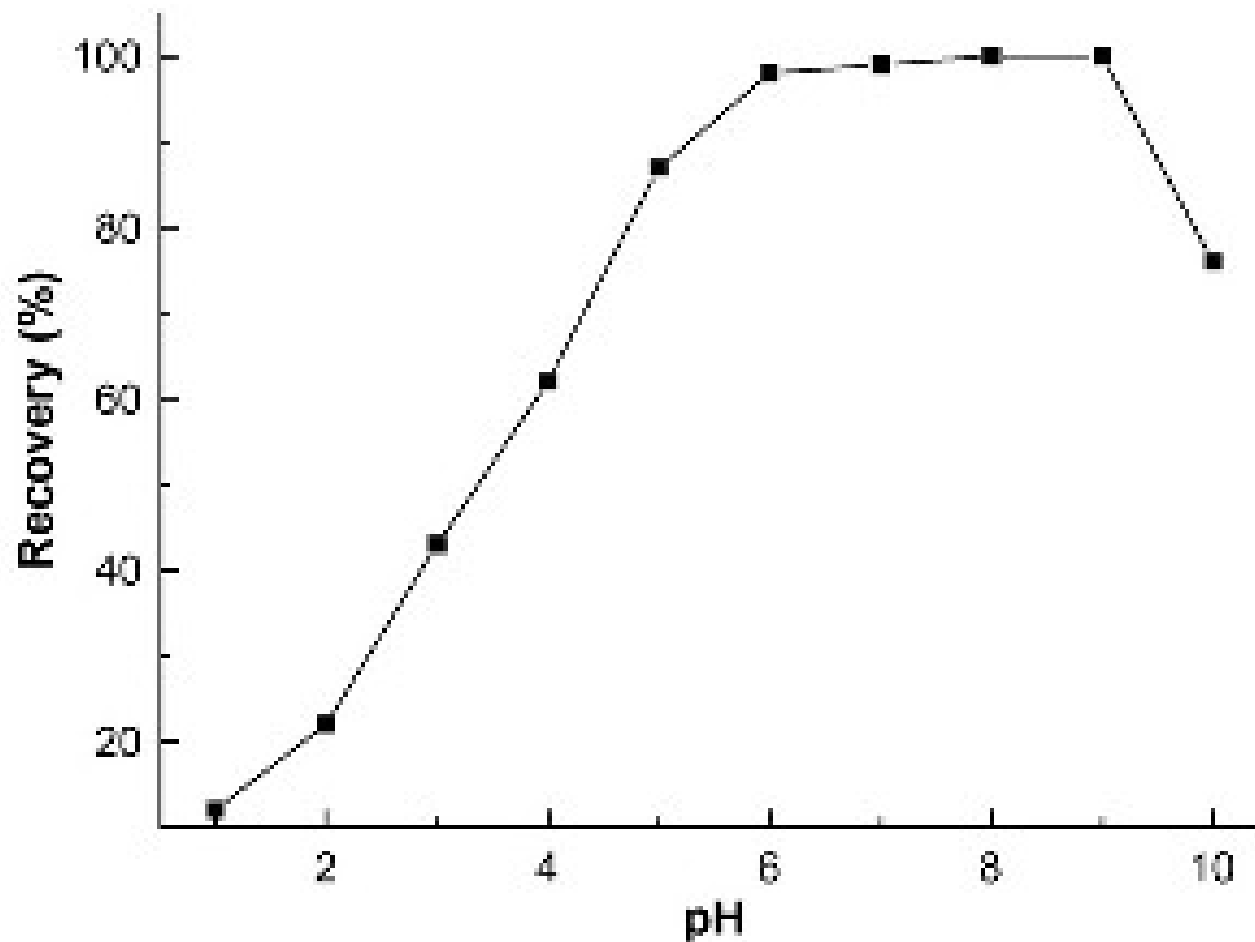
Resultados y Discusión

1. Curvas de Pirólisis y atomización



Resultados y Discusión

2. Efectos del pH en CPE



Resultados y Discusión

3. Efecto de la concentración de PMBP

10 ml de la solución que contiene 0.1 ug de Al (III) en 1,0 g/L de Tritón X-114 y como medio buffer en pH 7 contiene varias montones de PMBP que han sido sujetos al proceso CPE.

El aumento de la recuperación por extracción a $1,5 \times 10^{-4}$ mol/L de PMBP es cercano al 100%. Se eligió una concentración de PMBP de 2×10^{-4} mol/L para poder extraer también todas las especies potencialmente interferentes con el máximo de aluminio para las micelas formadas en el ensayo de Al(III)

Resultados y Discusión

3. Efecto de la concentración de PMBP

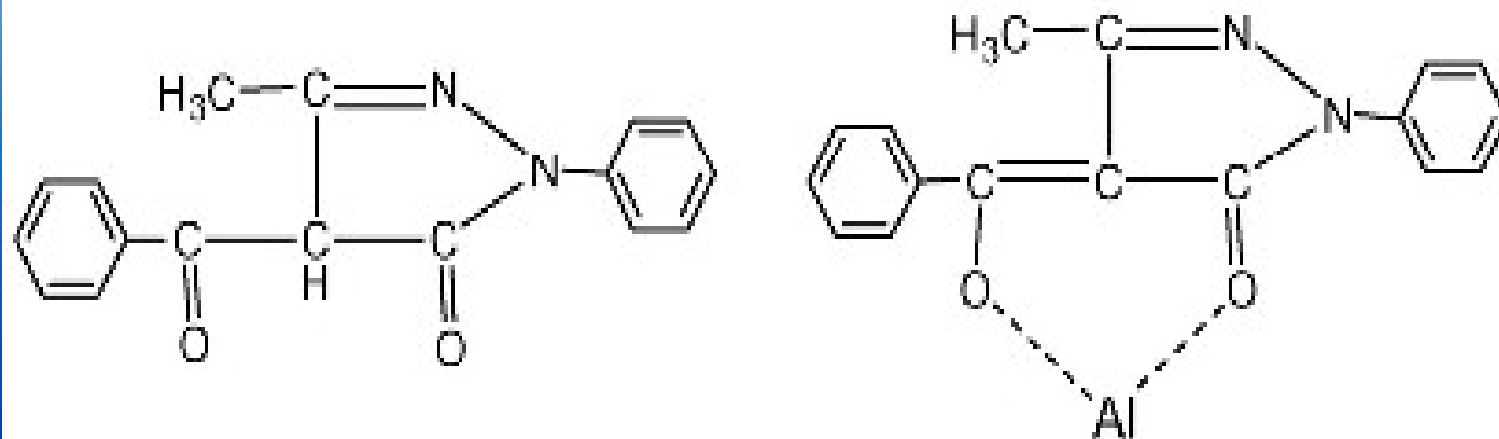


Fig. 1. Structural formulae of PMBP and the complex.

Resultados y Discusión

4. Efecto de la concentración de Tritón X-114

Para una exitosa extracción de punto nube se debe tener la máxima eficiencia de extracción, minimizando el radio del volumen de la fase así se maximiza el factor de enriquecimiento.

La extracción cuantitativa es observada cuando la concentración de Triton X-114 es cercana a 0,9 g/L. Por ello se escogio una concentración de 1 g/L como concentración optima de surfactante para obtener la mejor eficiencia en la extracción.

Resultados y Discusión

5. Efectos del tiempo y la temperatura sobre el equilibrio

Dado el proceso de formación de micelas es deseable el empleo del tiempo más corto para llegar al equilibrio y de la temperatura de equilibrio más baja entre la complejación y la separación eficiente de fases.

Se estudio el efecto de la temperatura entre 20°C y 60°C y del tiempo de compljación-separación entre 5 y 30 minutos. Se determino que los tiempos óptimos son cercanos a los 20 minutos y la temperatura de equiulibrio más baja es 40°C para obtener una extracción cuantitativa.

Resultados y Discusión

6. Interferentes

Table 2

Tolerance limits of coexisting ions

Coexisting ions	Foreign ion to analyte ratio
K ⁺ , Na ⁺	5000
Ca ²⁺ , Mg ²⁺ , Ba ²⁺	1000
Cu ²⁺ , Mn ²⁺ , Zn ²⁺ , Cd ²⁺ , Ni ²⁺ , Pb ²⁺	100
Cr ³⁺ , Fe ³⁺	50
SO ₄ ²⁻ , Cl ⁻ , NO ₃ ⁻	5000

Al(III): 10 ng mL⁻¹; CPE conditions: 2×10^{-4} mol L⁻¹ PMBP, 1.0 g L⁻¹ Triton X-114, pH 7.0.

Resultados y Discusión

7. Características del método

Table 3
Comparison of the published methods with the proposed method in this work

Separation method	Detection method	Enrichment factor	Detection limit ($\mu\text{g L}^{-1}$)
LLE	ETAAS	3	0.3
SPE	Spectrophotometry	20	0.3
SPE	GFAAS	150	0.02
CPE	Spectrophotometry	50	3.0
CPE	ICP-AES	200	0.25
CPE	Spectrofluorimetry	10	0.79
CPE	Spectrophotometry	20	0.52
CPE	GFAAS	37	0.09

Resultados y Discusión

8. Análisis de agua y muestras biológicas

Table 4

Determination of Al(III) (ng mL^{-1}) in biological and water samples ($n = 5$)

Samples	Added	Found ^a	Recovery (%)
Human urine	0	21.5 ± 0.9	–
	10	31.8 ± 1.5	103
	20	41.1 ± 2.2	98
Tap water	0	6.4 ± 0.3	–
	10	16.0 ± 0.7	96
	20	26.2 ± 1.2	99
Lake water	0	11.1 ± 0.6	–
	10	20.6 ± 0.8	95
	20	30.3 ± 1.5	96

^a Mean of five determinations.

Conclusiones



En este trabajo se aprecia como con GFAAS y CPE se logra cuantificar trazas de Aluminio en muestras complejas y agua.

Este método resulta simple, barato, seguro, con alta preconcentración de aluminio, buena recuperación y buena eficiencia de extracción. La fase rica en surfactante puede ser fácilmente introducida en el horno grafito

El método propuesto puede ser aplicado a la determinación de trazas de aluminio en diferentes muestras reales.