

ANEXO 4

**Procedimientos para Analizar
Metales Pesados, establecidos en el
Manual del Espectrofotómetro
HACH.**

PROCEDIMIENTOS DE LOS ANÁLISIS DE METALES (MANUAL HACH)

CROMO TOTAL

Método de Oxidación del Hipodromito alcalino

Método 8024

1. Presionar HACHA PROGRAM y 1580 y ENTER en el teclado, para seleccionar el programa de Cromo total.
2. En la pantalla aparecerá:
HACH PROGRAM: 1580 Cromo total y la longitud de onda (λ) 540 nm.
3. Llenar una celda de 25 ml con la muestra problema.
4. Añadir el reactivo en polvo Cromo 1 en la muestra y agitar hasta que se disuelva.
5. Colocar la celda con la muestra en agua hirviendo (baño maría) durante cinco minutos para que se origina la reacción y controlar el tiempo mediante el cronómetro del HACH. (START TIMER).
6. Enfriar la muestra con agua, cuidando de que esta no se contamine.
7. Añadir el reactivo en polvo Cromo 2 y agitar hasta que se disuelva.
8. Colocar el reactivo Acido en polvo y agitar.
9. Añadir el reactivo en polvo Cromo Chroma Ver 3 y agitar durante cinco minutos, para que se origine una reacción y controlar el tiempo mediante el cronómetro del equipo. (START TIMER)
10. Llenar otra celda de 25 ml con la muestra para que sea el blanco, colocarla dentro del porta celdas, cerrar el Light shield y encerrar el espectrofotómetro presionando la tecla ZERO, en la pantalla aparecerá 0,000 mg/l Cr.
11. Colocar la muestra preparada en el porta celdas, cerrar el Light shield y dejar que el equipo realice las mediciones.
12. Registrar los resultados en mg/l de cromo.

NICKEL

Método Heptoxime

Método 8037

1. Presionar la tecla HACHA PROGRAM, 2360 y ENTER en el teclado, para seleccionar el programa de Níquel.
2. En la pantalla aparecerá:
HACH PROGRAM: 2360 Níquel Heptoxime y la longitud de onda (λ) 430 nm.
3. Medir 300 ml de la muestra problema en una probeta graduada de 500 ml y poner esta cantidad en un embudo de separación.
4. Añadir el reactivo en polvo Níquel 1 en el embudo de separación y agitar hasta que se mezcle en su totalidad. Dejar reposar la solución durante cinco minutos para que se produzca una reacción y controlar el tiempo con el cronómetro del equipo (START TIMER).
5. Finalizado el tiempo, añadir el reactivo en polvo Níquel 2 en el embudo de separación, agitar hasta que se disuelva. Dejar reposar esta solución durante cinco minutos y controlar el tiempo con el cronómetro del equipo (START TIMER).
6. Añadir 10 ml de cloroformo, tapar el embudo y agitar invirtiéndolo suavemente durante treinta segundos. Destapar el embudo para dejar salir el gas.
7. Dejar que se produzca la reacción durante cinco minutos y mientras transcurre este tiempo agitar el embudo algunas veces.
8. Esperar que la solución se separe en capas. Insertar en el tubo de descarga del embudo un pedazo de algodón. Drenar la capa del fondo (cloroformo) en una celda.
9. Repetir desde el paso 8 al 11 dos veces más, añadiendo 10 ml de cloroformo en cada repetición.
10. Llenar una segunda celda con 25 ml de cloroformo (Blanco), colocarla en el porta celdas, cerrar el Light shield y presionar la tecla ZERO para encerrar el espectrofotómetro, en la pantalla aparecerá 0,00 mg/l Ni.
11. Colocar la muestras preparadas dentro del porta celdas, cerrar el light shield y dejar que el equipo realice las mediciones. Los resultados aparecerán en mg/l Ni.

CADMIO

Método Dithizone

Método 8017

1. Presionar la tecla HACH PROGRAM, 1350 y ENTER en el teclado, para seleccionar el programa de Cadmio.
2. En la pantalla aparecerá:
HACH PROGRAM: 1350 Cadmium y la longitud de onda (λ) 515 nm.
3. Llenar en una probeta graduada con 250 ml de muestra, poner esta cantidad en un embudo de separación de 500 ml.
4. Añadir un sobre de amortiguador en polvo para metales pesados. Tapar el embudo y agitarlo hasta que se disuelva.
5. Colocar 30 ml de cloroformo y un sobre de reactivo DithiVer para metales en una probeta graduada de 50 ml, tapar la probeta e invertirla algunas veces para que el reactivo se mezcle.
6. Añadir 20 ml de Hidróxido de Sodio al 50 % y 0,1g de Cianuro de Potasio en el embudo de separación, taparlo y agitarlo vigorosamente durante quince segundos hasta que la solución se mezcle.
7. Retirar la tapa y dejar que la solución repose durante un minuto, controlar el tiempo con el cronómetro del equipo (START TIMER).
8. Añadir 30 ml de la solución de DithiVer en el embudo de separación. Taparlo y agitarlo algunas veces durante un minuto controlando el tiempo con el cronómetro del equipo (START TIMER).
9. Dejar que la mezcla repose para que se produzca la reacción, la capa del fondo (cloroformo) cambiará de naranja a rosado si hay presencia de cadmio.
10. Insertar un pedazo de algodón en el tubo de desecho del embudo y drenar lentamente la capa del fondo en una celda de 25 ml.
11. Llenar otra celda de 25 ml con cloroformo (Blanco)

12. Colocar el blanco en el porta celdas, cerrar de Light shield y presionar la tecla ZERO para encerrar el espectrofotómetro. En la pantalla aparecerá 0,0 µg/l.
13. Poner la muestra preparada en el porta celdas cerrar el Light shield y esperar que el espectrofotómetro realice las mediciones. Los resultados aparecerán en µg/l.

PLOMO

MÉTODO DITHIZONE

MÉTODO 8033

1. Presionar la tecla HACHA PROGRAM, 2200 y ENTER en el teclado, para seleccionar el programa de Plomo.
2. En la pantalla aparecerá:
HACH PROGRAM: 2200 Plomo Dithizone y la longitud de onda (λ) 515 nm
3. Colocar 250 ml de muestra en una probeta graduada de 350 ml.
4. Transferir la muestra a un embudo de separación de 500 ml.
5. Añadir un sobre de amortiguador en polvo tipo citrato para metales pesados. Tapar el embudo y agitar hasta que se disuelva.
6. Colocar 50 ml de cloroformo y un sobre de reactivo DithiVer para metales en una probeta graduada, taparla y agitarla algunas veces. Poner 30 ml de esta solución en una segunda probeta graduada.
7. Colocar los 30 ml en el embudo de separación, taparlo, agitarlo y destaparlo para dejar salir el gas. Añadir 5ml de la solución estándar de Hidróxido de Sodio 5 N. Tapar y agitar el embudo algunas veces y dejar escapar el gas.
8. Continuar añadiendo unas gotas de la solución estándar de Hidróxido de Sodio 5 N y agitar el embudo después de añadir cada gota, continuar añadiendo gotas hasta que el color de la solución cambie de verde azulado a naranja. Después añadir 5 gotas más de Hidróxido de Sodio 5 N.
9. Añadir dos cucharadas de 1g de cianuro de potasio a la muestra. Tapar el embudo y agitarlo vigorosamente hasta que el cianuro se disuelva por completo. Dejar reposar

un minuto para que la solución se separe en capas. Si existe plomo la capa del fondo (cloroformo) se hará de color rosado.

10. Insertar un pedazo de algodón en el tubo de descarga del embudo. Drenar lentamente la capa del fondo (cloroformo) dentro de una celda de 25 ml y tapar la celda.
11. Llenar otra celda con cloroformo para que sea el blanco, colocarlo en el porta celdas, cerrar el Light shield y presionar la tecla ZERO para encerrarlo, en la pantalla aparecerá 0,00 $\mu\text{g/l Pb}$.
12. Una vez encerrado, colocar la muestra preparada dentro del porta celdas, cerrar el Light shield y esperar que el espectrofotómetro realice las mediciones. Los resultados aparecerán en $\mu\text{g/l Pb}$.

MANGANESO

Método PAN

Método 8149

1. Presionar la tecla HACHA PROGRAM, 2260 y ENTER en el teclado
2. En la pantalla aparecerá:
HACH PROGRAM: 2260 Manganese LR y la longitud de onda (λ) 560 nm
3. Colocar 10 ml de agua destilada en una celda (Blanco).
4. Poner 10 ml de muestra problema en otra celda.
5. Añadir un sobre de Ácido Ascórbico en polvo en cada celda y mezclar hasta que el ácido se disuelva por completo.
6. Añadir 15 gotas del reactivo Cianuro Alcalino en cada celda y agitar hasta el reactivo se mezcle.
7. Colocar 21 gotas de la solución PAN Indicadora, 0,1% en cada celda y agitar hasta que se mezcle la solución.
8. Esperar dos minutos para que se produzca la reacción, controlar este tiempo con el cronómetro del equipo (START TIMER).

9. Finalizado los dos minutos colocar el blanco en el porta celdas, cerrar el Light shield y presionar la tecla ZERO par encerar el equipo, en la pantalla aparecerá 0,000 mg/l Mn.
10. Colocar la muestra preparada dentro del porta celdas, cerrar el Light shield y esperar que el espectrofotómetro realice las mediciones. Los resultados aparecerán en mg/l Mn.

ZINC

Método Zincon

Método 8009

1. Presionar la tecla HACHA PROGRAM, 3850 y ENTER para seleccionar el programa de Zinc
2. En la pantalla aparecerá:
HACH PROGRAM: 3850 Zinc y la longitud de onda (λ) 620 nm
3. Llenar una probeta graduada con 20 ml de muestra.
4. Añadir un sobre del reactivo en polvo ZincoVer, tapar la probeta y agitarla invirtiéndola algunas veces hasta que se disuelva el polvo.
5. Colocar 10 ml de esta solución en una celda (blanco).
6. Añadir 0,5 ml de ciclohexanona al resto de la solución que se encuentra en la probeta.
7. Durante 30 segundos agitar vigorosamente e invertir la probeta para mezclar la solución, controlar el este tiempo con el cronómetro del equipo (START TIMER).
8. Dejar reposar durante 3 minutos para que se produzca la reacción, colocar la mezcla preparada en una celda, controlar el tiempo con el cronómetro del equipo (START TIMER).
9. Colocar el blanco en el porta celdas y cerrar Light shield, presionar la tecla ZERO par encerar el espectrofotómetro y en la pantalla aparecerá 0,000 mg/l Zn.
10. Colocar la muestra preparada dentro del porta celdas, cerrar el Light shield y esperar que el equipo realice las mediciones. Los resultados aparecerán en mg/l Zn.