



Parámetro y tipo de muestra

Fluoruro en el agua oceánica por medición directa

Introducción

El fluoruro libre en el Agua Oceánica se determina por medición directa con el Electrodo Combinado de Fluoruro Orion en el Medidor Orion DUAL STAR™ u otro medidor Orion ISE. Para superar el efecto de la alta fuerza iónica del agua oceánica, los patrones se fabrican con agua oceánica artificial que no contiene fluoruro, para igualar el fondo de las muestras.

Referencias

1. Guía del usuario del electrodo selectivo de iones fluorados Orion, www.thermoscientific.com/water
2. ASTM D1141. Práctica estándar para la preparación de agua de mar de sustitución.
3. Método 4500-F⁻ C, Método del electrodo selectivo de iones. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. APHA, AWWA, & WEF, Washington, D.C. www.standardmethods.org

Equipamiento recomendado

Medidor Orion Dual Star (Orion 2115000) o Medidor de sobremesa Orion Star Plus (Orion 1119000 o 1115000); Electrodo selectivo de iones de fluoruro Orion (Orion 9609BNWP); Agitador (096019); pipetas automáticas o de vidrio; probeta graduada de 50 mL; matraz aforado de 100 mL; vasos de precipitados de 100 mL; Opcional: impresora (Orion 1010006); cable de interfaz RS232 para ordenador (1010053).

Soluciones necesarias

Estándar de fluoruro 100mg/L (Orion 940907); TISAB II (940909); Solución de llenado Optimum Results A (900061); Agua desionizada; Agua oceánica de sustitución (véase más abajo).

Preparación de soluciones

1. Prepare agua oceánica de sustitución sin flúor para las diluciones estándar según ASTM D1141.
2. Prepare un estándar de calibración de fluoruro de 1 mg/L pipeteando 1 mL de estándar de 100 mg/L en un matraz aforado de 100 mL y diluyendo hasta la marca con agua oceánica sustituta sin fluoruro.
3. Prepare un estándar de calibración de fluoruro de 5 mg/L pipeteando 5 mL de estándar de 100 mg/L en un matraz aforado de 100 mL y diluyendo hasta la marca con agua oceánica sustituta.
4. Prepare un estándar de calibración de fluoruro de 10 mg/L pipeteando 10 mL de estándar de 100 mg/L en un matraz aforado de 100 mL y diluyendo hasta la marca con agua oceánica sustituta.
5. Prepare agua oceánica de sustitución con flúor para las muestras de control de calidad según la norma ASTM D1141.

www.thermoscientific.com/water; 1-800-225-1480

Configuración del contador

Conecte el electrodo y el agitador al medidor. Consulte la guía del usuario del medidor para configurar la ID del electrodo en Fluoruro (F⁻) (sólo Dual Star), el modo de medición en ISE, la resolución en 3, las unidades en mg/L, Tipo de Lectura a Auto*, Autoblank a ON, Registro de Datos a ON, y Velocidad del Agitador a 4. Si todos los pasos se siguieron 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 de acuerdo con el manual 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 si hay problemas de pendiente o deriva.

Almacenamiento, remojo y enjuague de electrodos Consulte el manual del electrodo para el almacenamiento 1) entre mediciones, 2) durante la noche, y 3) durante largos periodos de tiempo. Entre mediciones, enjuague el electrodo con agua desionizada.

Conservación de muestras

Recoja las muestras de fluoruro en botellas de plástico. No es necesario conservar las muestras. Una muestra recogida es válida durante 28 días. Consulte la(s) referencia(s) y/o EPA 40 CFR Parte 136.3 para más detalles.

Preparación de la muestra

Para obtener mediciones precisas, deje que todos los estándares y las muestras alcancen la misma temperatura antes del análisis. Mida 25 mL de muestra y 25 mL de TISAB II en un vaso de precipitados de 100 mL. Debe añadirse TISAB II a todos los estándares y muestras. Si se desea, puede utilizarse una muestra de mayor tamaño siempre que se añada TISAB II en una proporción 1:1.

Calibración

Siga la guía del medidor para realizar una calibración de tres puntos utilizando estándares de fluoruro de 1mg/L, 5 mg/L y 10 mg/L. 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 measure y stirrer para encender el agitador y medir. La pantalla del medidor parpadeará estabilizándose y luego mostrará listo unavez que la medición sea estable. El medidor imprimirá el resultado y lo exportará al registro de datos. Retire el electrodo y el agitador de la muestra, enjuáguelos con agua desionizada y agite el electrodo. Coloque el electrodo y el agitador en la siguiente muestra. Al pulsar de nuevo la tecla de medición, la lectura se "desbloqueará" y leerá la nueva muestra. Pulse la tecladel agitador para reanudar la agitación.

Control de calidad

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

Resultados de las pruebas:

Fluoruro en agua de mar por método directo en el medidor Orion Dual Star

Muestra	Resultado (mg/L)	Recuperación (% R)
1 mg/L Std	1.00	100.0%
En blanco	0.00	
Agua de mar 1	1.22	
Agua de mar 2	1.22	
Agua de mar 3	1.22	
Agua de mar 4	1.23	
Agua de mar 5	1.21	
Media del agua del océano	1.22	
Desviación estándar del agua del océano		0,01 DE
Agua de mar RSD		0,6% RSD
1 mg/L Spike (1)	2.24	102.0%
1 mg/L Spike (2)	2.25	103.0%
QC 1	1.35	99.3%
QC 2	1.36	100.0%
QC 3	1.36	100.0%
QC Media	1.36	
QC Desviación estándar		0,01 DE
QC RSD		0,4% RSD
1 mg/L Std	0.98	98.0%



Nota: Como muestra de control de calidad se utilizó una muestra de agua oceánica de sustitución con una concentración de fluoruro de 1,36 mg/L.

