



Universidad Nacional Mayor de San Marcos

Universidad del Perú. Decana de América

Facultad de Química e Ingeniería Química

Unidad de Posgrado

**Preconcentración y estudios de recuperación de
Cu(II), Pb(II) y Zn(II) con el intercambiador catiónico
PS-DVB-SO₃H y el surfactante Tritón X-114 para sus
determinaciones cuantitativas a nivel de trazas por
espectrofotometría de absorción atómica (EAAF)**

TESIS

Para optar el Grado Académico de Magíster en Química con
mención en Química Analítica

AUTOR

Marixa Josefa ZEGARRA PISCONTI

ASESOR

Mario CERONI GALLOSO

Lima, Perú

2017

RESUMEN

Existen diversas técnicas de preconcentración de metales en aguas y a pesar de los avances instrumentales, es necesario el desarrollo en esta área debido a que la legislación a nivel mundial y nacional establece estándares cada vez más exigentes.

El objetivo del presente estudio fue diseñar dos métodos de preconcentración de Cu(II), Pb(II) y Zn (II) por dos técnicas diferentes: con la resina de intercambio catiónica PS-DVB-SO₃H, sin agentes acomplejantes y con el surfactante no iónico Tritón X-114 y el análisis, en ambos casos, por absorción atómica con flama (EAAF).

La EAAF en la actualidad es un método con limitaciones a niveles de ppm, sin embargo con la ayuda de los métodos de preconcentración, muestras de bajas concentraciones pueden ser analizadas por esta técnica analítica.

Para el estudio con la resina de intercambio se estableció el tiempo óptimo de intercambio monitoreando la variación de pH contra el tiempo, estableciendo como 15 minutos el tiempo adecuado para asegurar un completo intercambio de iones. Para el estudio con el surfactante no iónico se optimizaron variables generales para los tres elementos como la solubilidad de la ditizona, el porcentaje y temperatura óptimos del surfactante, mientras que el pH fue una variable que se optimizó particularmente debido a que la estabilidad del complejo depende del pH.

Los resultados mostraron que ambas técnicas de preconcentración son una alternativa a los métodos tradicionales, con porcentajes de recuperación arriba del 85%. Se puede resaltar que con el surfactante Tritón X-114 se obtienen porcentajes de recuperación algo mejores para el cobre y plomo. En el caso del zinc los resultados son equiparables en concentraciones por

encima de 0,10 ppm con una ligera ventaja de la resina con una DRP de hasta 2.46%.

Palabras clave: preconcentración, surfactante no iónico, resina de intercambio catiónico, Tritón x-114, PS-DVB-SO₃H, espectrofotometría de absorción atómica.

SUMMARY

There are several techniques for preconcentration of metals in waters and despite the instrumental advances, development in this area is necessary because the legislation at world and national level establish increasingly demanding standards.

The objective of the present study was to design two methods of preconcentration of Cu (II), Pb (II) and Zn (II) by two different techniques: with PS-DVB-SO₃H cation exchange resin, without complexing agents and surfactant Non-ionic Triton X-114 and the analysis, in both cases, by flame atomic absorption (EAAF).

EAAF is currently a method with limitations to ppm levels, however with the help of preconcentration methods, samples of low concentrations can be analyzed by this analytical technique.

For the study with the exchange resin, the optimum exchange time was established by monitoring the variation of pH against time, establishing as 15 minutes the adequate time to ensure a complete ion exchange. For the study with the nonionic surfactant, general variables for the three elements were optimized as the dithizone solubility, the optimum percentage and temperature of the surfactant, whereas the pH was a variable that was optimized particularly since the stability of the complex depends on the pH.

The results showed that both techniques of preconcentration are an alternative to traditional methods, with recovery rates above 85%. It can be emphasized that with the Triton X-114 surfactant some better recovery rates are obtained for copper and lead. In the case of zinc the results are comparable in

concentrations above 0.10 ppm with a slight advantage of the resin with a DRP of up to 2.46%.

Key words: preconcentration, nonionic surfactant, cation exchange resin, Triton x-114, PS-DVB-SO₃H, atomic absorption spectrophotometry.