

Medellín, 06 de mayo de 2014

DOCTOR
PABLO FELIPE ROBLEDO DEL CASTILLO
SUPERINTENDENTE DE INDUSTRIA Y COMERCIO
BOGOTÁ D.C.

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 12-150184- -00009-0000

Fecha 2014-05-07 16 27 51 Dep 2000 DES PROPIEDA
Tra 2 PATENTES Eve 1 REGDEPOSITO
Act 422 APELARECUR Folios 34

REFERENCIA:

Expediente: 12-150184
Asunto: RECURSO DE REPOSICIÓN
Resolución número 4224 de 2014

JAIME ANDRÉS MORENO, identificado con cédula de ciudadanía número 71.753.059, actuando en nombre propio y en calidad de **SOLICITANTE** de **PATENTE DE INVENCION** sobre la creación **“PROCEDIMIENTO DE APROVECHAMIENTO DE ACUMULADORES DE ENERGÍA (PILAS Y BATERÍAS) EN UN SUBPRODUCTO”** identificada con el radicado de la referencia; con fundamento en el artículo 74 del Código Contencioso Administrativo me permito presentar **RECURSO DE REPOSICIÓN** contra el acto administrativo contenido en la **RESOLUCION 4224 de 2014** mediante la cual se deniega una patente de invención, con la finalidad de solicitar que se **REVOQUE** dicho acto y en consecuencia se **CONCEDA** el privilegio de patente a la invención.

I. MOTIVOS DE INCONFORMIDAD

La resolución recurrida, en su considerando SEXTO afirma:

“Que en las reivindicaciones 1 a 3 no cumplen con el requisito de novedad”.

Manifiesto mi inconformidad en los siguientes términos:

PRIMERO. “En el presente caso, el método reclamado en la solicitud no es nuevo, teniendo en cuenta que la reivindicación 1 está referida a: “Procedimiento para la obtención de un bloque producto del aprovechamiento de acumuladores de energía (baterías)...”

Posteriormente se realiza un cuadro comparativo entre la Solicitud de Patente de Invención y las reveladas en D1 que representan el Estado de la Técnica.

Al respecto nos permitimos aclarar que D1 no constituye una anterioridad que afecte la novedad de la invención contenida en la solicitud de patente, toda vez que existen significativas diferencias en todos sus aspectos, entre ellos las etapas y los materiales usados. Estas diferencias pueden apreciarse en el siguiente cuadro:

Solicitud de patente de invención – Expediente 12-150184 Folio 14. Reivindicación 1	D1
Procedimiento para la <u>obtención de un bloque producto del aprovechamiento</u> de acumuladores de energía (baterías), caracterizado por estar compuesto de las etapas de:	Hay métodos considerados <u>como sistemas de reciclado</u> , que es aislando las pilas de tal forma que no permitan la salida de su contenido.
a. Corte de la batería mediante una cortadora industrial u otro tipo de maquinaria de corte	NO SE OBSERVA
b. Separación de la tapa mediante una sierra o máquina de corte	NO SE OBSERVA
c. Extracción de los electrodos de plomo o placas y ácido	NO SE OBSERVA
d. Disposición del material de desecho dentro del <u>contenedor plástico en el que estaban alojadas las placas de la batería</u>	Para realizar el cementado de pilas, estas son guardadas dentro de una <u>botella de plástico</u> . Luego, dentro de la botella <u>se pondrá aserrín seco</u> , que cumplirá la misión de colchón absorbente y se tapará la botella.
NO SE OBSERVA	Las <u>pilas encapsuladas serán introducidas en un molde</u> , y no deben pasar la capacidad del mismo.
e. Vertimiento de una <u>mezcla inertizante</u> junto con las pilas <u>en el interior</u> del contenedor plástico	<u>Este molde será llenado con cemento</u> , a fin de guardar las pilas dentro de este.
f. <u>Colocación de la tapa de la batería</u>	NO SE OBSERVA

A manera de conclusión:

- El método contenido en D1 hace uso de aserrín como colchón absorbente. El procedimiento de la invención no comprende aserrín u otro material como colchón absorbente.
- En el procedimiento de la invención, las pilas son dispuestas al interior de una batería a la cual se extrajo electrodos de plomo o placas y ácido. En el método de D1, las pilas se disponen dentro de una botella plástica (no se hace referencia a ningún tratamiento previo de las pilas).
- En el procedimiento de la invención, el material inertizante es vertido al interior del contenedor plástico (batería) en el cual se encuentran las pilas dispuestas. En el método de D1, las botellas (que en su interior comprenden las pilas y aserrín) se introducen en un molde el cual es llenado con cemento (Es decir, el cemento se vierte afuera de las botellas tapadas).

3

SEGUNDO. "Por su parte, las reivindicaciones dependientes 2 a 3 no mencionan alguna característica que haga nuevo el método de la reivindicación 1, por lo tanto, tampoco cumplen con lo establecido en el mencionado artículo 16 de la Decisión 486."

Al respecto nos permitimos aclarar que la reivindicación 2 si menciona una característica que hace nuevo el método de la reivindicación 1, toda vez que dicha reivindicación denota como característica técnica, que el material inertizante es una mezcla de concreto.

Es claro para una persona versada en la materia del área técnica que comprende la invención que existen grandes diferencias entre una mezcla de concreto y el cemento, algunas de estas diferencias son:

- El cemento es una sustancia que se elabora de calcio, silicio, hierro, piedra caliza, aluminio y otros ingredientes menores. Viene en forma de polvo y cuando se añade la cantidad proporcional de agua a la misma, endurece después de formar una sustancia semisólida.
- El concreto es una mezcla de cemento, grava y arena.

Adicionalmente, en D1, al no tener contacto el cemento con las pilas, por estar estas contenidas en la botella plástica, el cemento no puede ser una mezcla inertizante acorde a lo descrito en D1, solo guarda las pilas. Situación diferente, ocurre en el método de la invención¹, la cual es descrita en la descripción de la invención², en la que el concreto está en contacto directo con las pilas y por consiguiente inertizando las pilas y evitando lixiviados tóxicos, acorde a pruebas realizadas e indicadas en el descriptivo³.

II. ACLARACION DE CAPÍTULO REIVINDICATORIO

El H. Consejo de Estado, en sentencia del 7 de Febrero de 2013 con ponencia del H.C. Marco Antonio Velilla Moreno Gonzalez, al estudiar el caso de un recurso de reposición contra el acto que negó un privilegio de patente en el cual se introducían modificaciones sustanciales al capítulo reivindicatorio toda vez que **"restringe el alcance de las mismas"** y adicionalmente no **se exponían los motivos de inconformidad**, realizó las siguientes consideraciones:

"En el sub lite, es cierto que la firma _____, al interponer el recurso de reposición contra el acto definitivo, presentó un **nuevo escrito de reivindicaciones**, mediante el cual se restringe el alcance de las mismas. Sin embargo, la Sala considera que dicha **modificación** fue extemporánea, por cuanto fue radicada con posterioridad a la expedición del acto administrativo que puso fin a la actuación administrativa. Tal como se expuso en el acápite anterior, el hecho de que la presentación del **nuevo escrito de reivindicaciones** haya tenido lugar al momento de interponerse el recurso de reposición contra la Resolución N° 8446 del 5 de Abril de 2006, releva a la entidad demandada del deber de pronunciarse de fondo con respecto al contenido de ese **nuevo escrito**, el cual no puede ser tenido en cuenta". (Negrilla por fuera del texto)

¹ Expediente 12-150184 Folio 14

² Expediente 12-150184 Folios 4,5 y 6.

³ Anexo 1 del presente escrito

Esta importante decisión constituye un precedente vertical en materia de admisibilidad de modificaciones al capítulo reivindicatorio con posterioridad al acto definitivo dentro del trámite de solicitud de patente de invención y permite aclarar la Interpretación Prejudicial de la Comunidad Andina de Naciones en materia de procedimiento administrativo.

Siguiendo las directrices de esta decisión, nos permitimos realizar una **aclaración** del capítulo reivindicatorio que permite aportar mayores luces para efectos del presente recurso.

1. Procedimiento para la obtención de un bloque producto del aprovechamiento de baterías y pilas, que comprende las etapas de:

- a) cortar la batería;
- b) separar la tapa de la batería;
- c) extraer el contenido de la batería;
- d) disponer las pilas al interior de la batería;
- e) verter mezcla inertizante al interior de la batería junto con las pilas; y,
- f) colocar tapa a la batería.

2) El procedimiento reclamado en la reivindicación 1, caracterizado porque la etapa (c) se extraen electrodos de plomo, placas y acido contenido en la batería.

4) El procedimiento reclamado en la reivindicación 1, caracterizado porque la etapa (e) la mezcla inertizante es una mezcla de concreto.

Me permito reiterar que este no es un nuevo escrito de reivindicaciones, toda vez que no amplía ni restringe el alcance de las reivindicaciones inicialmente presentadas.

III. PETICIONES

Acorde con los motivos narrados, muy respetuosamente solicito a su Despacho:

1º. **CONCEDER LA REPOSICIÓN** de la resolución No. 4224 de 2014 proferida por su Despacho mediante la cual se denegó una patente de invención.

2º. Que por medio de acto de igual categoría se **REVOQUE** la resolución en cuestión y en consecuencia se **CONCEDA EL PRIVILEGIO DE PATENTE** a la invención según las reivindicaciones aclaradas en el presente escrito.

3º. De conformidad con lo establecido en el artículo 80 del Código Contencioso Administrativo, respetuosamente solicito que se dé respuesta individual, de fondo, completa y debidamente motivada a cada una de las razones expuestas en el presente recurso, de manera tal que permitan conocer con claridad y suficiencia las razones de hecho y derecho que motivan la decisión tomada por su despacho.

IV. FUNDAMENTOS DE DERECHO

Invoco como fundamento:

Los artículos 74, y ss del Código Contencioso Administrativo.

Decisión 486 de 2000. Comunidad Andina de Naciones. Arts. 14 a 80

V. COMPETENCIA

Por haber sido usted el funcionario que expidió la resolución 4224 de 2014, es usted competente para revocarla.

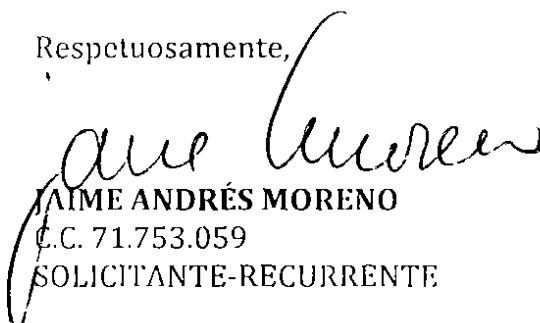
VI. NOTIFICACIONES

Para todos los efectos legales mi dirección para notificaciones será:

Calle 8 Sur #43B -112 Int. 401 Medellín, Antioquia.

Igualmente autorizo para que se me notifique por medios electrónicos a los correos electrónicos: isapiedra@gmail.com y jamboreno@gmail.com

Respetuosamente,



JAIME ANDRÉS MORENO

C.C. 71.753.059

SOLICITANTE-RECURRENTE

INFORME DE CERTIFICACIÓN DE PRODUCTO

Responsable: Q1A.

Fecha: Agosto 2013

Objetivo: Describir el avance del plan de certificación propuesto para el producto resultante del proyecto. DISPOSICIÓN FINAL DE ACUMULADORES DE ENERGÍA COMO BLOQUES DE CONSTRUCCIÓN MODULARES Y ECOLÓGICOS

ACTIVIDADES DEFINIDAS

La certificación del producto, estará a cargo de Q1A, empresa con experiencia en este tipo de actividades. Q1A desarrolla las siguientes pautas para la certificación de productos

- 1 Definir los estándares de ladrillos, de acuerdo a la normatividad colombiana
- 2 Revisar el producto en cuanto al cumplimiento de los estándares definidos
- 3 Definición de las pruebas de laboratorio requeridas
- 4 Realización de las pruebas
- 5 Realizar un manual de procedimiento técnico de elaboración del producto
- 6 Revisar la documentación creada del producto y validación de la misma
- 7 Realización de auditoria de revisión previa a la certificación
- 8 Certificación del producto

ESTADO DE AVANCE DE LAS ACTIVIDADES

El inicio de la certificación se da con la definición del producto específico y con ello se determinan los estándares asociados a la funcionalidad del mismo. En este caso se trata de "Bloques de construcción modulares y ecológicos". Para lo cual se realizó una recopilación de la normatividad colombiana asociada a ello.

A la fecha se ha ampliado la definición del producto, como base para determinar las normas asociadas a su estructura y uso. Con base a ello se han identificado las normas asociadas y se diseñaron las pruebas de laboratorio requeridas.

A continuación se muestran los resultados de estas actividades.

DEFINICIÓN DEL NUEVO PRODUCTO

Nombre oficial DISPOSICIÓN FINAL DE ACUMULADORES DE ENERGÍA COMO BLOQUES DE CONSTRUCCIÓN MODULARES Y ECOLÓGICOS

Utilidad: el producto tiene dos finalidades: 1) Bloque de construcción y 2) alternativa para disposición final de pilas y baterías.

Valor agregado: alternativa diferente a la disposición de pilas y baterías convencional (rellenos sanitarios y de seguridad), mediante la implementación de un proceso para reciclar adecuadamente los acumuladores de energía (pilas y baterías), garantizar su disposición final y realizar un aprovechamiento de los residuos en un subproducto, con beneficio y responsabilidad social, generando un impacto positivo sobre el ambiente nacional y mundial, evitando que los componentes tóxicos de estos elementos lleguen a los vertederos de basura, oxidándose y descomponiéndose, llegando a contaminar y erosionar el suelo, al igual que el agua y aire, matando flora y fauna, y además afectando la salud humana.

Utilidad final: Bloque de construcción ecológico

Enfoque de la certificación: A nivel de producto nuevo a comercial, la utilidad que se debe garantizar para los usuarios es el de bloques, por lo cual la certificación del producto se asocia a un material de construcción.

Definición técnica: Bloque para uso en edificaciones u otros, compuesto por: arena, cemento, pilas de desecho, baterías de 75Ah, de 55Ah entre otras con centro de poliestireno y baterías de 100 Ah

Con base en lo anterior, el producto se comporta como un material de construcción donde uno de sus agregados corresponde a pilas.

1. NORMATIVIDAD COLOMBIANA ASOCIADA

En Colombia existe una serie de normas que hacen parte del grupo de Normas Colombianas de Diseño y Construcción Sismo Resistente (NSR-98, 09, 10), NTC 30, 31, 33, 77, 78, 92, 93, 98, 107, 109, 110, 111, 117, 118, 121, 123, 127, 129, 174, 176, 221, 225, 226, 237, 294, 297, 321, 385, 396, 454, 504, 550, 579, 589, 597, 673, 722, 890, 1028, 1032, 1294, 1299, 1513, 1514, 1776, 1977, 3318, 4076 y 3658, ASTM C 33, C 94, C 150, C 309, C 360 y C 805, NEGC 500, 506 y 507)

Comentario [Nh1]: No me queda muy claro que sea la normativa sismo resistente

Comentario [Nh2]: Esta es la norma que incluyo

De este grupo de normas y de acuerdo a las características del producto, se seleccionan las siguientes

Tabla 1 Clasificación de las Normas por grupos

Grupo	Normas	Justificación
Normas asociadas al Cemento Portland	Normas NTC 30, 31, 33, 107, 109, 110, 111, 117, 118, 121, 221, 225, 226, 294, 297, 321, 597, 4076 y 1514	Estas normas tienen relación con el nuevo producto por ser el cemento unos de los componentes Sin embargo, estas normas no requieren verificación, puesto quien debe garantizar su cumplimiento es el proveedor de este insumo
Agregados para concreto	ASTM C-33 y las normas NTC 77, 78, 92, 93, 98, 123, 127, 129, 176, 237, 579, 589 y 1776	El nuevo producto, incluye dentro de los agregados, las pilas, las cuales no han sido consideradas con anterioridad en estas normas
Agregado fino	Normas NTC 174 y ASTM C 33	Estas normas tienen relación con el nuevo producto por ser el cemento unos de los componentes Sin embargo, estas normas no requieren verificación, puesto quien debe garantizar su cumplimiento

Grupo	Normas	Justificación
		es el proveedor de este insumo
Normas sismo resistentes	NSR-98, 09, 10	Estas normas son las de mayor relevancia puesto que aplican tanto para la construcción general, como para los materiales usados en ellas

Con base en ello, se describen las normas y los puntos a evaluar en el producto para la certificación

En este sentido, en cuanto al producto se requiere certificar los siguientes aspectos

- Resistencia
- Dimensiones
- Absorción de agua

Comentario [Nh3]: No me queda claro si hay que certificar eso, pero lo que si que tengo son las pruebas de Ingeconcreto sobre absorcion y resistencia

SEGÚN LA NORMA TÉCNICA COLOMBIANA UNIDADES (BLOQUES Y LADRILLOS) DE CONCRETO PARA MAMPOSTERÍA NO ESTRUCTURAL INTERIOR Y CHAPAS DE CONCRETO NTC-4076

Objeto:

Esta norma establece los requisitos para unidades de mamposteria, perforadas o macizas (bloques o ladrillos), de concreto, elaboradas con cemento hidráulico, agua y agregados minerales con la inclusión o no de otros materiales, aptos para elaborar mamposteria estructural. Se establecen tres clases de unidades de mamposteria de concreto según su peso de peso normal, de peso medio y de peso liviano. Estas unidades son adecuadas para aplicaciones estructurales y no estructurales.

Los valores se deben regir de acuerdo con el Sistema Internacional de Unidades (NTC 1000) Los rasgos particulares de apariencia, tales como textura, el acabado, el color u otras propiedades como la clasificación por peso, una mayor resistencia a la compresión, la resistencia al fuego y el desempeño térmico o acústico, deben ser especificados

separadamente por el comprador. Se debe consultar a los proveedores locales para averiguar sobre la disponibilidad de unidades con las características deseadas.

Clasificación:

- 1 Según el peso se establecen tres clases de mampostería
 - 1 Peso normal: densidad de 2000 kg/m³ o más
 - 2 Peso mediano: con una densidad entre 1680 kg/m³ y menos de 2000 kg/m³
 - 3 Peso liviano: con una densidad de menos de 1680 kg/m³
2. Se elimina el antecedente ASTM C 129, no contempla el control de humedad
- 3 Materiales.
 - 1 Materiales cementantes: los materiales cementantes deben de cumplir con las normas siguientes que les sean aplicables
 - Cemento Pórtland: Norma ASTM C150
 - Cemento Pórtland modificado: Cemento Portland que cumple con la norma ASTM C 150, modificada de la siguiente forma
 - Piedra caliza: Si se agrega carbonato de calcio al cemento el contenido de CaCO₃ no debe ser inferior al 85%
 - Limitaciones para residuos insolubles, 1.5%.
 - Limitaciones para contenido de aire de mortero. Volumen en porcentaje, 22% máximo
 - Limitaciones sobre pérdida por ignición, 7%
 - Cementos adicionados, norma ASTM C595
 - Cementos hidráulicos, norma NTC 121, ASTM C1157
 - Adiciones
 - Cenizas volantes y puzolanas naturales, calcinadas o crudas, utilizadas como adiciones minerales en el concreto de cemento Pórtland, la NTC 3493 (ASTM C 618)
 - 2 Agregados: los agregados deben de cumplir con las normas siguientes, excepto con los requisitos de granulometría, donde no se requiera aplicarlos
 - Agregados de peso normal, la NTC 174 (ASTM C33)

3 Otros constituyentes

- Agua de mezcla: esta agua debe de cumplir con la NTE 3459 (BS 3148). Se debe de determinar previamente que los agentes incorporados de aire, pigmentos, repelentes de agua integrales, sílice molido finamente y otros componentes son adecuados para uso en mampostería de concreto, y deben cumplir con las normas ASTM aplicables, o mediante ensayos o experiencia se debe demostrar que no afectan la durabilidad de las unidades de mampostería de concreto ni de cualquier material usado habitualmente en construcciones de mampostería.

- Aditivos. los aditivos deben de cumplir con las normas siguientes que les sean aplicables

- Aditivos químicos para concreto, véase la NTC 1299 (ASTM C 494)
- Aditivos incorporadores de aire para concreto, véase la NTC 3502 (ASTM C 260)

- Colorantes. los colorantes deben de cumplir con la NTC 3760 (ASTM C 979)

4. Requisitos físicos

1 Requisitos dimensionales

- Dimensiones
 - Unidades perforadas
- Tolerancias
 - Las dimensiones reales de las unidades no deben diferir de las dimensiones normales en más de 2 mm para la longitud, espesor y altura
 - Las dimensiones reales de los elementos de las unidades con acabados arquitectónicos, tales como ranuras, estrías, proyecciones, escalonamientos, inclinaciones, etc., no deben diferir de las normales en más de 2 mm. Este

requisito no es aplicable a la regularidad de las superficies
partidas

2 Resistencia a la compresión en el momento de despacho al
comprador, las unidades de mampostería de concreto deben cumplir los
requisitos de resistencia a compresión establecidos en la Tabla 2

Tabla 2 Requisitos de resistencia a la compresión, absorción de agua y clasificación del
peso

Resistencia a la compresión a los 28 d (R_{c28}) ^B , evaluada sobre el área neta promedia (A_{np})			Absorción de agua (A_a) % según el peso (densidad) del concreto secado en horno, kg/m^3	
Mínimo ^B , MPa			Promedio de 3 unidades, máximo, %	
Clase	Promedio de 3 unidades	Individual	Peso mediano, de 1680 kg/m^3 hasta menos de 2000 kg/m^3	Peso normal, 2000 kg/m^3 o mas
Baja	8	7	15%	12%

3 Absorción de agua en el momento de despacho al comprador, las
unidades de mampostería de concreto deben cumplir los requisitos de
absorción de agua establecidos en la Tabla 3

Tabla 3 Requisitos de absorción de agua

Absorción de agua, % según el peso (densidad) del concreto secado en horno, para las chapas kg/m ³			
Promedio de 3 unidades, máximo, %			
	Peso liviano, menos de 1680 kg/m ³	Peso mediano de 1680 kg/m ³ hasta menos de 2000 kg/m ³	Peso normal, 2000 kg/m ³ o mas
Unidades	18%	15%	12%
Chapas	15%	12%	9%

- 4 Contracción lineal por secado en el momento de entrega al comprador, la contraccion lineal de las unidades no debe exceder 0.065%
- 5 Acabado y apariencia

 - Todas las unidades deben estar sanas y no deben tener fisuras ni otros defectos que interfieran con un proceso de colocación de la unidad apropiado, o que perjudiquen significativamente la resistencia o permanencia de la construccion. Las fisuras menores, inherentes al metodo de fabricación, o las desportilladuras menores que resultan de los metodos usuales de manipulación en el despacho y en la entrega, no son motivo de rechazo
 - Cuando las unidades se van a utilizar en construcción de mampostería expuesta, la pared o paredes de las unidades, que van a estar expuestas, no deben presentar desportilladuras ni grietas, ni se permiten otras imperfecciones visibles cuando se observan desde una distancia igual o mayor de 6 m, con una fuente de luz difusa
 - El cinco por ciento (5%) del envio puede tener pequeñas fisuras, o desportilladuras no mayores de 25 mm

en cualquier dimensión, o fisura o de no mas de 0,5 mm de ancho y una longitud de no más del 25% de la altura nominal de la unidad

- El color y textura los debe especificar el comprador. El acabado de las paredes de las unidades que van a estar expuestas, debe estar conforme con una muestra aprobada que conste de al menos, cuatro unidades, que representan el intervalo en la textura y color permitido
- Las unidades que se van a utilizar como base para un recubrimiento posterior, deben tener una superficie con una textura lo suficientemente abierta que permite una buena adherencia

5 Muestreo y ensayo

1. Se le deben facilitar, al comprador o su representante, los medios para que inspeccione y tome la muestra de las unidades en la planta de fabricación, directamente de los lotes que están listos para ser despachados a su obra

2. El muestreo y ensayo de los especímenes de muestra se debe efectuar de acuerdo con la NTC 4024 (ASTM C 140)

3. El valor de la contracción lineal por secado para un determinado tipo de unidades elaboradas con los mismos materiales, la misma dosificación del concreto y el mismo proceso de elaboración y de curado, se debe basar en ensayos de unidades de mampostería de concreto, efectuados de acuerdo con la norma ASTM C 426, en un lapso no superior a los 2 años anteriores al despacho

2. DESARROLLO DE PRUEBAS QUÍMICAS

Se llevó a cabo una evaluación técnica analítica de los productos para evaluar si existen filtraciones y por lo tanto si hay contenido de metales pesados (Hg, Cd, Mn, Zn Ni) disueltos en agua

También se mandó hacer las pruebas pertinentes de resistencia y absorción de agua para el producto final

Determinación de Cadmio total.

Método de Espectrofotometría de Absorción Atómica por Llama

1. OBJETIVO

Esta normativa técnica se usa para determinar cadmio en aguas y efluentes industriales en el rango de 0,025 a 3 mg/L*, es posible determinar mayores o menores concentraciones por dilución o concentración de la muestra respectivamente

***NOTA:** Los extremos del rango de concentraciones pueden variar según el equipo utilizado

2. REFERENCIAS

2.1 Norma técnica IIB01 Determinación del límite de detección y de cuantificación en Espectrofotometría de Absorción Atómica

3. PRINCIPIO

La muestra es digerida para reducir la interferencia por materia orgánica y convertir todo el metal a una forma libre determinable por Espectrofotometría de Absorción Atómica (EAA) con llama a 228,8 nm. El contenido de cadmio se determina mediante una curva de calibración.

Para muestras de agua con bajo contenido de sólido en suspensión con una turbidez menor a 1 NTU no es necesario realizar la digestión (punto 7.1)

4. MUESTREO Y PRESERVACION

Recolectar en frasco de polietileno de alta densidad de 1L de capacidad de cierre hermético. Ajustar a pH<2 con ácido nítrico (6.1) Analizar antes de 6 meses

5. EQUIPOS Y MATERIALES

5.1 Espectrofotometro de absorcion atómica con llama

5.2 Plancha calefactora

5.3 Balanza analítica de precision 10 mg

5.4 Balanza analítica de precisión 0,1 mg

5.5 Pipetas aforadas de 5 - 100 ml

5.6 Erlenmeyers de 100 - 125 ml

5.7 Papel de filtro libre de ceniza

5.8 Matraces aforados de 25 - 1000 ml

NOTA: Todo el material de vidrio utilizado deberá lavarse con detergente y enjuagarse por inmersión en una solución de HNO_3 al 5% v/v durante toda la noche, o un enjuague único con una solución de HNO_3 al 20% v/v. Luego se enjuagan tres veces con agua destilada.

6. REACTIVOS

6.1 Ácido nítrico (HNO_3) 65 %, $d = 1,40 \text{ g/ml}$, ppa

6.2 Ácido clorhídrico (HCl) 37 %, ppa

6.3 HCl (1+1) Diluir HCl (6.2) con igual cantidad de agua destilada

6.4 Ácido sulfúrico (H_2SO_4) 95-98 % w/V, ppa

6.5 Solución estándar de cadmio de 1000 mg/L. Disolver 1,0000 g de cadmio metálico (ppa) en el mínimo volumen de HCl (1+1) (6.3). Diluir a 1 L en matraz aforado, con HCl 1% v/v. Almacenar en frasco de plástico. Es estable por 1 año. Pueden usarse soluciones estándar para Absorción Atómica comerciales.

6.6 Agua destilada.

7. PROCEDIMIENTO

7.1 Digestión de la muestra

a) Homogeneizar la muestra. Si se dispone de una estimación del contenido total de cadmio en la muestra realizar una toma con pipeta aforada tal que la solución final esté en el rango de medida.

La toma mínima a realizar será de 5,00 mL, en el caso de muestras muy concentradas diluirlas luego de la digestión. En el caso de estimar un contenido de cadmio menor a 0,025 mg/L, y de ser necesario, concentrar la muestra durante la digestión.

Transferir la toma a un Erlenmeyer de 100 - 125 mL. Paralelamente se realiza un blanco de digestión sustituyendo la muestra por agua destilada

NOTA: Si las características físicas de la muestra son tales que no se puede realizar una toma representativa de la misma con pipeta aforada, se realiza una toma en peso

b) Agregar 5 mL de HNO_3 . Calentar en una plancha calefactora tal que se obtenga una ebullición leve, concentrar al menor volumen tal que no ocurra precipitación. Si es necesario agregar más ácido y seguir calentando hasta obtener una solución clara. No permitir que la solución se seque durante el calentamiento.

Puede quedar un pequeño precipitado no soluble en agua que es luego filtrado. En caso de que la digestión con HNO_3 no sea suficiente, usar mezcla de ácidos (sulfúrico y/o clorhídrico). En este caso la medida se realizara por adiciones estándar.

c) Lavar el Erlenmeyer con agua, si es necesario filtrar con papel de filtro.

Dejar enfriar a temperatura ambiente y llevar a volumen con agua destilada, homogeneizar.

7.2 Curva de calibración

Preparar soluciones estándar entre 0,025 y 3,0 mg/L de cadmio a partir de la solución 6.5, con el agregado de HNO_3 tal que su concentración final sea del 1%.

7.3 Determinación directa

a) Parámetros instrumentales

Lámpara de cátodo hueco o de descarga sin electrodo de cadmio

Longitud de onda: 228,8 nm

Corrección de fondo: lámpara de deuterio

Combustible: acetileno

Oxidante: aire

Tipo de llama: oxidante

b) Realizar la curva de calibración con los estándares de 0,025 a 3 mg/L

c) Medir las muestras y blancos

7.4 Determinación por adiciones estándar

a) Parámetros instrumentales

Lámpara de cátodo hueco o de descarga sin electrodo de cadmio

Longitud de onda: 228,8 nm

Corrección de fondo: lámpara de deuterio

Combustible: acetileno

Oxidante: aire

Tipo de llama: oxidante

b) Realizar una medida aproximada del contenido de cadmio en la muestra (x)

c) Tomar 4 alícuotas iguales de la muestra con pipeta aforada en matraces aforados A, B, C y D. En el matraz A aforar con agua destilada. Realizar en los 3 matraces restantes adiciones de solución estándar de cadmio tal que la concentración en el matraz B sea el doble que la concentración en A, en el matraz C el triple y en el D cuatro veces la concentración de A. Tener en cuenta que la suma del contenido de cadmio de la muestra más la adición no supere los 3 mg/L.

8. CÁLCULO Y EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

8.1 Se determina los límites de cuantificación (LC) y detección (LDM). Ver Norma Técnica BII01.

8.2 Se determina la concentración de cadmio en la digestión de la muestra y blanco (CM y CB) o en una dilución de los mismos a partir de la curva de calibración obtenida en 7.1, o a partir de la curva de adición obtenida en 7.2.

8.3 Si CM es menor a LDM informar:

No detectable, Límite de detección = LDM * FC, expresado en mg/L

Donde FC es el factor de concentración de la muestra, obtenido según

$$FC = V / T$$

Donde

V = volumen del matraz aforado usado para recoger el filtrado de digestión en mL

T = toma de la muestra en mL

8.4 Si CM es mayor a LDM pero menor a LC informar

Se detecta, $Cd (mg/L) < LC * FC$

Donde FC es el factor de concentración de la muestra, obtenido como en 8.3

8.5 Si CM es mayor a LC informar el valor obtenido según

$Cd (mg/L) = (CM * FDM - CB * FDB) * FC$

Donde

CM = concentración de Cd en la digestión de la muestra en mg/L

FDM = factor de dilución de la muestra

CB = concentración de Cd en la digestión del blanco en mg/L

FDB = factor de dilución del blanco

FC = factor de concentración de la muestra, obtenido como en 8.3

DETERMINACIÓN DE ZINC TOTAL

Método de Espectrofotometría de Absorción Atómica por Llama

1. OBJETIVO

Esta normativa técnica se usa para determinar zinc en aguas y efluentes industriales en el rango de 0,01 a 1,5 mg/L*, es posible determinar mayores o menores concentraciones por dilución o concentración de la muestra respectivamente

*NOTA: Los extremos del rango de concentraciones pueden variar según el equipo utilizado.

2. REFERENCIAS

2.1 Norma técnica IIB01: Determinación del límite de detección y de cuantificación en Espectrofotometría de Absorción Atómica

3. PRINCIPIO

La muestra es digerida para reducir la interferencia por materia orgánica y convertir todo el metal a una forma libre determinable por Espectrofotometría de Absorción Atómica (EAA) con llama a 213,9 nm. El contenido de cinc se determina mediante una curva de calibración. Para muestras de agua con bajo contenido de sólidos en suspensión con una turbidez menor a 1 NTU no es necesario realizar la digestión (punto 7.1).

4. MUESTREO Y PRESERVACIÓN

Recolectar en frasco de polietileno de alta densidad de 1L de capacidad de cierre hermético. Ajustar a $\text{pH} < 2$ con ácido nítrico (6.1). Analizar antes de 6 meses.

5. EQUIPOS Y MATERIALES

5.1 Espectrofotómetro de absorción atómica con llama

5.2 Plancha calefactora

5.3 Balanza analítica de precisión 10 mg

5.4 Balanza analítica de precisión 0,1 mg

5.5 Pipetas aforadas de 5 - 100 mL

5.6 Erlenmeyers de 100 - 125 mL

5.7 Papel de filtro libre de ceniza

5.8 Matraces aforados de 25 - 1000 mL

NOTA: Todo el material de vidrio utilizado deberá lavarse con detergente y agua y enjuagarse por inmersión en una solución de HNO_3 al 5% v/v durante toda la noche, o un enjuague único con una solución de HNO_3 al 20% v/v. Luego se enjuagan tres veces con agua destilada.

6. REACTIVOS

6.1 Ácido nítrico (HNO_3) 65 %, $d = 1,40 \text{ g/mL}$, ppa

6.2 Ácido clorhídrico (HCl) 37 %, ppa

6.3 HCl (1+1) Diluir HCl (6.2) con igual cantidad de agua destilada

6.4 Ácido sulfúrico (H_2SO_4) 95-98 % w/V, ppa

6.5 Solución estándar de cinc de 1000 mg/L:

Disolver 1,0000 g de zinc metálico (ppa) en el mínimo volumen de HCl (1+1) (6.3) Diluir a 1 L en matraz aforado, con HCl 1% v/v. Almacenar en frasco de plástico. Es estable por 1 año. Pueden usarse soluciones estándar para Absorción Atómica comerciales.

6.6 Agua destilada

7. PROCEDIMIENTO

7.1 Digestión de la muestra

a) Homogeneizar la muestra. Si se dispone de una estimación del contenido total de cinc en la muestra realizar una toma con pipeta aforada tal que la solución final esté en el rango de medida. La toma mínima a realizar será de 5,00 mL, en el caso de muestras muy concentradas diluirlas luego de la digestión. En el caso de estimar un contenido de zinc menor a 0,01 mg/L, y de ser necesario, concentrar la muestra durante la digestión. Transferir la toma a un Erlenmeyer de 100 - 125 mL. Paralelamente se realiza un blanco de digestión sustituyendo la muestra por agua destilada.

NOTA: Si las características físicas de la muestra son tales que no se puede realizar una toma representativa de la misma con pipeta aforada, se realiza una toma en peso.

b) Agregar 5 mL de HNO₃. Calentar en una plancha calefactora tal que se obtenga una ebullición leve, concentrar al menor volumen tal que no ocurra precipitación. Si es necesario agregar más ácido y seguir calentando hasta obtener una solución clara. No permitir que la solución se seque durante el calentamiento. Puede quedar un pequeño precipitado no soluble en agua que es luego filtrado.

En caso de que la digestión con HNO₃ no sea suficiente, usar mezcla de ácidos (sulfúrico y/o clorhídrico). En este caso la medida se realizará por adiciones estándar.

c) Lavar el Erlenmeyer con agua, si es necesario filtrar con papel de filtro lavando abundantemente el precipitado, y recoger el filtrado en un matraz aforado. Dejar enfriar a temperatura ambiente y llevar a volumen con agua destilada, homogeneizar.

7.2 Curva de calibración

Preparar soluciones estándar entre 0,01 y 1,5 mg/L de cinc a partir de la solución 6.5, con el agregado de HNO₃ tal que su concentración final sea del 1%.

7.3 Determinación directa

a) Parámetros instrumentales

Lámpara de cátodo hueco de zinc

Longitud de onda: 213,9 nm

Corrección de fondo: lámpara de deuterio

Combustible: acetileno

Oxidante: aire

Tipo de llama: oxidante

b) Realizar la curva de calibración con los estándares de 0,01 a 1,5 mg/L

c) Medir las muestras y blancos

7.4 Determinación por adiciones estándar

a) Parámetros instrumentales

Lámpara de cátodo hueco de zinc

Longitud de onda: 213,9 nm

Corrección de fondo: lámpara de deuterio

Combustible: acetileno

Oxidante: aire

Tipo de llama: oxidante

b) Realizar una medida aproximada del contenido de Zinc en la muestra (x)

c) Tomar 4 alícuotas iguales de la muestra con pipeta aforada en matraces aforados A, B, C y D. En el matraz A aforar con agua destilada. Realizar en los 3 matraces restantes adiciones de solución estándar de zinc tal que la concentración en el matraz B sea el doble que la concentración en A, en el matraz C el triple y en el D cuatro veces la concentración de A. Tener en cuenta que la suma del contenido de zinc de la muestra más la adición no supere los 1,5 mg/L.

8. CÁLCULOS Y EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

8.1 Se determina los límites de cuantificación (LC) y detección (LDM). Ver Norma Técnica BII01

8.2 Se determina la concentración de Zinc en la digestión de la muestra y blanco (CM y CB) o en una dilución de los mismos a partir de la curva de calibración obtenida en 7.1, o a partir de la curva de adición obtenida en 7.2

8.3 Si CM es menor a LDM informar

No detectable, Límite de detección = $LDM * FC$, expresado en mg/L

Donde FC es el factor de concentración de la muestra, obtenido según

$$FC = V / T$$

Donde

V = volumen del matraz aforado usado para recoger el filtrado de digestión en mL.

T = toma de la muestra en mL

8.4 Si CM es mayor a LDM pero menor a LC informar

Se detecta, $Zn (mg/L) < LC * FC$

Donde FC es el factor de concentración de la muestra, obtenido como en 8.3

8.5 Si CM es mayor a LC informar el valor obtenido según

$$Zn (mg/L) = (CM * FDM - CB * FDB) * FC$$

Donde

CM = concentración de Zn en la digestión de la muestra en mg/l

FDM = factor de dilución de la muestra

CB = concentración de Zn en la digestión del blanco en mg/L

FDB = factor de dilución del blanco

FC = factor de concentración de la muestra, obtenido como en 8.3

DETERMINACIÓN DE MANGANESO

Método por cálculo

1. OBJETIVO

Esta normativa técnica se utiliza para la determinación de manganeso en aguas naturales

2. REFERENCIAS

2.1 Determinación de dureza. Método titulométrico con EDTA. (Cód. 10603)

2.2 Determinación de calcio. Método titulométrico con EDTA. (Cód. 20109)

3. PRINCIPIO

Se estima la concentración de manganeso como la diferencia entre la dureza total y la dureza de calcio, los que se determinan según las referencias 2.1 y 2.2 respectivamente

4. CALCULOS Y EXPRESION DE RESULTADOS

$Mn, \text{ mg/L} = (D - Ca) \times 0.243$

Dureza de Mg, $\text{mg CaCO}_3/\text{L} = (D - Ca)$

Donde

D: dureza total expresada en $\text{mn CaCO}_3/\text{L}$

Ca: concentración de calcio expresada en $\text{mn CaCO}_3/\text{L}$

DETERMINACIÓN DE MERCURIO TOTAL

Método de Espectrofotometría de Absorción Atómica por Vapor Frío

1. OBJETIVO

Esta normativa técnica se usa para determinar mercurio en aguas y efluentes industriales en el rango de 0,0002 a 0,0050 mg/L*, es posible determinar mayores o menores concentraciones realizando una toma mayor o menor de la muestra

***NOTA** Los extremos del rango de concentraciones pueden variar según el equipo utilizado

2. REFERENCIAS

2.1 Norma técnica IIB01 Determinación del límite de detección y de cuantificación en Espectroscopia de Absorción Atómica.

3. PRINCIPIO

La muestra es digerida para reducir la interferencia por materia orgánica y convertir todo el metal a una forma libre determinable por Espectrofotometría de Absorción Atómica (EAA) a 253,7 nm. El mercurio es medido previa conversión del mismo a su forma de metal libre (Hg⁰) por reducción con cloruro estannoso en solución ácida. Este vapor ("vapor frío") es transportado hacia una celda de cuarzo donde es medido. El contenido de mercurio se determina mediante una curva de calibración. Para muestras de agua con bajo contenido de sólidos en suspensión con una turbidez menor a 1 NTU no es necesario realizar la digestión (punto 7.1)

4. MUESTREO Y PRESERVACION

Recolectar en frasco de polietileno de alta densidad de 1L de capacidad de cierre hermético. Ajustar a pH<2 con ácido nítrico (6.1). Analizar antes de 28 días

5. EQUIPOS Y MATERIALES

- 5.1 Espectrofotómetro de absorción atómica con generador de vapor frío
- 5.2 Baño de agua
- 5.3 Balanza analítica de precisión 10 mg
- 5.4 Balanza analítica de precisión 0,1 mg
- 5.5 Pipetas aforadas de 5 - 100 mL

5.6 Erlenmeyers de 100 - 500 mL.

5.7 Matraces aforados de 25 - 1000 mL.

NOTA. Todo el material de vidrio utilizado deberá lavarse con detergente y agua y enjuagarse por inmersión en una solución de HNO₃ al 5% v/v durante toda la noche, o un enjuague único con una solución de HNO₃ al 20% v/v. Luego se enjuagan tres veces con agua destilada. Es posible usar material exclusivo para la determinación de mercurio.

6. REACTIVOS

6.1 Ácido nítrico (HNO₃) 65 %, d= 1,40 g/mL, ppa

6.2 Ácido clorhídrico (HCl) 37 %, ppa

6.3 Ácido sulfúrico (H₂SO₄) 95-98 % w/v, ppa

6.4 Solución de persulfato de potasio (K₂S₂O₈) 5% w/v

Disolver 50 g de K₂S₂O₈ (ppa) en 1 L de agua destilada

6.5 Solución de permanganato de potasio (KMnO₄) 5% w/v

Disolver 50 g de KMnO₄ (ppa) en 1 L de agua destilada

6.6 Solución estándar de mercurio de 1000 mg/L

Disolver 1,3540 g de HgCl₂ (ppa para Absorción Atómica) en agua. Diluir a 1 L en matraz aforado, con HNO₃ 1% v/v. Almacenar en frasco de plástico. Es estable por 1 año.

Pueden usarse soluciones estándar para Absorción Atómica comerciales

6.7 Solución de cloruro de hidroxilamina (NH₂OH.HCl) 10% w/v. Disolver 100 g de

NH₂OH.HCl (ppa) en 1 L de agua destilada

6.8 Solución de cloruro estannoso (SnCl₂ · 2 H₂O) 10 % *

Disolver 20 g de SnCl₂ · 2 H₂O (ppa para determinación de mercurio) en 40 mL de HCl

Diluir, en Erlenmeyer a 200 mL con agua destilada. El reactivo pierde sensibilidad con el tiempo, prepararlo diariamente

* **NOTA:** Preparar este reactivo a la concentración indicada por el manual del generador de vapor frío usado

6.9 Agua destilada

7. PROCEDIMIENTO

7.1 Digestión de la muestra

a) Homogeneizar la muestra. La toma a realizar depende del contenido estimado de mercurio, de la capacidad máxima del accesorio generador de vapor frío, de la especificación a cumplir por la muestra, y especialmente de la sensibilidad del equipo. Si se dispone de una estimación del contenido total de mercurio en la muestra realizar una toma con pipeta aforada tal que la solución final esté en el rango de medida. Suponiendo que el volumen máximo que acepte el generador de vapor frío sea de 300 mL, detecte 50 ng de Hg^0 , y la especificación sea de 0,0002 mg/L, tomar 250,0 mL de muestra. La toma mínima a realizar será de 5,00 mL, en el caso de muestras muy concentradas diluirlas luego de la digestión. Transferir la toma a un Erlenmeyer de 500 mL.

Paralelamente se realiza un blanco de digestión sustituyendo la muestra por agua destilada.

NOTA: Si las características físicas de la muestra son tales que no se puede realizar una toma representativa de la misma con material aforado, se realiza una toma en peso.

b) Por cada 100 mL de muestra agregar 1,5 mL de HNO_3 , 1,5 mL de H_2SO_4 , 5 mL de solución de KMnO_4 (6.5) o más hasta que permanezca el color púrpura (no permitir que se decolore). Agregar 8 mL de solución de persulfato de potasio (6.4). Calentar en baño de agua a 95°C durante 1 hora. Si es necesario agregar más solución de KMnO_4 (6.5).

Puede quedar un pequeño precipitado no soluble en agua que es luego filtrado.

c) Lavar el Erlenmeyer con agua, recoger el digesto en un vaso del generador de vapor frío.

d) Agregar solución de hidroxilamina al 10% (6.7) tal que desaparezca el color púrpura (agregar primero al blanco, luego agregar la misma cantidad a las muestras).

7.2 Curva de calibración

Preparar soluciones estándar en los vasos del generador conteniendo 25, 50, 100 y 250 ng de mercurio agregar 250 mL de agua, 1,5 mL de HNO_3 , 1,5 mL de H_2SO_4 , la necesaria de solución de

KMnO₄ (6.5) hasta permanencia de coloración púrpura durante 30 minutos y la misma cantidad de solución de hidroxilamina (6.7) que a las muestras

7.3 Determinación directa

a) Parámetros instrumentales

Lámpara de cátodo hueco o de descarga sin electrodo de mercurio

Longitud de onda: 253,7 nm

Magnitud medida: concentración, altura de pico o área de pico (depende del equipo usado)

b) Realizar la curva de calibración con los estándares de 25 a 250 ng de mercurio

Agregar solución de cloruro estannoso 10% (6.8), según indique el manual del generador de vapor frío usado, y realizar la medida

c) Medir las muestras y blancos

8. CÁLCULOS Y EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

8.1 Se determina los límites de cuantificación (LC) y detección (LDM) (ambos en ng) Ver Norma técnica BII01.

8.2 Se determina el contenido en ng de mercurio en la digestión de la muestra y blanco (QM y QB) o en una dilución de los mismos a partir de la curva de calibración obtenida en 7.2

8.3 Si QM es menor a LDM informar

No detectable, Límite de detección = LDM / TM, expresado en ng/mL

Donde

TM = Toma de muestra en mL

8.4 Si QM es mayor a LDM pero menor a LC informar:

Se detecta, Hg (ng/mL) < LC / TM

Donde.

TM = Toma de muestra en mL

8.5 Si QM es mayor a LC informar el valor obtenido según:

$$\text{Hg (ng/mL)} = (\text{QM} / \text{TM} - \text{QB} / \text{TB})$$

Donde

QM= Contenido de Hg en la muestra digerida en ng

QB= Contenido de Hg en el blanco digerido en ng

TM= Toma de muestra en ml

TB= Toma de blanco en ml

DETERMINACIÓN DE NIQUEL TOTAL

Método de Espectrofotometría de Absorción Atómica por Llama

1. OBJETIVO

Esta normativa técnica se usa para determinar níquel en aguas y efluentes industriales en el rango de 0,2 a 20 mg/L*, es posible determinar mayores o menores concentraciones por dilución o concentración de la muestra respectivamente

***NOTA** Los extremos del rango de concentraciones pueden variar según el equipo utilizado

2. REFERENCIAS

2.1 Norma técnica IIB01: Determinación del límite de detección y de cuantificación en Espectrofotometría de Absorción Atómica

3. PRINCIPIO

La muestra es digerida para reducir la interferencia por materia orgánica y convertir todo el metal a una forma libre determinable por Espectrofotometría de Absorción Atómica (EAA) con llama a 232,0 nm. El contenido de níquel se determina mediante una curva de calibración.

Para muestras de agua con bajo contenido de sólidos en suspensión con una turbidez menor a 1 NTU no es necesario realizar la digestión (punto 7.1)

4. MUESTREO Y PRESERVACION

Recolectar en frasco de polietileno de alta densidad de 1L de capacidad de cierre hermetico. Ajustar a $\text{pH} < 2$ con ácido nítrico (6.1). Analizar antes de 6 meses.

5. EQUIPOS Y MATERIALES

- 5.1 Espectrofotómetro de absorción atómica con llama
- 5.2 Plancha calefactora
- 5.3 Balanza analítica de precisión 10 mg.
- 5.4 Balanza analítica de precisión 0,1 mg
- 5.5 Pipetas aforadas de 5 - 100 mL
- 5.6 Erlenmeyers de 100 - 125 mL
- 5.7 Papel de filtro libre de ceniza
- 5.8 Matraces aforados de 25 - 1000 mL

NOTA: Todo el material de vidrio utilizado deberá lavarse con detergente y agua y enjuagarse por inmersión en una solución de HNO_3 al 5% v/v durante toda la noche, o un enjuague único con una solución de HNO_3 al 20% v/v. Luego se enjuagan tres veces con agua destilada.

6. REACTIVOS

- 6.1 Ácido nítrico (HNO_3) 65 %, $d = 1,40 \text{ g/mL}$, ppa
- 6.2 HNO_3 (1+1) Diluir HNO_3 con igual volumen de agua destilada
- 6.3 Ácido clorhídrico (HCl) 37%, ppa
- 6.4 Ácido sulfúrico (H_2SO_4) 95-98 % w/V, ppa
- 6.5 Solución estándar de níquel de 1000 mg/L

Disolver 1,0000 g de níquel metálico (ppa) en el mínimo volumen de HNO_3 (1+1) (6.2). Diluir a 1 L en matraz aforado, con HNO_3 1% v/v. Almacenar en frasco de plástico. Es estable por 1 año. Pueden usarse soluciones estándar para Absorción Atómica comerciales.

6.6 Agua destilada

7. PROCEDIMIENTO

7.1 Digestión de la muestra

a) Homogeneizar la muestra. Si se dispone de una estimación del contenido total de níquel en la muestra realizar una toma con pipeta aforada tal que la solución final esté en el rango de medida. La toma mínima a realizar será de 5,00 mL, en el caso de muestras muy concentradas diluirlas luego de la digestión. En el caso de estimar un contenido de níquel menor a 0,2 mg/L, y de ser necesario, concentrar la muestra durante la digestión. Transferir la toma a un Erlenmeyer de 100 - 125 mL. Paralelamente se realiza un blanco de digestión sustituyendo la muestra por agua destilada.

NOTA: Si las características físicas de la muestra son tales que no se puede realizar una toma representativa de la misma con pipeta aforada, se realiza una toma en peso.

b) Agregar 5 mL de HNO_3 . Calentar en una plancha calefactora tal que se obtenga una ebullición leve, concentrar al menor volumen tal que no ocurra precipitación. Si es necesario agregar más ácido y seguir calentando hasta obtener una solución clara. No permitir que la solución se seque durante el calentamiento.

Puede quedar un pequeño precipitado no soluble en agua que es luego filtrado. En caso de que la digestión con HNO_3 no sea suficiente, usar mezcla de ácidos (sulfúrico y/o clorhídrico). En este caso la medida se realizará por adiciones estándar.

c) Lavar el Erlenmeyer con agua, si es necesario filtrar con papel de filtro lavando abundantemente el precipitado, y recoger el filtrado en un matraz aforado. Dejar enfriar a temperatura ambiente y llevar a volumen con agua destilada, homogeneizar.

7.2 Curva de calibración

Preparar soluciones estándar entre 0,2 y 20,0 mg/L de níquel a partir de la solución 6.5, con el agregado de HNO_3 tal que su concentración final sea del 1%.

7.3 Determinación directa

a) Parámetros instrumentales

Lámpara de cátodo hueco de níquel

Longitud de onda: 232,0 nm

Corrección de fondo: lámpara de deuterio

Combustible: acetileno

Oxidante: aire

Tipo de llama: oxidante

b) Realizar la curva de calibración con los estándares de 0,2 a 20 mg/L

c) Medir las muestras y blancos

7.4 Determinación por adiciones estándar

a) Parámetros instrumentales

Lámpara de cátodo hueco de níquel

Longitud de onda: 232,0 nm

Corrección de fondo: lámpara de deuterio

Combustible: acetileno

Oxidante: aire

Tipo de llama: oxidante

b) Realizar una medida aproximada del contenido de níquel en la muestra (x)

c) Tomar 4 alícuotas iguales de la muestra con pipeta aforada en matraces aforados: A, B, C y D. En el matraz A aforar con agua destilada. Realizar en los 3 matraces restantes adiciones de solución estándar de níquel tal que la concentración en el matraz B sea el doble que la concentración en A, en el matraz C el triple y en el D cuatro veces la concentración de A. Tener en cuenta que la suma del contenido de níquel de la muestra más la adición no supere los 20 mg/L.

8. CÁLCULOS Y EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

8.1 Se determina los límites de cuantificación (LC) y detección (LDM). Ver Norma técnica

BII01

8.2 Se determina la concentración de níquel en la digestión de la muestra y blanco (CM y CB) o en una dilución de los mismos a partir de la curva de calibración obtenida en 7.1, o a partir de la curva de adición obtenida en 7.2

8.3 Si CM es menor a LDM informar

No detectable, Límite de detección = $LDM \cdot FC$, expresado en mg/L

Donde FC es el factor de concentración de la muestra, obtenido según

$$FC = V / T$$

Donde

V = volumen del matraz aforado usado para recoger el filtrado de digestión en mL

T = toma de la muestra en mL

8.4 Si CM es mayor a LDM pero menor a LC informar

Se detecta, $Ni \text{ (mg/L)} < LC \cdot FC$

Donde FC es el factor de concentración de la muestra, obtenido como en 8.2

8.5 Si CM es mayor a LC informar el valor obtenido según:

$$Ni \text{ (mg/L)} = (CM \cdot FDM - CB \cdot FDB) \cdot FC$$

Donde

CM = concentración de Ni en la digestión de la muestra en mg/L

FDM = factor de dilución de la muestra

CB = concentración de Ni en la digestión del blanco en mg/L

FDB = factor de dilución del blanco

FC = factor de concentración de la muestra, obtenido como en 8.3