



## Parámetro y tipo de muestra

Calcio en el agua oceánica por medición directa

## Introducción

El Calcio Libre en el Agua del Océano se determina por medición directa con el Electrodo Combinado de Calcio Orion en el Medidor Orion DUAL STAR™ u otro medidor Orion ISE.

Antes del análisis, las muestras de agua oceánica se diluyen para igualar la fuerza iónica de los estándares de calibración.

## Referencias

1. Guía del usuario del electrodo selectivo de iones de calcio, [www.thermoscientific.com/water](http://www.thermoscientific.com/water)
2. ASTM D1141, Práctica estándar para la preparación de agua de mar de sustitución.

## Equipamiento recomendado

Medidor Orion DUAL STAR™ (Orion 2115000) o medidor de sobremesa Orion Star Plus (Orion 1119000 o 1115000); electrodo combinado de calcio Orion (Orion 9720BNWP); agitador (096019); pipetas automáticas o de vidrio; probeta graduada de 100-mL; matraces aforados de 100-mL y 1-L; vasos de precipitados de 150-mL. Opcional: impresora (Orion 1010006); cable de interfaz RS232 para ordenador (1010053).

## Soluciones necesarias

0.1M Calcio Estándar (Orion 922006); Ajustador de Fuerza Iónica (ISA) (Orion 932011); Solución de Relleno (Orion 900061); agua desionizada. Opcional: Sustituir por Agua de Mar.

## Preparación de soluciones

1. Prepare un patrón madre de calcio de 1000 mg/L transfiriendo 250 mL del patrón de calcio 0.1 M a un matraz aforado de 1 L y diluyendo hasta la marca con agua destilada.
2. Prepare un estándar de calibración de calcio de 1 mg/L pipeteando 0,1 mL de estándar de 1000 mg/L en un matraz aforado de 100 mL y diluyendo hasta la marca con agua desionizada.
3. Prepare un estándar de calcio de 10 mg/L pipeteando 1 mL de estándar de 1000 ppm en un matraz aforado de 100 mL y diluyendo hasta la marca con agua desionizada.
4. Prepare el estándar de calcio de 100 mg/L pipeteando 10 mL del estándar de 1000 ppm en un matraz aforado de 100 mL y diluyendo hasta la marca con agua desionizada.

## Configuración del medidor

Conecte el electrodo y el agitador al medidor. Consulte la Guía del usuario del medidor para configurar la ID del electrodo en Calcio (sólo Dual Star), el modo de medición en ISE, la resolución en 3, las unidades en mg/L, el tipo de lectura en Auto\*, el autoblanqueo en ON, el registro de datos en ON y la velocidad del agitador en 4. Si se han seguido todos los pasos correctamente, la pantalla del medidor mostrará tres dígitos en la línea superior y "ISE: mg/L" a la derecha de la línea superior.

\*O utilizar lectura continua



### Configuración de electrodos

Consulte la guía del usuario del electrodo para la preparación del mismo.

### Comprobación del rendimiento del electrodo

Compruebe la pendiente al menos una vez al día según el procedimiento descrito en la guía del usuario del electrodo. La deriva puede comprobarse comparando una lectura de 1 minuto con otra de 2 minutos. Los resultados deben coincidir con los criterios deseados. Consulte la sección de resolución de problemas del manual en caso de problemas de pendiente o deriva.

### Almacenamiento, remojo y enjuague de electrodos

Para periodos cortos de tiempo (2-3 días), sumerja el electrodo en estándar de calcio con una concentración de aproximadamente  $10^{-2}$  M. Para un almacenamiento superior a 2-5 días, consulte la guía del usuario del electrodo.

### Conservación de muestras

No es necesario

### Preparación de la muestra

Para obtener mediciones precisas, deje que todos los estándares y muestras alcancen la temperatura ambiente antes del análisis. Debe añadirse ISA a todos los estándares y muestras.

Para las muestras: pipetear 2 mL de la muestra en una probeta graduada de 100 mL y llenar la probeta con agua desionizada hasta la marca de 100 mL. Transfiera la muestra preparada a un vaso de análisis de 150 mL y añada 2 mL de ISA.

Para cada estándar de calibración, transfiera 100mL de estándares al vaso de análisis y añada 2 mL de ISA.

### Calibración

Siga la Guía del Medidor para realizar una calibración de tres puntos utilizando estándares de calcio de 1mg/L, 10 mg/L y 100 mg/L. La pendiente de calibración debe estar entre 25 y 30 mV/década.

Lea una porción fresca de un estándar de nivel medio para verificar la calibración. Si la lectura no es aceptable, consulte la sección de resolución de problemas del manual del electrodo.

### Análisis

Enjuagar el electrodo y el agitador con agua desionizada y agitar el electrodo para secar el elemento sensor. Coloque el electrodo y el agitador en la muestra. Pulse las teclas de medición y agitador para iniciar la medición. El medidor mostrará la medición a medida que se estabiliza y se bloqueará y mantendrá una vez que la medición sea estable.

El medidor imprimirá el resultado y lo exportará al registro de datos. Para calcular la concentración de calcio en la muestra oceánica, multiplique la lectura del medidor por el factor de dilución, que es igual a 50.

### Control de calidad

Los procedimientos de CC recomendados incluyen: análisis del estándar de calcio y del blanco de reactivo, duplicados de muestra, muestra de CC y/o picos de matriz.



## Calcio en agua oceánica por método directo en el medidor Orion Dual Star

Muestra	ELECTRODO # 1			ELECTRODO # 2		
	Lecturas Calcio, mg/L	Resultados finales Calcio, mg/L	Recuperación	Lecturas Calcio, mg/L	Resultados finales Calcio, mg/L	Recuperación
1 mg/L	0.99		99.2%	0.99		99.1%
10 mg/L	10.0		100.0%	10.0		99.9%
100 mg/L	102		102.0%	101		101.0%
En blanco	0.13			0.12		
Agua de mar 1	7.54	377		7.67	384	
Agua de mar 2	7.60	380		7.67	384	
Agua de mar 3	7.60	380		7.74	387	
Agua de mar 4	7.54	377		7.61	381	
Agua de mar 5	7.60	380		7.67	384	
Media del agua del océano	7.58	379		7.67	384	
Agua de mar Desviación estándar			1,64 SD		2,30	2,30 SD
Agua de mar %CV			0,4% CV			0,6% CV
10 mg/L Spike	17.2		96.2%	17.3		96.3%
10 mg/L Spike Dupl.	17.7		101.2%	17.6		99.3%
QC - 1	7.85	393	94.1%	7.99	400	95.8%
QC - 2	8.10	405	97.1%	8.18	409	98.1%
QC - 3	8.18	409	98.1%	8.12	406	97.4%
QC-4	8.18	409	98.1%	8.18	409	98.1%
Media de la muestra QC		404	96.9%		406	97.3%
QC Desviación estándar			7,81 SD			4,48 SD
QC %CV			1,9% CV			1,1% CV
10 mg/L	9.76		97.6%	9.68		96.8%

Notas: 1. Como muestra de control de calidad se utilizó una muestra sustitutiva de agua de mar con una concentración de calcio de 417mg/L.

Los resultados de tres réplicas fueron reproducibles y exactos (el % de recuperación es del 96,4%).

2. Ambos electrodos demostraron una buena precisión y los resultados de ambos electrodos concuerdan bien.

