



Universidad
Zaragoza

Anexos

Análisis de arcillas, modificadas con nanopartículas de cobre, por técnicas de espectrometría atómica

Analysis of clays, modified with copper nanoparticles, by atomic spectrometry techniques

Autor

Alberto Herrero Muñoz

Director

José María Mir Marín

FACULTAD DE CIENCIAS, DEPARTAMENTO DE QUÍMICA ANALÍTICA

2017

ÍNDICE

- **Anexo 1: Estimación del rango lineal** **pág.3**
- **Anexo 2: Influencia de efectos matriz** **pág.3**
- **Anexo 3: Disolución en agua vs disolución en ácido** **pág.5**
- **Anexo 4: Disgregación** **pág.11**

Nota: Todos los valores de absorbancia indicados son la media de los resultados de 10 réplicas de la medida realizadas por el instrumento

1. Estimación del rango lineal

Función de calibrado

Pesada de patrón primario Cu (99.833%): 0.1011 g

ppm	abs	SD
0.00	0.000	0.0004
1.01	0.0620	0.0011
2.02	0.131	0.0011
3.03	0.197	0.0029
4.04	0.263	0.0037
5.05	0.322	0.0026
7.06	0.451	0.004
10.1	0.611	0.0068
15.1	0.857	0.0121

Tabla 1: Resultados de las medidas para la estimación del rango lineal

2. Influencia de efectos matriz

Calibración normal

Pesada de patrón primario Cu (99.833%): 0.1011 g

ppm	abs	SD
0.00	0.000	0.00030
1.01	0.0950	0.00070
2.02	0.191	0.0015
3.03	0.280	0.0011
4.04	0.360	0.00090
5.05	0.450	0.0028
6.05	0.550	0.0020
7.06	0.631	0.0018

Tabla 2: Medidas de la recta de calibración normal

Adición estándar muestra 675

Pesada de patrón primario Cu (99.833%): 0.1011 g

Pesada de muestra 675: 0.0427 g

ppm	abs	SD
0.00	0.212	0.0018
1.01	0.300	0.0019
2.02	0.378	0.0017
3.03	0.489	0.0018
4.04	0.572	0.0018
5.05	0.663	0.0018

Tabla 3: Resultados de la adición estándar de muestra 675

Adición estándar muestra 674

Pesada de patrón primario Cu (99.833%): 0.1011 g

Pesada de muestra 674: 0.0421 g

ppm	abs	SD
0.00	0.271	0.0015
1.01	0.359	0.0017
2.02	0.454	0.0018
3.03	0.543	0.0016
4.04	0.635	0.0015
5.05	0.726	0.0015

Tabla 4: Resultados de la adición estándar de muestra 674

Muestra	Calibración	Media	DSR medida	DSR interpolación	DSR matraz	DSR pipeta	DSR pesada	DSR total
675	Normal	2.34	0.00849	0.0287	0.001	0.0188	0.0023	0.0354
	Ad. Estándar	2.32	0.00849	0.0326	0.001	0.0188	0.0023	0.0387
674	Normal	2.98	0.00554	0.0233	0.001	0.0188	0.0024	0.0305
	Ad. Estándar	2.99	0.00554	0.00556	0.001	0.0188	0.0024	0.0205

Tabla 5: Desviaciones estándar relativas de los resultados de adición estándar y calibración normal

La DSR del matraz ha sido tenida en cuenta por duplicado para el cálculo de la DSR total, ya que se realizan 2 diluciones.

3. Disolución en agua vs disolución en ácido

Disolución en agua t=0

Pesada de patrón primario Cu (99.833%): 0.1012 g

Pesada de muestra 675: 0.0562 g

Pesada de muestra 674: 0.0582 g

ppm	abs	SD
0.000	0.000	0.0006
1.01	0.0290	0.0007
3.03	0.0850	0.0007
5.05	0.138	0.0012
7.07	0.188	0.0017
Muestra 675	0.105	0.0012
Muestra 674	0.062	0.0014

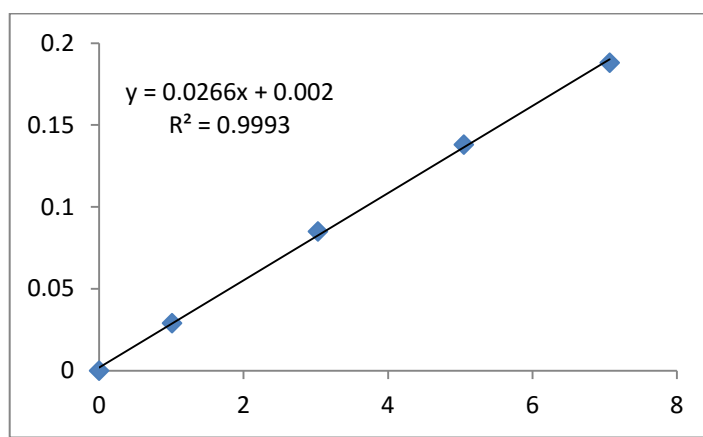


Tabla 6: Resultados disolución en agua a t=0 **Figura 1:** Recta de calibrado para disolución en agua a t=0

Muestra	Concentración (mg/g)	DSR medida	DSR interpolación	DSR matraz	DSR pipeta	DSR pesada	DSR total
675	8.61	0.0114	0.0242	0.001	0.0075	0.0018	0.0279
674	1.94	0.0226	0.0419	0.001	0.0000	0.0017	0.0476

Tabla 7: Desviaciones estándar relativas de los resultados de disolución en agua a t=0

Disolución en agua t=4

Pesada de patrón primario Cu (99.833%): 0.1012 g

Pesada de muestra 675: 0.0619 g

Pesada de muestra 674: 0.0599 g

ppm	abs	SD
0.000	0.000	0.0002
3.03	0.0850	0.0004
5.05	0.136	0.0006
7.07	0.186	0.0011
Muestra 675	0.103	0.0003
Muestra 674	0.063	0.001

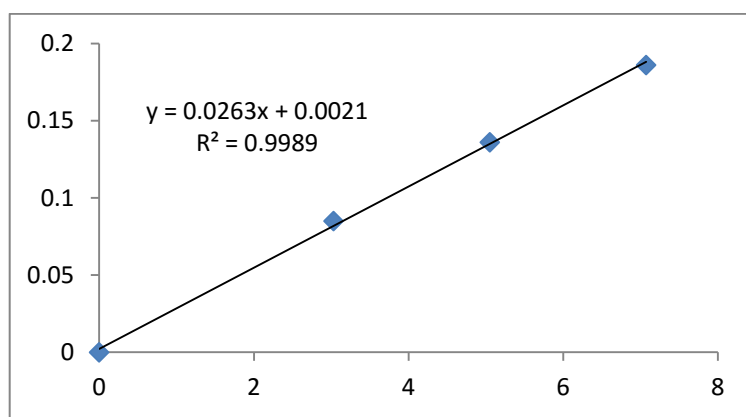


Tabla 8: Resultados disolución en agua a t=4 **Figura 2:** Recta de calibrado para disolución en agua a t=4

Muestra	Concentración (mg/g)	DSR medida	DSR interpolación	DSR matraz	DSR pipeta	DSR pesada	DSR total
675	7.75	0.00291	0.03328839	0.001	0.0075	0.0016	0.0343
674	1.93	0.0159	0.05499306	0.001	0.0000	0.0017	0.0573

Tabla 9: Desviaciones estándar relativas de los resultados de disolución en agua a t=4

Disolución en agua t=11

Pesada de patrón primario Cu (99.833%): 0.1012 g

Pesada de muestra 675: 0.0598 g

Pesada de muestra 674: 0.0617 g

ppm	abs	SD
0.000	0.000	0.0002
1.01	0.0300	0.001
2.02	0.0570	0.0005
3.03	0.0790	0.0006
4.04	0.107	0.0006
5.05	0.133	0.0005
6.06	0.157	0.0006
7.07	0.183	0.0007
Muestra 675	0.0860	0.0004
Muestra 674	0.0640	0.0009

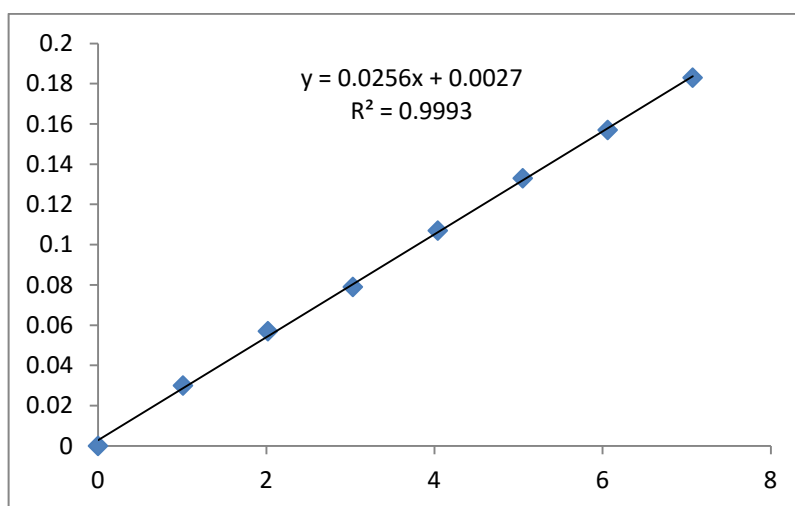


Tabla 10: Resultados disolución en agua a t=11 **Figura 3:** Recta de calibrado para disolución en agua a t=11

Muestra	Concentración (mg/g)	DSR medida	DSR interpolación	DSR matraz	DSR pipeta	DSR pesada	DSR total
675	6.80	0.00465	0.0234	0.001	0.0075	0.0017	0.0251
674	1.94	0.0141	0.0322	0.001	0.0000	0.0016	0.0352

Tabla 11: Desviaciones estándar relativas de los resultados de disolución en agua a t=11

Disolución en ácido t=0

Pesada de patrón primario Cu (99.833%): 0.1012 g

Pesada de muestra 675: 0.0705 g

Pesada de muestra 674: 0.0624 g

ppm	abs	SD
0.000	0.000	0.0002
1.01	0.0270	0.0003
3.03	0.0820	0.0003
5.05	0.138	0.0016
7.07	0.174	0.0026
Muestra 675	0.0650	0.0011
Muestra 674	0.0760	0.0006

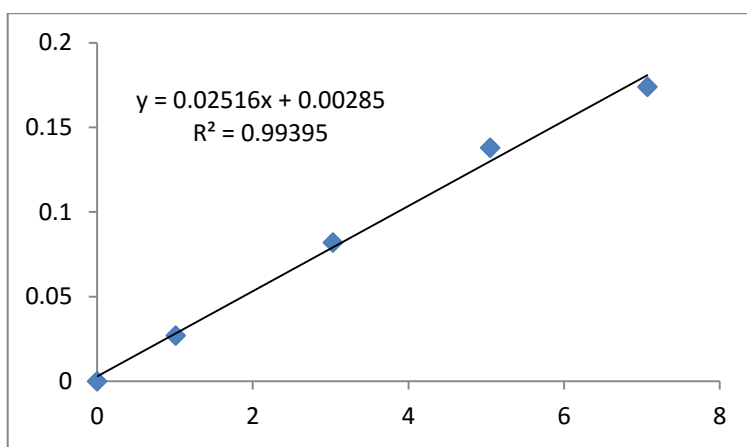


Tabla 12: Resultados disolución en ácido a t=0 **Figura 4:** Recta de calibrado para disolución en ácido a t=0

Muestra	Concentración (mg/g)	DSR medida	DSR interpolación	DSR matraz	DSR pipeta	DSR pesada	DSR total
675	21.9	0.0169	0.112	0.001	0.0188	0.0014	0.114
674	29.1	0.00789	0.0941	0.001	0.0188	0.0016	0.0963

Tabla 13: Desviaciones estándar relativas de los resultados de disolución en ácido a t=0

Disolución en ácido t=4

Pesada de patrón primario Cu (99.833%): 0.1012 g

Pesada de muestra 675: 0.0599 g

Pesada de muestra 674: 0.0620 g

La recta de calibrado usada es la misma que en el apartado anterior (t=0)

ppm	abs	SD
Muestra 675	0.0840	0.0007
Muestra 674	0.0900	0.0005

Tabla 14: Resultados disolución en ácido a t=4

Muestra	Concentración (mg/g)	DSR medida	DSR interpolación	DSR matraz	DSR pipeta	DSR pesada	DSR total
675	27.3	0.00833	0.105	0.001	0.0188	0.0017	0.107
674	34.9	0.00556	0.0791	0.001	0.0188	0.0016	0.0815

Tabla 15: Desviaciones estándar relativas de los resultados de disolución en ácido a t=4

Disolución en ácido t=11

Pesada de patrón primario Cu (99.833%): 0.1012 g

Pesada de muestra 675: 0.0581 g

Pesada de muestra 674: 0.0654 g

La recta de calibrado usada es la misma que en la disolución en agua a t=11.

ppm	abs	SD
Muestra 675	0.0700	0.0004
Muestra 674	0.0670	0.0003

Tabla 16: Resultados disolución en ácido a t=11

Muestra	Concentración (mg/g)	DSR medida	DSR interpolación	DSR matraz	DSR pipeta	DSR pesada	DSR total
675	28.3	0.00571	0.0289	0.001	0.0188	0.0017	0.0350
674	35.2	0.00448	0.0207	0.001	0.0188	0.0015	0.0284

Tabla 17: Desviaciones estándar relativas de los resultados de disolución en ácido a t=11

4. Disgregación

Calibración normal

Pesada de patrón primario Cu (99.833%): 0.1012 g

Pesada de muestra 675: 0.0498 g

Pesada de muestra 674: 0.0491 g

ppm	abs	SD
0	0	0.0003
1.01	0.0260	0.0006
3.03	0.0820	0.0005
5.05	0.133	0.001
7.07	0.180	0.0012
Muestra 675	0.0740	0.0004
Muestra 674	0.0880	0.0003

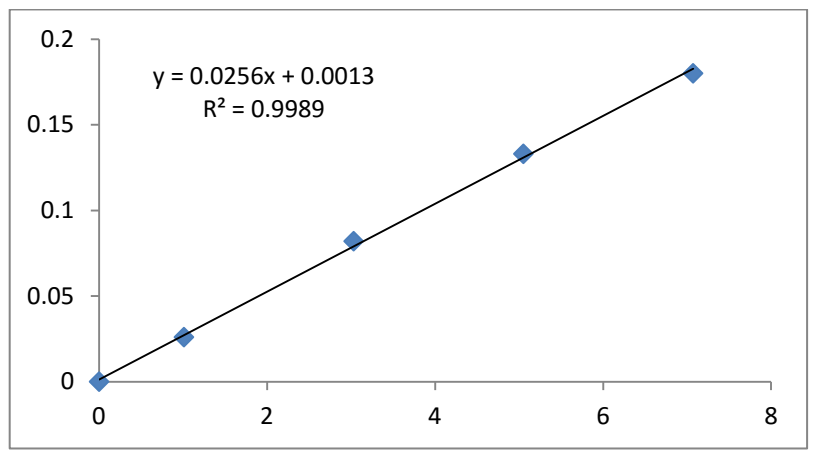


Tabla 18: Resultados de disgregación por calibración normal

Figura 5: Recta de calibración normal para disgregación

Muestra	Concentración (mg/g)	DSR medida	DSR interpolación	DSR matraz	DSR pipeta	DSR pesada	DSR total
675	28.5	0.00571	0.04064213	0.001	0.0075	0.0020	0.0418
674	34.4	0.00448	0.03401792	0.001	0.0075	0.0020	0.0352

Tabla 19: Desviaciones estándar relativas de los resultados de disgregación por calibración normal

Adición estándar 675

Pesada de patrón primario Cu (99.833%): 0.1012 g

Pesada de muestra 675: 0.0498 g

ppm	abs	SD
0.000	0.0740	0.0004
2.02	0.123	0.0002
4.04	0.175	0.0004
6.06	0.223	0.0007

Tabla 20: Resultados de disgregación de muestra 675 por adición estándar

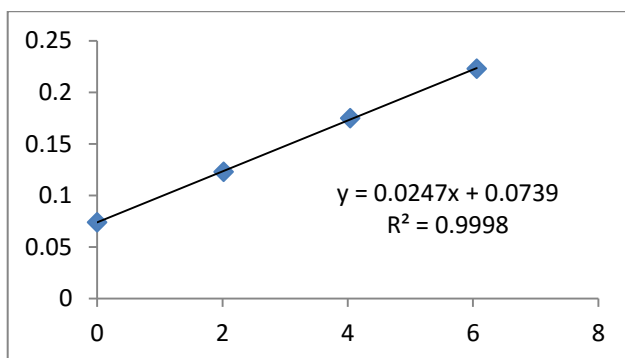


Figura 6: Recta de adición estándar para disgregación de muestra 675

Muestra	Media	DSR medida	DSR interpolación	DSR matraz	DSR pipeta	DSR pesada	DSR total
675	30.0	0.00541	0.01186322	0.001	0.0075	0.0020	0.0152

Tabla 21: Desviaciones estándar relativas de los resultados de disgregación de muestra 675 por adición estándar

Adición estándar 674

Pesada de patrón primario Cu (99.833%): 0.1012 g

Pesada de muestra 675: 0.0491 g

ppm	abs	sd
0.000	0.0880	0.0003
2.02	0.146	0.0005
4.04	0.196	0.0006
6.06	0.246	0.0005

Tabla 22: Resultados de disgregación de muestra 674 por adición estándar

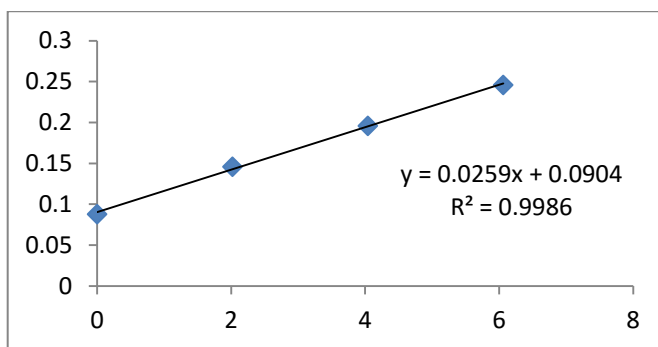


Figura 7: Recta de adición estándar para disgregación de muestra 674

Muestra	Media	DSR medida	DSR interpolación	DSR matraz	DSR pipeta	DSR pesada	DSR total
674	34.0	0.00341	0.02763195	0.001	0.0075	0.0020	0.0289

Tabla 23: Desviaciones estándar relativas de los resultados de disgregación de muestra 674 por adición estándar