



**Universidad Nacional Mayor de San Marcos**

**Universidad del Perú. Decana de América**  
**Facultad de Química e Ingeniería Química**  
**Escuela Profesional de Química**

**Sensibilidad y límite de detección de Pb(II), Hg(II),  
Cu(II) y Cd(II) en aguas por voltamperometría de  
redisolución anódica de onda cuadrada con  
microelectrodo de oro con área de 0.050mm<sup>2</sup> para su  
aplicación en un sistema de monitoreo continuo**

**TESIS**

Para optar el Título Profesional de Químico

**AUTOR**

Karen Emperatriz CALVO CHOCCE

**ASESOR**

Julio César SANTIAGO CONTRERAS

Lima, Perú

2017



Reconocimiento - No Comercial - Compartir Igual - Sin restricciones adicionales

<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/>

Usted puede distribuir, remezclar, retocar, y crear a partir del documento original de modo no comercial, siempre y cuando se dé crédito al autor del documento y se licencien las nuevas creaciones bajo las mismas condiciones. No se permite aplicar términos legales o medidas tecnológicas que restrinjan legalmente a otros a hacer cualquier cosa que permita esta licencia.

## Referencia bibliográfica

---

Calvo, K. (2017). *Sensibilidad y límite de detección de Pb(II), Hg(II), Cu(II) y Cd(II) en aguas por voltamperometría de redisolución anódica de onda cuadrada con microelectrodo de oro con área de 0.050mm<sup>2</sup> para su aplicación en un sistema de monitoreo continuo*. [Tesis de pregrado, Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Facultad de Química e Ingeniería Química, Escuela Profesional de Química]. Repositorio institucional Cybertesis UNMSM.

---



UNIVERSIDAD NACIONAL MAYOR DE SAN MARCOS  
(Universidad del Perú, DECANA DE AMÉRICA)

FACULTAD DE QUÍMICA E INGENIERÍA QUÍMICA

Central: 619 7000 anexos 1230 Telefax: 1209, 1218  
Ciudad Universitaria - Calle Germán Amezaga 375 - Lima 1

"Año del Buen Servicio al Ciudadano"

ESCUELA PROFESIONAL DE QUÍMICA

ACTA DE SUSTENTACIÓN DE TESIS

Los suscritos miembros del Jurado, nombrados por la Dirección de la Escuela Profesional de Química, bajo la Presidencia del MSc. HOLGER JELIMER MALDONADO GARCIA (Presidente), la Quim. ROSA LAURA LENGUA CALLE (Miembro) y el Dr. JULIO CÉSAR SANTIAGO CONTRERAS (Asesor), habiéndose revisado la TESIS, titulada "SENSIBILIDAD Y LÍMITE DE DETECCIÓN DE Pb(II), Hg(II), Cu(II) Y Cd(II), EN AGUAS POR VOLTAMPEROMETRÍA DE REDISOLUCIÓN ANÓDICA DE ONDA CUADRADA CON MICROELECTRODO DE ORO CON ÁREA DE 0.050mm<sup>2</sup> PARA SU APLICACIÓN EN UN SISTEMA DE MONITOREO CONTINUO", después de SUSTENTADA Y APROBADA la TESIS elaborada por la Bachiller en Química: CALVO CHOCCE, Karen Emperatriz; para optar el TÍTULO PROFESIONAL de QUÍMICO, acordaron calificarlo con la NOTA de:

*Dieciocho*

(LETRA)

*18*

(NÚMERO)

Ciudad Universitaria, 27 de Noviembre del 2017.

*H. J. Maldonado*  
MSc. HOLGER JELIMER MALDONADO GARCIA  
PRESIDENTE

*R. L. Calle*  
Quim. ROSA LAURA LENGUA CALLE  
MIEMBRO

*J. C. Contreras*  
Dr. JULIO CÉSAR SANTIAGO CONTRERAS  
ASESOR

*J. C. Contreras*  
Dr. JULIO CÉSAR SANTIAGO CONTRERAS  
DIRECTOR DE LA E.P. DE QUÍMICA

## RESUMEN

El objetivo de la presente investigación es determinar los parámetros de calidad analítica, tales como límites de detección, cuantificación, linealidad y sensibilidad para los metales pesados Pb(II), Cu(II), Cd(II) y Hg(II) en agua utilizando el método de voltamperometría de redisolución anódica de onda cuadrada y con microelectrodo de oro de 0,050 mm<sup>2</sup> de área activa. Se utilizó un potencióstato que controla tres electrodos (electrodos de trabajo, referencia y auxiliar) desarrollado en el marco del proyecto CONCYTEC/IPEN/UNMSM/UNI, el mismo que se encuentra en el Laboratorio de Fisicoquímica Teórica y Aplicada (FIQUITA) departamento de Fisicoquímica de la UNMSM. Para este propósito se utilizó una celda de flujo conteniendo los tres electrodos y con capacidad de 0,5 mL.

Para el cumplimiento de los objetivos, se prefijaron las condiciones de operación y de concentraciones a partir de pruebas preliminares. Las sensibilidades se obtuvieron de las pendientes de las curvas de calibración, siendo éstos 0,674; 2,208 y 1,548 para el Pb(II), Cu(II) y Hg(II), respectivamente, con estos valores se pudo establecer que el Cu(II) tiene mayor sensibilidad que Hg(II) y Pb(II). En el caso del Cd(II) factores incontrolables afectaron la linealidad y reproducibilidad de los picos.

En lo que respecta a los demás parámetros de calidad del método se obtuvieron límites de detección de 0,008; 0,010; 0,014 ppm, límites de cuantificación de 0,028; 0,034; 0,045 ppm y límites de linealidad de 0,6; 0,5; 0,6 ppm para el Pb(II), Cu(II) y Hg(II) respectivamente.

De los análisis simultáneos para los metales en estudio, se pudo concluir que el método voltamperométrico desarrollado en este trabajo es adecuado para supervisar simultáneamente Cu(II), Hg(II) y Pb(II) puesto que los potenciales de pico de cada metal están bien definidos y suficientemente separados. Sin embargo la determinación simultánea con Cd(II) no es posible, debido a que su potencial de oxidación es muy cercano al del Pb(II) y como resultado se obtiene una superposición de picos.

Complementariamente se realizaron pruebas con muestras reales, una fue tomada del Río Rímac con el cruce del Río Huaycoloro, en la cual se detectó señales de Cu(II) mas no Hg(II) ni Pb(II). Así mismo se realizó otra prueba directa con agua potable, no se obtuvieron señales definidas de los metales. En ambas pruebas la concentración de los metales estuvieron por debajo de los límites de detección del equipo, o los metales no se encuentren libres sino formando complejos.

Los resultados obtenidos en este trabajo serán considerados dentro del proyecto 199-FINCYT-IA-2013 (Desarrollo e Implementación de un Sistema de Monitoreo Remoto para Medición de la Contaminación del Agua en la Cuenca baja del Río Rímac).

## ABSTRACT

The objective of the present investigation is to determine the parameters of analytical quality, such as limits of detection, quantification, linearity and sensitivity for the heavy metals Pb (II), Cu (II), Cd (II) and Hg (II) in water using the method of voltammetry of square wave anodic redissolution and with gold microelectrode of 0.050 mm<sup>2</sup> of active area. A potentiostat was used to control three electrodes (work electrodes, reference and auxiliary electrodes) developed within the CONCYTEC / IPEN / UNMSM / UNI project, the same one found in the Theoretical and Applied Physicochemistry Laboratory (FIQUITA). Physicochemistry of the UNMSM. For this purpose, a flow cell containing the three electrodes and with a capacity of 0.5 mL was used.

To fulfill the objectives, operating conditions and concentrations are prefixed from preliminary tests. The sensitivities were obtained from the slopes of the calibration curves, being these 0,674; 2,208 and 1,548 for Pb(II), Cu(II) and Hg(II), respectively, with these values could be established that Cu(II) has higher sensitivity than Hg(II) y Pb(II). In the case of Cd(II), uncontrollable factors affected the linearity and reproducibility of the peaks.

With respect to other quality parameters of the method, detection limits of 0,008; 0,010; 0,014 ppm, a limit of quantitation of 0,028; 0,034; 0,045 ppm and linearity limit of 0,6; 0,5; 0,6 ppm were obtained for the Pb(II), Cu(II) and Hg(II) respectively.

Of the simultaneous analysis for metals under study it could be concluded that the voltammetric method developed in this work is adequate to monitor simultaneously Cu(II), Hg(II) and Pb(II) because potential peak of each metal are well defined and sufficiently separated. However simultaneous determination with Cd(II) is not possible, because its oxidation potential is very close to the Pb(II), then an overlapping peaks is obtained.

Complementarily, tests were performed with real samples, one was taken from the Rimac River with the crossing of the Huaycoloro River, in which Cu (II) signals were detected but not Hg (II) and Pb (II). Another direct test with drinking water, no definite signals of the metals were obtained. In both tests the concentration of the metals are below the detection limits of the equipment, or the metals are not found free but forming complexes.

The results obtained in this work will be considered within the FINCYT-2013-IA-199 project (Development and Implementation of a Remote Monitoring System for Measurement of Water Pollution in the lower Rimac River Basin).