

PONTIFICIA UNIVERSIDAD CATÓLICA DEL ECUADOR

FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS Y NATURALES

ESCUELA DE CIENCIAS QUÍMICAS

Cuantificación de Hg en el ecosistema que rodea a ostiones provenientes de Manglares del Estuario Interior del Golfo de Guayaquil “Don Goyo” mediante voltamperometría de redisolución anódica por pulso diferencial.

Disertación previa a la obtención del título de Químico

HAROLD FERNANDO BURBANO ERAZO

Directora: Lenys Mercedes Fernández Martínez

Quito, 2021

CERTIFICACIÓN

DEDICATORIA

Esta disertación está dedicada a mis padres Fernando Burbano y Ana Erazo, pues no sería yo sin el amor, el cuidado y el apoyo incondicional de ellos y mi hermano Renato. También estoy en deuda con mi familia ampliada por ser una fuente constante de amor, preocupación y apoyo.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo nunca podría haberse completado en tan poco tiempo sin el apoyo entusiasta de algunos colegas. Mi más profundo reconocimiento y gratitud van dirigidos a mi directora, la Dr. Lenys Fernández por su apoyo y comprensión desde el principio, por revisar las primeras versiones de los manuscritos, y por mucha otra ayuda; también deseo expresar mi agradecimiento a miembros del Grupo de Electroquímica Fundamental y Aplicada de la Pontificia Universidad Católica del Ecuador, por su apoyo en este trabajo, su asistencia técnica y su ayuda en la investigación. Han dedicado generosamente su tiempo y su experiencia en la parte experimental como en la lectura de mi tesis para mejorar mi trabajo. Su orientación, confianza, estímulo, paciencia y apoyo hicieron que los últimos meses fueran fructíferos y agradables. También me gustaría expresar mi más sincero agradecimiento a varios docentes y a la Escuela de Ciencias Químicas por apoyarme a lo largo de mis estudios de pregrado.

TABLA DE CONTENIDOS

1. Resumen	6
2. Abstract	6
3. Introducción	7
Objetivos.....	10
Objetivo general	10
Objetivos específicos.....	10
4. Materiales y métodos	11
4.1 Área de estudio.....	11
4.2 Metodología de muestreo	11
4.3 Reactivos y equipos.....	11
4.4 Metodología de digestión de sedimentos.....	12
4.5 Metodología de digestión de ostiones	12
4.6 Evaluación ambiental basada en índices nacionales e internacionales	13
4.7 Metodología Electroquímica.....	13
4.8 Metodología cuantificación de Hg por HG-AAS.....	14
5. Resultados	15
5.1 Caracterización del electrodo de trabajo	15
5.1.1 Comportamiento electroquímico del electrodo de trabajo	15
5.1.2 Cuantificación de Hg en muestras reales sedimentos	19
5.1.3 Cuantificación de Hg en muestras certificadas de sedimentos	21
5.1.4 Cuantificación de hg en muestras reales de ostiones.....	22
5.2 Evaluación ambiental basada en índices nacionales e internacionales	23
5.2.1 BSFA	23
5.2.2 Factor Igeo	23
6. Discusión de resultados	24
7. Conclusiones	26
8. Recomendaciones	26
9. Referencias bibliográficas	27

LISTA DE TABLAS

Tabla 1.....	18
Tabla 2.....	20
Tabla 3.....	20
Tabla 4.....	20
Tabla 5.....	21
Tabla 6.....	21
Tabla 7.....	21
Tabla 8.....	22
Tabla 9.....	22
Tabla 10.....	22
Tabla 11.....	23

LISTA DE FIGURAS

Figura 1	16
Figura 2	16
Figura 3	17
Figura 4	18
Figura 5	19
Figura 6	32
Figura 7	33
Figura 8	35
Figura 9	36
Figura 10	38
Figura 11	39

1 RESUMEN

En el presente trabajo se mide la distribución de mercurio en carne de moluscos bivalvos como *A. tuberculosa* y *A. similis* y en los sedimentos en el estuario interior del Golfo de Guayaquil “Don Goyo”, conocido como el estuario del río Guayas. Se determinó Hg, empleando, como técnicas instrumentales, la voltamperometría de redisolución anódica de pulso diferencial (DPASV) y la generación de hidruros acoplada a la espectroscopia de absorción atómica (HG-AAS). Se obtuvo voltamperogramas para cada medición de muestra reales y certificadas, sus respectivas curvas de calibración, así como las concentraciones de mercurio. También se hace una comparación de los resultados de las dos técnicas analíticas. Sin embargo, el DPASV fue percibida como la mejor técnica para la determinación de Hg en una matriz ambiental compleja como es la carne de ostiones y el sedimento estuarino. La influencia de la fracción de grano en la composición de los sedimentos fue significativa, siendo las partículas más finas las que muestran una mayor carga de masa para este metal y aportan una contribución significativa.

Palabras clave: DPASV, HG-ASS, Digestión de muestras, Voltamperogramas, Curvas de calibración.

2 ABSTRACT

In the current work, the distribution of mercury in the flesh of bivalve molluscs such as *A. tuberculosa* and *A. similis* and in sediments in the inner estuary of the Gulf of Guayaquil "Don Goyo", known as the estuary of the Guayas River, was measured. Hg was determined using differential pulse anodic stripping voltammetry (DPASV) and hydride generation coupled to atomic absorption spectroscopy (HG-AAS) as instrumental techniques. Voltammograms were obtained for each real and certified sample measurement, their respective calibration curves, as well as mercury concentrations. A comparison of the results of the two analytical techniques is also made. However, DPASV was perceived as the best technique for the determination of Hg in a complex environmental matrix such as oyster meat and estuarine sediment. The influence of grain fraction on sediment composition was significant, with the

finest particles showing the highest mass loading for this metal and making a significant contribution.

3 INTRODUCCIÓN

La evaluación de la distribución de metales en los ecosistemas acuáticos, su identificación y gestión de riesgos e impactos asociados es crucial para la seguridad alimentaria. Los estudios sobre el tema rara vez presentan un enfoque integrado de evaluación ambiental y el riesgo para el consumidor con respecto a la presencia de metales traza tóxicos en mariscos y el medio ambiente que los rodea; en particular, estudios en países en desarrollo, donde en los últimos años se ha producido una creciente demanda de actividades agrícolas e industriales, muestran la acumulación de estos contaminantes en estos ecosistemas (De Cock 2021).

Definitivamente, la presencia de metales traza en ecosistemas acuáticos del Ecuador se vincula a fuentes antropogénicas como actividades domésticas, agrícolas, industriales y mineras. En las últimas décadas, estas actividades resultantes del desarrollo de la industrialización urbana y agrícola y la eliminación de desechos han llevado al aumento de la contaminación química en los ecosistemas costeros y marinos.

Las ostras son un tipo de bivalvos marinos que habitan la zona submareal, desde la marea más baja hasta los 23 m de profundidad. Son organismos bentónicos, utilizados como especies centinelas debido a su ciclo de vida prolongado y estilo de vida sedentario (Ruo Redda, 2019). Los bivalvos se caracterizan por su capacidad de filtrar el agua para alimentarse. Debido a este método de alimentación, estos animales absorben altas concentraciones de metales tóxicos no esenciales como cadmio, cromo, plomo y mercurio, que se bioacumulan en sus tejidos (Romero, 2020). Evaluar el contenido de metales tóxicos en estos organismos permite caracterizar los niveles de contaminación de los ecosistemas marinos, proporcionando información integrada valiosa a lo largo del tiempo.

En Ecuador, la normativa legal relacionada con los bivalvos, (Acuerdo Ministerial N°005 emitido el 2 de agosto de 2005) regula la talla mínima (4,5 cm de largo) para la extracción

y comercialización de *A. tuberculosa* y *A. similis* (Ministerio de Acuicultura y Pesca [MAP], 2005); sin embargo, el reglamento no aborda los valores umbral de ningún contaminante, incluidos los metales tóxicos.

Es importante analizar la acumulación de mercurio en carnes de ostiones y relacionarlo con el medio ambiente que lo rodea, mediante el cálculo del factor de acumulación biota-sedimento (BSAF), el índice de geoacumulación (Igeo) y los cocientes de peligro (HQ) (De Cock 2021); índices efectivos para evaluar la acumulación del contaminante en organismos vivos, brindar información sobre los peligros que pueden presentar al medio y para determinar la concentración del metal en los sedimentos y el agua que pueden ser filtrados a través de las conchas de este tipo de animal marino.

Para el desarrollo del trabajo se empleó la técnica de voltamperometría de redisolución anódica por pulso diferencial (DPASV, por sus siglas en inglés), debido a su simplicidad, velocidad, bajo costo, bajos límites de detección y, potencial de detección para una amplia selección de metales; misma que se puede utilizar para determinar todos los metales que son solubles en mercurio con formación de amalgamas o que pueden depositarse electroquímicamente sobre electrodos de carbono o metales nobles (Silveira, 1013). Es una técnica electroquímica en la que el analito de interés se galvaniza inicialmente sobre la superficie del electrodo de trabajo antes de ser retirado o "redisuelto" de esta superficie aplicando un potencial de oxidación en una serie de pulsos de potencial de amplitud creciente; esta última la señal directamente relacionada con la concentración del analito de interés. Durante la medida, la corriente se mide en función del potencial aplicado entre un electrodo de trabajo y un electrodo de referencia (Vereștiuc, 2015). La corriente se muestrea antes y después de cada pulso de potencial; tal es el caso que en los últimos años ha sido posible determinar el mercurio por esta técnica hasta una concentración de 5×10^{-14} mol L⁻¹, el límite de detección más bajo jamás reportado para un método voltamperométrico; este éxito se logró utilizando como electrolito tiocianato y tiempos de deposición relativamente cortos (Pfeifer, 2015), donde los iones de mercurio se estabilizan en la solución mediante la formación de fuertes complejos de tiocianato. Para determinar su efecto sobre la forma e intensidad de corriente adjudicada al mercurio, en este tipo de técnica se debe considerar parámetros como tiempos de exploración potenciales, tiempo de deposición,

potencial de deposición y los procedimientos de limpieza de la superficie del electrodo (Rajawat, 2014).

La DPASV es comparable a la voltamperometría de pulsos normal (VPN, por sus siglas en inglés) reportada por Tafur Salazar et al., (2016), la cual mostró muy buenos resultados en la determinación de mercurio, donde el potencial también se escanea con una serie de pulsos y, donde el límite de detección no está determinado por la relación señal/ruido, sino por el comportamiento químico del mercurio en concentraciones muy bajas. Sin embargo, se diferencia del VPN porque cada pulso de potencial es fijo, de pequeña amplitud (10 a 100 mV) y se superpone a un potencial base que cambia lentamente. La corriente se mide en dos puntos para cada pulso, el primer punto justo antes de la aplicación del pulso y el segundo al final del pulso. Estos puntos de muestreo se seleccionan para permitir que la caída de la corriente no faradaica no interfiera en la medida de interés (Kounaves, 1997).

El muestreo de sedimentos ha sido objeto de una intensa investigación para la determinación de elementos traza utilizando espectrometría de absorción atómica (AAS) acoplada a la generación de vapor frío (CV-AAS), AAS de generación de hidruros (HG-AAS), espectrometría de fluorescencia atómica con generación de hidruros (HG-AFS), espectroscopia de emisión óptica por plasma acoplado inductivamente (ICP-OES) espectrometría de masas con plasma acoplado inductivamente (ICP-MS). La AAS es una herramienta útil para estudiar la especiación y cuantificación de metales en diversas matrices (Jin, 2020), hasta ahora la más utilizada para la determinación de mercurio en sedimentos de ríos y embalses. Esta técnica acoplada a la generación de hidruros (HG) proporciona una forma elegante de separar los analitos formadores de hidruros de la matriz, así como de concentrarlos en el atomizador (Bunker, 1989). Hay que tomar en cuenta que la precisión de los métodos analíticos que implican el muestreo de lodos está estrechamente relacionada con la homogeneidad de la muestra analizada, considerado como el principal cuello de botella de esta técnica, ya que la cantidad de muestra lixiviada puede no ser representativa de la composición real de la muestra a granel (Parkinson, 2010).

La contaminación por alcantarillado, agricultura, minería ilegal, cambios en el uso del

suelo y represas hidroeléctricas son las principales presiones ambientales sobre los ecosistemas de agua dulce de la cuenca del Guayas (De Cock 2021). El propósito de la presente investigación fue cuantificar el contenido de mercurio en carne de ostión y en el sedimento que rodea a estos organismos, una de las principales zonas de cultivo de mariscos en Ecuador. El ostión es una especie de moluscos bivalvos de gran importancia económica a lo largo de la región costera del país, y el sedimento del ecosistema acuático donde habitan estos animales, son lugares importantes donde se acumula el mercurio y; el análisis integral de ambas muestras es útil como indicadores de la contaminación general del sistema acuático.

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

Evaluar por voltamperometría de redisolución anódica por pulso diferencial la detección y cuantificación de mercurio total en muestras de carne de ostiones y suelo que los rodea sobre un electrodo de fibra de carbono con la finalidad de estimar factores como acumulación biota-sedimento, el índice de geoacumulación y cocientes de peligro.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Utilizar datos de diversas fuentes bibliográficas para obtener información sobre los tipos y las cantidades de contaminantes metálicos en el ecosistema en estudio.

Determinar la eficiencia de los electrodos de fibra de carbono con respecto a la determinación de mercurio en soluciones acuosas estándar.

Estudiar las condiciones experimentales óptimas para la detección y cuantificación de mercurio mediante voltamperometría de redisolución anódica por pulso diferencial en soluciones estándar.

Estudiar las condiciones experimentales óptimas para la cuantificación de Hg en el

ecosistema en estudio mediante voltamperometría de redisolución anódica por pulso diferencial.

Determinar los factores BSAF, Igeo y HQ mediante las concentraciones de mercurio obtenidas en el ecosistema estudiado.

4 MATERIALES Y MÉTODOS

4.1 AREA DE ESTUDIO

El área de estudio se ubica en la región costera del centro-oeste de Ecuador, en el estuario interior del Golfo de Guayaquil “Don Goyo”, también conocida como el estuario del río Guayas, con número de sitio 2098, con una superficie de 15338 ha, con fecha de designación: 15-12- 2012, y sus coordenadas son: 02°24'S 79°55'W. El área de estudio fue elegida en base a la distribución de diferentes clases de ostiones y las importantes asociaciones de pesca artesanal. El Golfo de Guayaquil contiene el 81 % del sistema de manglares ecuatorianos. Las principales actividades económicas de la cuenca del río Guayas son la agricultura, la pesca y la generación de energía hidroeléctrica.

4.2 METODOLOGÍA DE MUESTREO

Se tomaron muestras de sedimento de la capa superior (0-10 cm) en los mismos lugares de cosecha de ostiones en el área de manglares intermareales. Asimismo, se tomaron muestras de sedimentos del manglar (hojarasca).

4.3 REACTIVOS Y EQUIPOS

HNO₃ 65% marca Sigma-Aldrich

H₂O₂ 30% marca Sigma-Aldrich

HClO₄ 70% marca Fisher

HCl 0,15 M

HCl 0,5 M

Solución estándar Au 100 ppm
Solución estándar Hg 1000 ppb
Horno de Microondas marca CEM
Potenciostato
Electrodo de referencia (Ag/AgCl, 3 M KCl)
Electrodo de trabajo (figura de carbono)
Contraelectro (grafito)
Celda electroquímica
Computadora

4.4 METODOLOGÍA DE DIGESTIÓN DE SEDIMENTOS

En ocho viales de digestión por microondas, tapados adecuadamente, se colocó $0,5 \pm 0,1$ gramos de muestra y 10 mL de HNO₃ concentrado; igualmente se procedió con el material certificado BCR[®] – 277R y con un blanco de HNO₃. A continuación, se colocaron los viales en el Horno de Microondas marca CEM, se escogió el método de sedimentos, con una temperatura de digestión de $180 \pm 5^{\circ}\text{C}$ y tiempo de 10 minutos. Luego finalizado el programa, se dejaron enfriar los viales y se procedió a filtrar y aforar el contenido de muestra obtenida en balones de 25 mL

4.5 METODOLOGÍA DE DIGESTIÓN DE OSTIONES

En ocho viales de digestión por microondas, tapados adecuadamente, se colocó $0,5 \pm 0,1$ gramos de muestra, 2 mL de HNO₃ concentrado, 2 mL de H₂O₂ y 2 mL HClO₄; igualmente se procedió con un blanco que se compone, a excepción de la muestra, por los tres compuestos mencionados. A continuación, se colocaron los viales en el Horno de Microondas marca CEM, se escogió el método Ostiones, con una temperatura de digestión de $210 \pm 5^{\circ}\text{C}$ y tiempo de 20 minutos. Finalizado el programa, se dejaron enfriar los viales y se filtró y aforó la muestra obtenida en balones de 25 mL.

4.6 EVALUACIÓN AMBIENTAL BASADA EN INDICES NACIONALES E

INTERNACIONALES

La BSAF (Factor de acumulación de biota-sedimento) estima la relación entre un contaminante bioacumulado en un organismo y la concentración de contaminante en el sedimento a partir de la ecuación 1:

$$BSAF = \frac{C_x}{C_s} \quad (\text{Ec. 1})$$

Donde C_x es la concentración total del metal en el ostión y C_s es la concentración del metal en el sedimento, ambos expresados en las mismas unidades (De Cock 2021).

La ecuación 2 se utilizó para calcular el factor I_{geo} (Índice de geoacumulación), con el cual se estima el grado de contaminación del sedimento:

$$I_{geo} = \text{Log}2 \frac{C_s}{1,5 * B_n} \quad (\text{Ec. 2})$$

Donde C_s es la concentración del metal en el sedimento y B_n es la concentración de fondo geoquímico del mismo metal.

4.7 METODOLOGÍA ELECTROQUÍMICA

Se utilizaron los componentes básicos de un sistema electroanalítico moderno: un potenciostato, una computadora y la celda electroquímica, un electrodo de referencia (Ag/AgCl, 3 M KCl), un electrodo de trabajo (figura de carbono) y un contraelectro (grafito). El sistema se programó para aplicar DPASV, la técnica más sensible y reproducible en la actualidad. (Rajawat, 2012). El electrodo de fibra de carbono se sumergió primero en una solución de H_2SO_4 0,1 M y se activó electroquímicamente mediante un barrido de potencial por voltamperometría cíclica de diez repeticiones consecutivas de -10 a 10V (vs. Ag/AgCl) con una velocidad de barrido de 100 mV/s. A continuación, se cambió la solución electrolítica por 5 mL de solución de estándar de oro a una concentración de 10 ppm, esto para electrodepositar sobre la fibra de carbono, nanopartículas de oro por un tiempo de 40 s y a un potencial de -0,1V (vs. Ag/AgCl).

Nuevamente, se cambió la solución por 5 mL de HCl 0,15 M como electrolito de soporte para obtener la respuesta voltamperométrica que asegure la formación de nanopartículas de oro sobre la superficie del electrodo de trabajo.

Las medidas de mercurio por DPASV se realizaron en HCl 0,30 M \pm 4 mL de muestra. El experimento se realizó por triplicado y añadiendo secuencialmente soluciones estándar de Hg (II) a una concentración de 10 ppb en mediciones con cada estándar y 5 ppb en mediciones con las muestras. Se tomó la media de los picos de corriente debidos a las soluciones de muestra y estándar (Nguyen, 20221). Para un nuevo electrodo, se repite el experimento con una nueva activación del electrodo como se ha descrito anteriormente.

Cada corrida de DPASV se compone de: un proceso de preconcentración (reducción) del Hg sobre la superficie del electrodo a un potencial constante y durante un tiempo determinado; posteriormente se procede a la redisolución del Hg (oxidación) preconcentrado previamente sobre el electrodo mediante un barrido voltamperométrico en sentido de oxidación por voltamperometría de pulso diferencial (Wu, 2015). Todas las mediciones se realizarán a temperatura ambiente. Condiciones empleadas: potencial de preconcentración de -0,8 V (vs. Ag/AgCl) durante un tiempo de preconcentración de 40 s; en la DPASV se aplicó un potencial de reposo de -0,2 V (vs. Ag/AgCl) durante un tiempo de 10 s, una altura de pulso de 50 mV (vs. Ag/AgCl), ancho de pulso de 150 ms, altura 5 mV (vs. Ag/AgCl) y un tiempo de 300 ms; los pulsos se realizaron hasta un potencial límite de 0,3 V (vs. Ag/AgCl)

4.8 METODOLOGÍA CUANTIFICACIÓN DE Hg POR HG-AAS

La técnica de generación de hidruros hace posible una eficacia de casi el 100% como técnica de introducción de muestra hasta el atomizador o en la fuente de excitación espectroscópica de un equipo de AA, ya que sólo se introducen hidruros gaseosos en el detector. Así, se eliminan las interferencias espectrales y químicas en el sistema de detección. En la presente investigación se inició midiendo un estándar de sensibilidad de Hg (II) de 1ppm; seguidamente se realizó la medición del blanco por triplicado; a continuación, se realizó las medidas de soluciones estándar de Hg (II) a concentraciones de 20, 50, 100 y 200 ppm.

Finalmente, se midió las muestras tanto para sedimentos como las de ostiones. En esta técnica, se aplica un gran volumen de muestra y es adecuada para la separación del analito de la matriz que mejora el límite de detección (Parkinson, 2010). Sin embargo, es posible que haya algunos problemas en el transporte de los hidruros generados a la fuente de excitación o la influencia de la matriz en la reacción de generación de hidruros. El uso de técnicas de digestión, y reactivos como HCl 1,5 %, KMnO_4 3%, NaBH_4 3% y una solución estándar de Hg (II) de 1 ppm, tienen un efecto crítico en la respuesta de generación de hidruros (Jin, 2020), por lo cual se utilizaron reactivos libres de metales pesados.

5 RESULTADOS

5.1 CARACTERIZACIÓN DEL ELECTRODO DE TRABAJO

5.1.1 COMPORTAMIENTO ELECTROQUÍMICO DEL ELECTRODO DE TRABAJO

La Figura 1, muestra la respuesta de un electrodo de fibra de carbono activado en medio ácido, donde se puede observar la ventana de potencial de trabajo, la cual se encuentra entre potenciales entre -0,0 y 1,5 V(vs.Ag/AgCl). El pico que se puede observar en sentido de oxidación, en el primer barrido de potencial, entre 1,30 y 1,40 V (vs. Ag/AgCl), corresponde a alguna especie electroactiva presente en la superficie de la fibra de carbono que se encuentra contaminando dicha superficie, sin embargo, desde el segundo ciclo se observa como dicha señal desaparece desde el segundo ciclo, quedando con el último ciclo la superficie electródica activada.

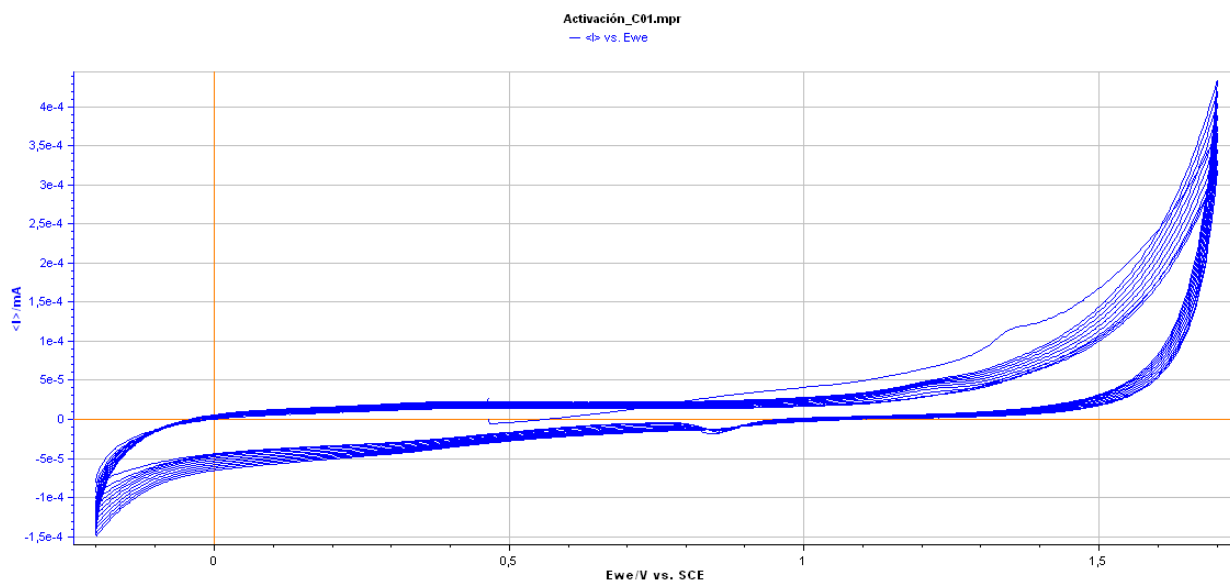


Figura 1. Voltamograma cíclico de un electrodo de fibra de carbono en solución de H_2SO_4 0,1 M, a una velocidad de barrido de 100 mV/s y diez ciclos.

La Figura 2, muestra el cronoamperograma obtenido para la electrodeposición de nanopartículas de oro sobre un electrodo de fibra de carbono.

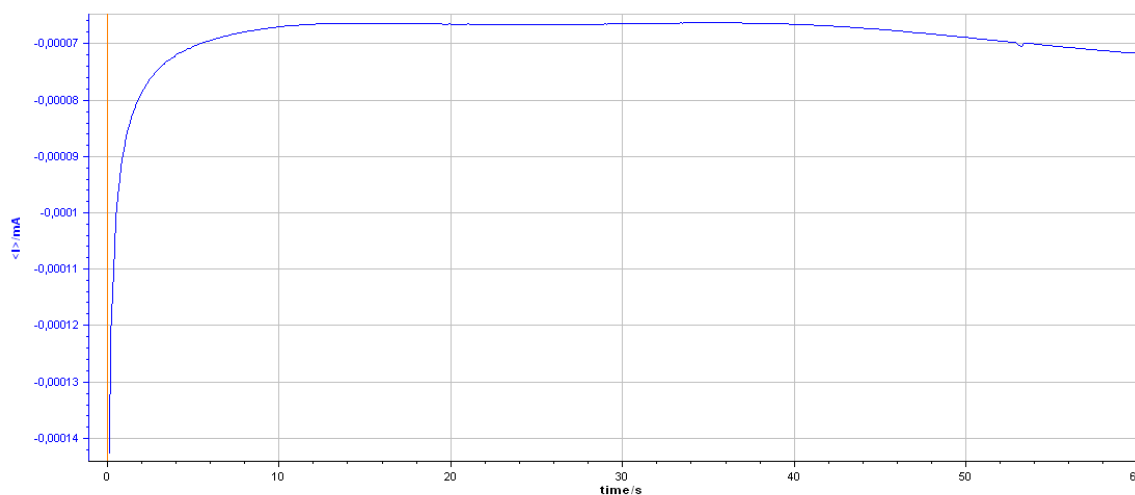


Figura 2. Cronoamperograma para la electrodeposición de nanopartículas de oro sobre un electrodo de fibra de carbono a un potencial de -0,01V (vs.Ag/AgCl).

En la Figura 3, se muestra las micrografías por microscopía electrónica de barrido de un microelectrodo de fibra de carbono modificado (b) y sin modificar (a) con nanopartículas de Au, donde se puede observar las diferencias entre estas superficies.

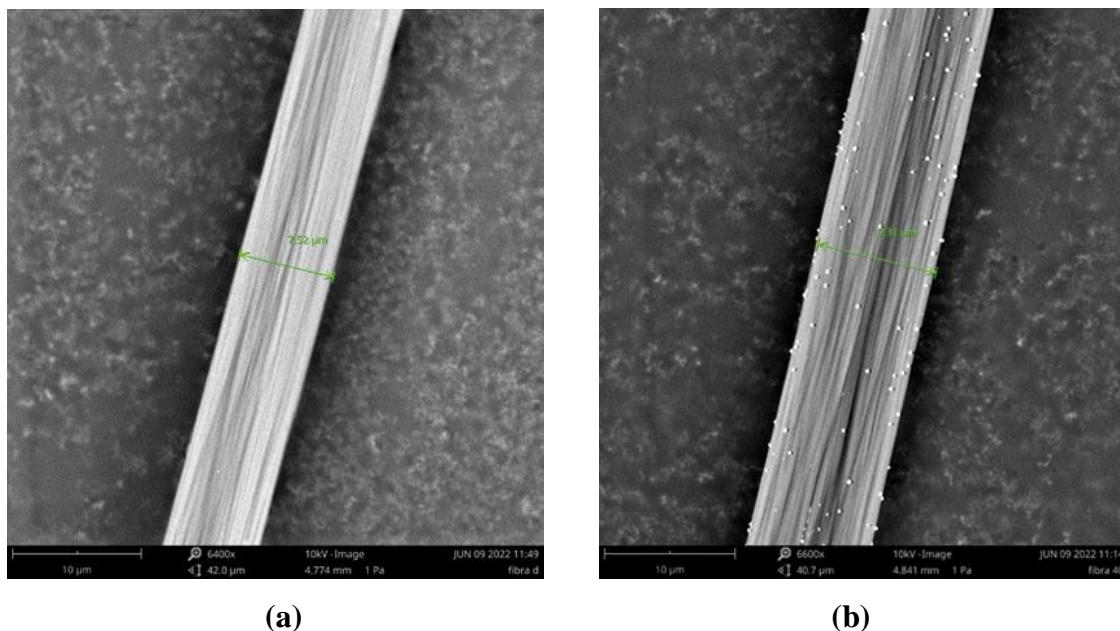


Figura 3. Micrografías por microscopía electrónica de barrido de un microelectrodo de fibra de carbono sin modificar (a) y modificado con nanopartículas de Au (b). Las micrografías fueron tomadas a 6600x de magnificación, las del lado derecho son a 77000x.

En la Figura 4, se presenta el voltamograma obtenido para la redisolución del Hg (II) de soluciones estándar, donde se puede observar la respuesta voltamperométrica eficaz del analito en la técnica a un potencial promedio de 0,1V (vs. Ag/AgCl).

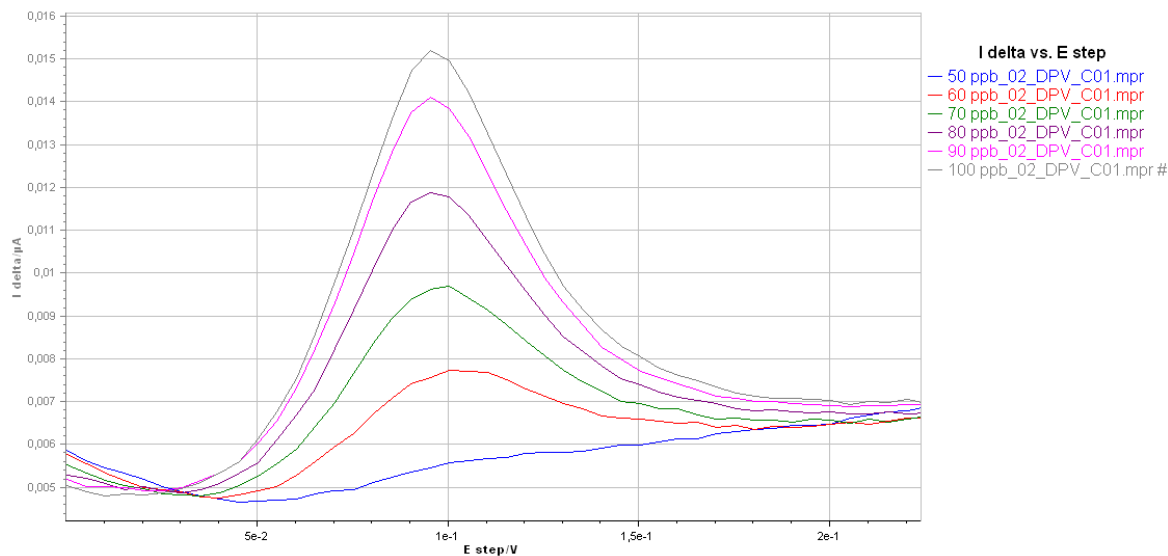


Figura 4. Voltamograma de la redisolución anódica por pulso diferencial, HCl (0,15 M), concentraciones de Hg (II) en solución: 50, 60, 70, 80, 90 y 100 $\mu\text{g/L}$. Velocidad de barrido de 17 mV/s.

La Tabla 1 muestra las señales de corriente obtenidas en las medidas realizadas con la muestra para construir la curva de calibración de adición estándar mostrada en la Figura 5.

Tabla 1. Concentración de Hg (II) en solución $\mu\text{g/L}$, I μA , desviación estándar (S), límite de detección (LD) y límite de cuantificación (LC).

Medida	#1	#2	#3
Concentración de Hg (II) en solución $\mu\text{g/L}$	I (μA)	I (μA)	I (μA)
0	0,005	0,005	0,006
50	0,005	0,005	0,007
60	0,007	0,007	0,009
70	0,009	0,010	0,011
80	0,012	0,012	0,012
90	0,014	0,015	0,015
100	0,015	0,016	0,018
Desviación estándar	0,004	0,004	0,004

LC	58,637	66,717	66,121
LD	9,307	7,669	9,379
R²	0,991	0,998	0,966

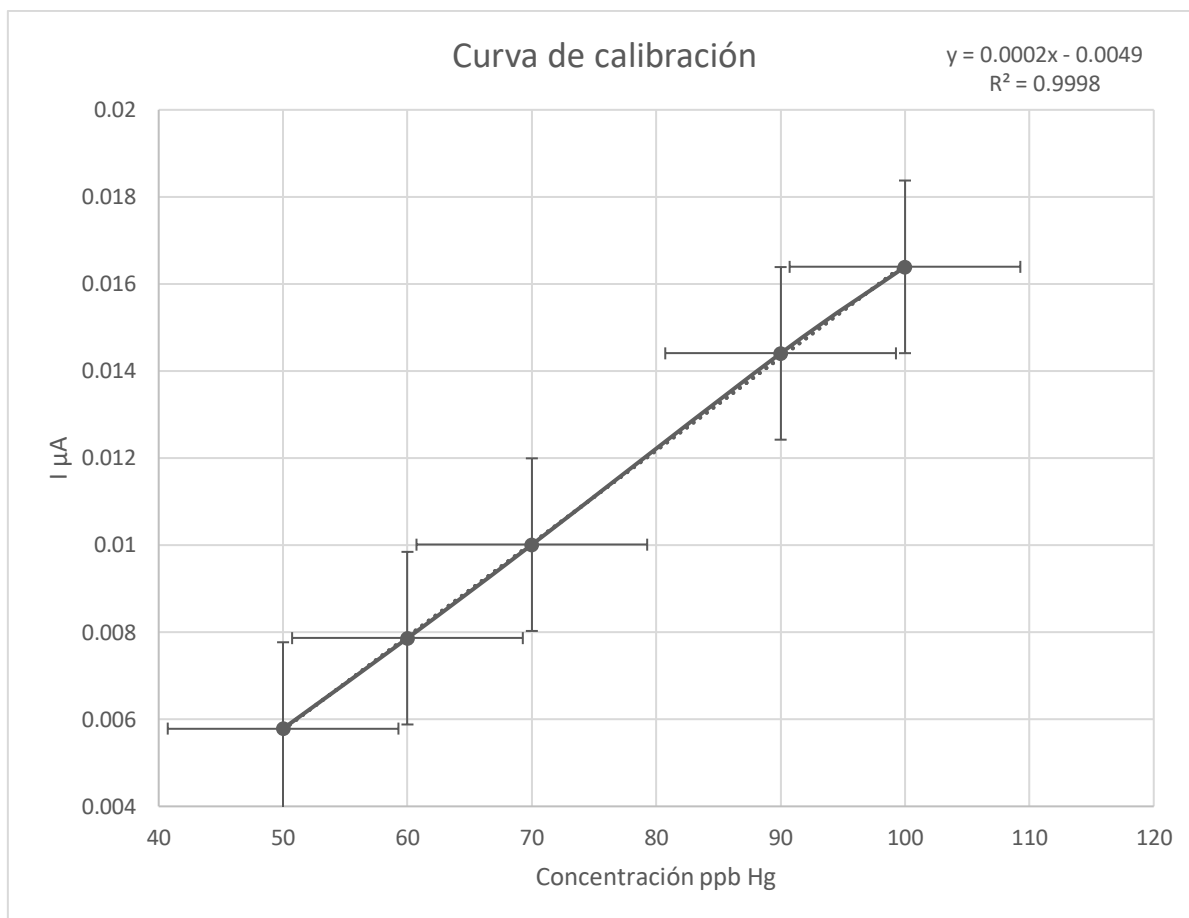


Figura 5. Curva de calibración de mediciones estándar con sus respectivas barras de error y ecuaciones.

5.1.2 CUANTIFICACIÓN DE Hg EN MUESTRAS REALES SEDIMENTOS

Las Tablas 2 y 3 muestran las señales de corriente obtenidas en las medidas realizadas con la muestra real de sedimentos, en los voltamogramas mostrados en el anexo 10.1, y utilizadas para construir la curva de calibración de adición estándar mostrada en el mismo anexo. Los resultados se presentan en las Tablas 4 y 5.

Tabla 2. Concentración de Hg (II) en solución $\mu\text{g/L}$, $\text{I } \mu\text{A}$ y desviación estándar (S).

Medida	#1
Concentración de Hg (II) en solución $\mu\text{g/L}$	I (μA)
60	0,100
65	0,106
70	0,108
75	0,115
80	0,118
90	0,120
Desviación estándar	0,014

Tabla 3. Concentración de Hg (II) en solución $\mu\text{g/L}$, $\text{I } \mu\text{A}$, y desviación estándar (S).

Medida	#2	#3
Concentración de Hg (II) en solución $\mu\text{g/L}$	I (μA)	I (μA)
10	0,017	0,014
15	0,017	0,015
20	0,017	0,016
25	0,018	0,018
30	0,018	0,019
40	0,019	0,019
Desviación estándar	0,001	0,002

Tabla 4. Parámetros de la curva de calibración obtenidos: pendiente, intercepción y coeficiente de ajuste lineal (R^2)

Curva de calibración				
Elemento	Parámetros	Medida #1	Medida #2	Medida #3
Hg	Pendiente (m)	0,0007	8×10^{-5}	0,0002
	Intercepto (b)	0,0618	0,0157	0,0125
	R^2	0,9169	0,9784	0,9322

Tabla 5. Límite de detección (LD), límite de cuantificación (LC) del método optimizado y concentración de Hg encontrada en la muestra.

Límite de detección	Límite de cuantificación	[Hg] en la muestra (mg Kg ⁻¹)
1,12	47,5	0,057

5.1.3 CUANTIFICACIÓN DE Hg EN MUESTRAS CERTIFICADAS DE SEDIMENTOS

La Tabla 6 muestra las señales de corriente obtenidas en las medidas realizadas con la muestra certificada BCR- 277R, en los voltamogramas mostrados en el anexo 10.2, y utilizadas para construir la curva de calibración de adición estándar mostrada en el mismo anexo. Los resultados se presentan en las Tabla 7 y 8.

Tabla 6. Concentración de Hg (II) en solución µg/L, I µA y desviación estándar (S).

Medida	#1	#2	#3
Concentración de Hg (II) en solución µg/L	I (µA)	I (µA)	I (µA)
10	0,016	0,012	0,011
15	0,016	0,013	0,012
20	0,016	0,013	0,013
25	0,017	0,014	0,014
30	0,017	0,014	0,014
40	0,017	0,015	0,014
Desviación estándar	0,001	0,001	0,001

Tabla 7. Parámetros de la curva de calibración obtenidos: pendiente, intercepción y coeficiente de ajuste lineal (R²)

Curva de calibración				
Elemento	Parámetros	Medida #1	Medida #2	Medida #3
Hg	Pendiente (m)	5x10 ⁻⁵	0,0001	0,0001

Intercepto (b)	0,015	0,0113	0,0103
R ²	0,9903	0,9163	0,9126

Tabla 8. Límite de detección (LD), límite de cuantificación (LC) del método optimizado y concentración de Hg encontrada en la muestra.

Límite de detección	Límite de cuantificación	[Hg] en la muestra (mg Kg ⁻¹)
0,86	46,16	0,071

5.1.4 MEDICIONES DE MUESTRAS REALES DE OSTIONES

La tabla 9 muestra las señales de corriente obtenidas en las medidas realizadas con la muestra real de ostiones, en los voltamogramas mostrados en el anexo 10.3, y utilizadas para construir la curva de calibración de adición estándar mostrada en el mismo anexo. Los resultados se presentan en la Tabla 10 y 11.

Tabla 9. Concentración de Hg (II) en solución µg/L, I µA y desviación estándar (S).

Medida	#1	#2	#3
Concentración de Hg (II) en solución µg/L	I (µA)	I (µA)	I (µA)
10	0,017	0,006	0,012
15	0,017	0,007	0,012
20	0,018	0,007	0,012
25	0,018	0,008	0,012
30	0,018	0,008	0,012
40	0,018	0,008	0,013
Desviación estándar	0,000	0,001	0,001

Tabla 10. Parámetros de la curva de calibración obtenidos: pendiente, intercepción y coeficiente de ajuste lineal (R²)

Curva de calibración				
Elemento	Parámetros	Medida #1	Medida #2	Medida #3
Hg	Pendiente (m)	3×10^{-5}	6×10^{-5}	5×10^{-5}
	Intercepto (b)	0,0169	0,0059	0,0109
	R ²	0,948	0,9689	0,9751

Tabla 11. Límite de detección (LD), límite de cuantificación (LC) del método optimizado y concentración de Hg encontrada en la muestra.

Límite de detección	Límite de cuantificación	[Hg] en la muestra (mg Kg ⁻¹)
0,50	33,92	0,09

5.2 EVALUACIÓN AMBIENTAL BASADA EN INDICES NACIONALES E INTERNACIONALES

5.2.1 BSFA

$$BSAF = \frac{C_x}{C_s}$$

$$BSAF = \frac{0,09}{0,057}$$

$$BSAF = 1,6 \frac{mg}{L}$$

5.2.2 FACTOR IGEO

$$Igeo = \text{Log}_2 \frac{C_s}{1,5 * Bn}$$

$$Igeo = \text{Log}_2 \frac{0,057}{1,5 * 2,56}$$

$$I_{geo} = -1,57$$

6 DISCUSIÓN

El límite de detección más bajo para el método se obtuvo sobre el electrodo de fibra de carbono modificado con nanopartículas de oro (Au). Tabla 1. El uso de nanopartículas de Au como modificadoras superficiales del electrodo de trabajo, fue esencial para una mejora de la sensibilidad y disminuir el LD, logrando la detección de concentración en $\mu\text{g/L}$ de muestras reales y certificada. Algunas de estas ventajas asociadas a este resultado: una mejor transferencia de electrones entre el electrodo y el analito electroactivo, el poder electrocatalítico de las nanopartículas de Au en la electrodeposición del Hg (II) y su posterior redisolución de la superficie del electrodo, lo que hace que se tenga como la principal virtud de la técnica utilizada buena exactitud, excelente precisión ($< 1\%$), sensibilidad y amplio rango dinámico. En el caso especial de la voltamperometría de redisolución anódica, los límites de detección suelen ser inferiores a la cantidad de señal debido a la contaminación de la muestra. Por ejemplo, el mayor inconveniente de las nanopartículas metálicas es su mayor reactividad en comparación con el material macroscópico (Locatelli, 1999). Esto puede ser una desventaja para una aplicación específica. Por otro lado, siempre que las condiciones de deposición garanticen la formación de menos de una monocapa, se obtiene un único pico para la oxidación del mercurio como se muestra en la Figura 4, y además los picos de corriente resultantes, I , son proporcionales a la concentración del metal en la solución de la muestra, siendo la posición del pico de potencial, E_p , específica para el mercurio. No obstante, con más de un ion metálico en la muestra, la señal de puede complicarse a veces por la formación de compuestos intermetálicos (Maity, 2016). Esto puede desplazar o distorsionar los picos de extracción del Hg, pero puede evitarse a menudo ajustando el tiempo de deposición o cambiando el potencial de deposición, los cuales en la presente investigación fueron 0,3 segundos y 0,3V (Figura 6).

Los sedimentos son matrices con una gama muy amplia de composiciones, por lo que las muestras obtenidas luego de la digestión ácida pueden contener concentraciones de elementos que interfieren en la determinación de mercurio por DPASV. La interferencia más

grave puede provenir del hierro, que suele estar presente en los sedimentos en concentraciones de varios órdenes de magnitud superiores a las de otros metales (Sottery, 1987), sin embargo, no se encontró variabilidad en las señales de corriente y potencial que diera indicio de que la medida estuviera afectada fuertemente por interferentes en el medio analizado. Se encontró que, las muestras de sedimentos (Tabla 5), y de ostiones (Tabla 11), contienen una concentración de mercurio cercana a los valores establecidos en la literatura, ya que para sedimentos se encuentran entre 1,77 mg/Kg, y para ostiones entre 0,057 mg/Kg. Mientras que el resultado para la muestra certificada (Tabla 8), indica un valor inferior a 0,128 mg Kg⁻¹, el cual se establece en la literatura para el material de referencia certificado BCR- 277R, además el error relativo es de 45%. Resultados que no parece estar afectado por algún contenido de Fe en las muestras. El alto contenido de Hg se asocia a que fueron extraídas del estuario del río Guayas, el cual presenta varias actividades económicas en sus alrededores como la agricultura, la pesca y la generación de energía hidroeléctrica que pueden estar contaminando al ecosistema marino con este metal.

En consecuencia, los valores de BSAF no son < 1 (De Cock, 2021), lo que indica que se produce una bioacumulación de los contaminantes en los ostiones. En términos generales, la concentración de Hg en los tejidos blandos de los ostiones, ya que parecen tener una alta tendencia a la bioacumulación de este metal, como se evidencia en este estudio de la BSAF. También, el índice Igeo indica que el grado de contaminación de los sedimentos es < 0, lo que sugiere que los sedimentos del estuario no están altamente contaminados por metales traza. No obstante, para una investigación más exhaustiva en el futuro y la aplicación de los resultados, son esenciales más sitios de muestreo y muestras (especialmente muestras de ostiones) para verificar los modelos derivados de este estudio.

Teniendo en cuenta tanto los parámetros analíticos como los técnicos, muestra que las mediciones voltamperométricas son ligeramente más precisas y exactas, ya que mediante HG-AAS no se pueden observar buenos resultados en todos los casos. Pues los valores de las mediciones de muestras reales y certificadas se encuentran por debajo del estándar para realizar una curva de calibración. Así, la voltamperometría de redisolución anódica de pulso diferencial es mejor que la generación de hidruros acoplada a la espectroscopia de absorción atómica, porque permite realizar determinaciones simultáneas, no requiere la adición de modificadores

de la matriz y por su puesto es menos costosa.

7 CONCLUSIONES

Se logró una adecuada optimización del electrodo de fibra de carbono y se comprobó su eficacia al realizar las mediciones electroquímicas.

En cuanto a la cuantificación de Hg en las muestras de sedimentos y ostiones, la mayor carga de contaminación se asocia a las partículas finas, ricas en metales pesados adsorbidos, transportadas por el río Guayas y depositadas frente a su desembocadura en el Golfo. Sin embargo, es interesante comparar las concentraciones medidas en el Golfo de Guayaquil con los valores típicos encontrados en la literatura para el mismo tipo de muestras extraídas en ecosistemas considerados "contaminados", las concentraciones de mercurio medidas en los estratos superficiales son típicas de zonas costeras ecuatorianas contaminadas o ligeramente contaminadas ya que se encuentra entre 30-300 mg Kg⁻¹, ya que las muestras certificadas exhiben gradientes de mercurio en los sedimentos atribuidos a la perturbación antropogénica, adicionalmente se pudo comparar con los valores de la literatura porque se conoció la velocidad de sedimentación, la tendencia de contaminación con el tiempo del ecosistema estudiado y como era de esperar, la carga de contaminación es mayor en los sedimentos muestreados en el Golfo de Guayaquil que el valor de las muestras certificadas. Los datos obtenidos por las dos técnicas muestran una buena concordancia y demuestran que el procedimiento de digestión de la muestra es adecuado tanto para las mediciones voltamétricas como para las espectroscópicas.

Finalmente, al realizar la evaluación de contaminación con índices nacionales e internacionales se observa una mayor contaminación, es decir las fuentes antropogénicas como actividades domésticas, agrícolas, industriales y mineras han aumentado considerablemente los últimos años.

8 RECOMENDACIONES

En la continuación de esta investigación se espera identificar la distribución espacial y

las diferencias en las concentraciones, realizar una evaluación ambiental basada en índices nacionales e internacionales y realizar una evaluación del riesgo de ingesta para la salud del consumidor.

Se necesitan estudios más específicos para analizar en profundidad la influencia de la distribución y bioacumulación de mercurio en ostiones y sedimentos. Considerando el permanente desarrollo industrial y todo lo que esto conlleva en la zona de estudio, es de suma importancia implementar monitoreos periódicos en los diferentes componentes ambientales para controlar y prevenir cualquier modificación en el ambiente, así como sus efectos biológicos asociados.

9 REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Bunker, V. W., & Clayton, B. E. (1989). Research review: studies in the nutrition of elderly people with particular reference to essential trace elements. *Age and Ageing*, 18(6), 422-429. <https://academic.oup.com/ageing/article-abstract/18/6/422/28147?login=false>
2. Dang, V., Yen, H., Phong, P., Duy, P., & Ha, T. (2019). Simultaneous determination of arsenic and mercury in water at trace levels by differential pulse anodic stripping voltammetry using a simple gold disk electrode. *Vietnam Journal of Chemistry*, 57(3), 339-342. <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1002/vjch.201900035>
3. De Cock, A., De Troyer, N., Eurie, M. A. F., Garcia Arevalo, I., Van Echelpoel, W., Jacxsens, L., ... & Goethals, P. L. (2021). From Mangrove to Fork: Metal Presence in the Guayas Estuary (Ecuador) and Commercial Mangrove Crabs. *Foods*, 10(8), 1880.
4. Grotti, M., Rivaro, P., & Frache, R. (2001). *Determination of butyltin compounds by high-performance liquid chromatography-hydride generation-electrothermal atomization atomic absorption spectrometry. Journal of Analytical Atomic*

Spectrometry, 16(3), 270–274.
<https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2001/ja/b008197n/unauth>

5. Jin, M., Yuan, H., Liu, B., Peng, J., Xu, L., & Yang, D. (2020). Review of the distribution and detection methods of heavy metals in the environment. *Analytical Methods*, 12(48), 5747-5766.
<https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2020/ay/d0ay01577f/unauth>
6. Kounaves, S. P. (1997). Voltammetric techniques. *Handbook of instrumental techniques for analytical chemistry*, 709-726.
https://www.brown.edu/Departments/Engineering/Courses/En123/Lectures/potent_iostat.pdf
7. Locatelli, C., Astara, A., Vasca, E., & Campanella, V. (1999). Voltammetric and spectroscopic determination of toxic metals in sediments and sea water of Salerno Gulf. *Environmental monitoring and assessment*, 58(1), 23-37.
<https://link.springer.com/article/10.1023/A:1006078927576>
8. Maity, S., Sahu, S. K., & Pandit, G. G. (2016). Determination of heavy metals and their distribution in different size fractionated sediment samples using different analytical techniques. *Soil and Sediment Contamination: An International Journal*, 25(3), 332-345.
https://scholar.google.com/ec/scholar?start=10&q=determination+of+mercury+by+dpsv+in+sediments&hl=es&as_sdt=0,5&as_vis=1
9. Nguyen, T., Luu, H., Vu, L., Ta, T., & Le, G. (2021). Determination of total mercury in solid samples by anodic stripping voltammetry. *Journal of Chemistry*, 2021.
<https://www.hindawi.com/journals/jchem/2021/8888879/>
10. Parkinson, D. R., & Dust, J. M. (2010). Overview of the current status of sediment chemical analysis: trends in analytical techniques. *Environmental Reviews*, 18(NA), 37-59. <https://cdnsiencepub.com/doi/abs/10.1139/a09-015>

11. Pérez-Uresta, N., Bolaños-Mendez, D., Montero-Jiménez, M., Fernández, L., Debut, A., & Espinoza-Montero, P. Cuantificación electroquímica de mercurio (II) en medio acuoso sobre un microelectrodo de fibra de carbono modificado con nanopartículas de oro. (2020). *infoANALÍTICA*, 9(2), 49-66. <http://repositorio.puce.edu.ec/bitstream/handle/22000/18513/PAPER%20TESIS%20-%20FINAL.pdf?sequence=1&isAllowed=y>
12. Pfeifer, R., Martinhon, P., Sousa, C., Moreira, J. C., do Nascimento, M. A. C., & Berek, J. (2015). Differential pulse voltammetric determination of 4-nitrophenol using a glassy carbon electrode: comparative study between cathodic and anodic quantification. *Int. J. Electrochem. Sci*, 10(9), 7261-7274. https://www.researchgate.net/profile/Marco-Nascimento/publication/284246350_Differential_pulse_voltammetric_determination_of_4-nitrophenol_using_a_glassy_carbon_electrode_Comparative_study_between_cathodic_and_anodic_quantification/links/57a4d6a608ae455e853ac6b2/Differential-pulse-voltammetric-determination-of-4-nitrophenol-using-a-glassy-carbon-electrode-Comparative-study-between-cathodic-and-anodic-quantification.pdf
13. Rajawat, D. S., Srivastava, S., & Satsangee, S. P. (2012). Electrochemical determination of mercury at trace levels using eichhornia crassipes modified carbon paste electrode. *Int. J. Electrochem. Sci*, 7(11), 11456-11469. https://www.researchgate.net/profile/Soami-Satsangee/publication/233836312_Electrochemical_Determination_of_Mercury_at_Trace_Levels_Using_Eichhornia_Crassipes_Modified_Carbon_Paste_Electrode/links/00463531c8568e3c81000000/Electrochemical-Determination-of-Mercury-at-Trace-Levels-Using-Eichhornia-Crassipes-Modified-Carbon-Paste-Electrode.pdf
14. Rajawat, D. S., Kumar, N., & Satsangee, S. P. (2014). Trace determination of cadmium in water using anodic stripping voltammetry at a carbon paste electrode

- modified with coconut shell powder. *Journal of Analytical Science and Technology*, 5(1), 1-8. <https://jast-journal.springeropen.com/articles/10.1186/s40543-014-0019-0>
15. Romero, D., Yáñez, G., Dazzini Langdon, M., Simbaña, K., Rebolledo Monsalve, E., Durán Cobo, G., & Navarrete, H. (2020). An Overview of Cadmium, Chromium, and Lead Content in Bivalves Consumed by the Community of Santa Rosa Island (Ecuador) and Its Health Risk Assessment. *Frontiers in Environmental Science*, 8, 134. <https://www.frontiersin.org/articles/10.3389/fenvs.2020.00134/full>
16. Ruo Redda, A., Abollino, O., Malandrino, M., Squadrone, S., Abete, M. C., Berto, S., ... & Giacomino, A. (2019). A portable setup for the voltammetric determination of total mercury in fish with solid and nanostructured gold electrodes. *Molecules*, 24(10), 1910. <https://www.mdpi.com/1420-3049/24/10/1910>
17. Saryati, S. (2010). Differential pulse anodic stripping voltammetry for determination of some heavy metals in uranium. *Indonesian Journal of Chemistry*, 9(2), 243-246. <https://jurnal.ugm.ac.id/ijc/article/view/21537>
18. Silveira, T. A., Araujo, D. F. D., Marchini, L. C., Moreti, A. C., & Olinda, R. A. (2013). Detection of metals by differential pulse anodic stripping voltammetry (DPASV) in pollen collected from a fragment of the atlantic forest in Piracicaba/SP. *Ecotoxicology and Environmental Contamination*, 8(2), 31-36. <https://ecotoxbrasil.org.br/upload/5362e7b082d69c0de34866b347f3b9db-005-ec-4041-31-36.pdf>
19. Sottery, J. P., & Anderson, C. W. (1987). Short-pulse rapid-scan stripping voltammetry at a thin mercury film carbon fiber electrode. *Analytical Chemistry*, 59(1), 140-144. <https://pubs.acs.org/doi/pdf/10.1021/ac00128a029>

20. Tafur Salazar, J. L. (2016). *Determinación de metales pesados Cd (II), Pb (II) y Hg (II) mediante voltametría de redisolución anódica en aguas residuales mineras (Distrito minero Portovelo-Zaruma)* (Master's thesis, Quito, 2016.)
<https://bibdigital.epn.edu.ec/bitstream/15000/16442/1/CD-7153.pdf>
21. Vereștiuc, P. C., Tucaliuc, O. M., Breabăn, I. G., Crețescu, I., & Nemțoi, G. (2015). Differential pulse anodic stripping voltammetry for mercury determination. *Acta Chemica Iasi*. Recuperado el 27-09-2021.
<file:///C:/Users/USER/Downloads/differential-pulse-anodic-stripping-voltammetry-for-mercury-determination.pdf>
22. Wu, S., Huang, X., Wu, Y., Luo, L., Jin, Y., & Li, Q. (2015). Differential pulse anodic stripping voltammetry detection of cadmium with Nafion-graphene modified bismuth film electrode. *Int. J. Electrochem. Sci*, 10, 8255-8262.
<http://www.electrochemsci.org/papers/vol10/101008255.pdf>

10 ANEXOS

10.1 CUANTIFICACIÓN DE Hg EN MUESTRAS REALES DE SEDIMENTOS

Para la primera repetición se diluyó 1 mL de muestra en 10 mL de agua destilada, seguidamente se tomó 2,5 mL que se adicionaron en 2,5 mL de HCl 0,30 M y esta solución funcionó como electrolito de soporte. Mientras que para la repetición 2 y 3 se tomó 1 mL de muestra y se diluyó en 25 mL de agua destilada. Posteriormente se tomó 1 mL y se adiciono a 4 mL de HCl 0,30 M.

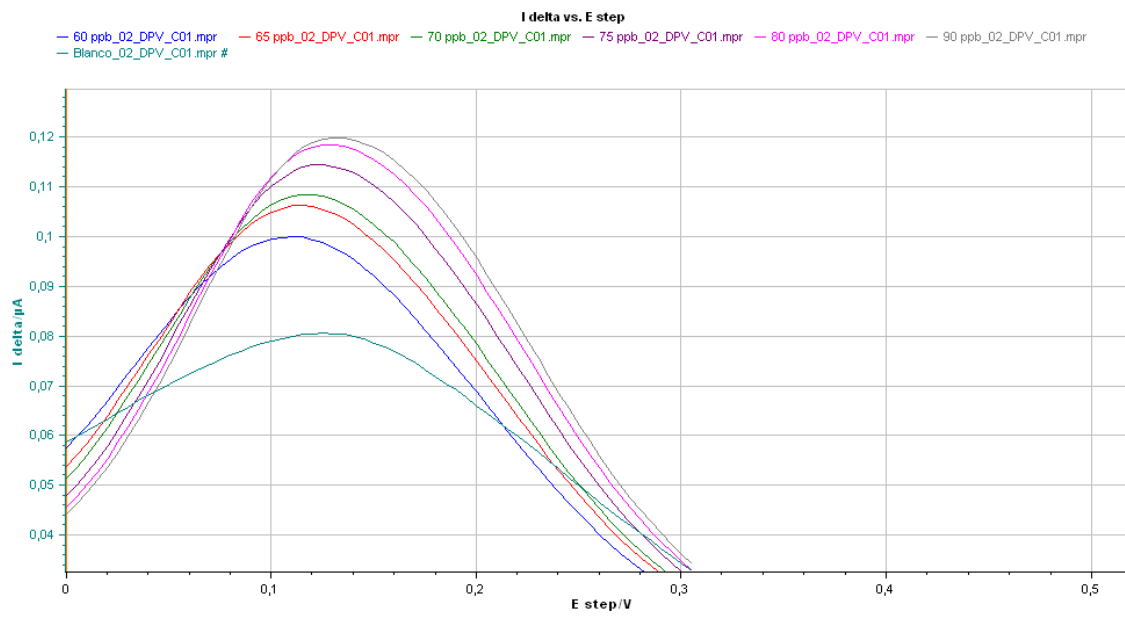


Figura 6. Voltamograma de la redisolución anódica por pulso diferencial, HCl (0,30 M), concentraciones de Hg (II) en solución: 60, 65, 70, 75, 80 y 90 µg/L. Velocidad de barrido de 16,667 mV/s.

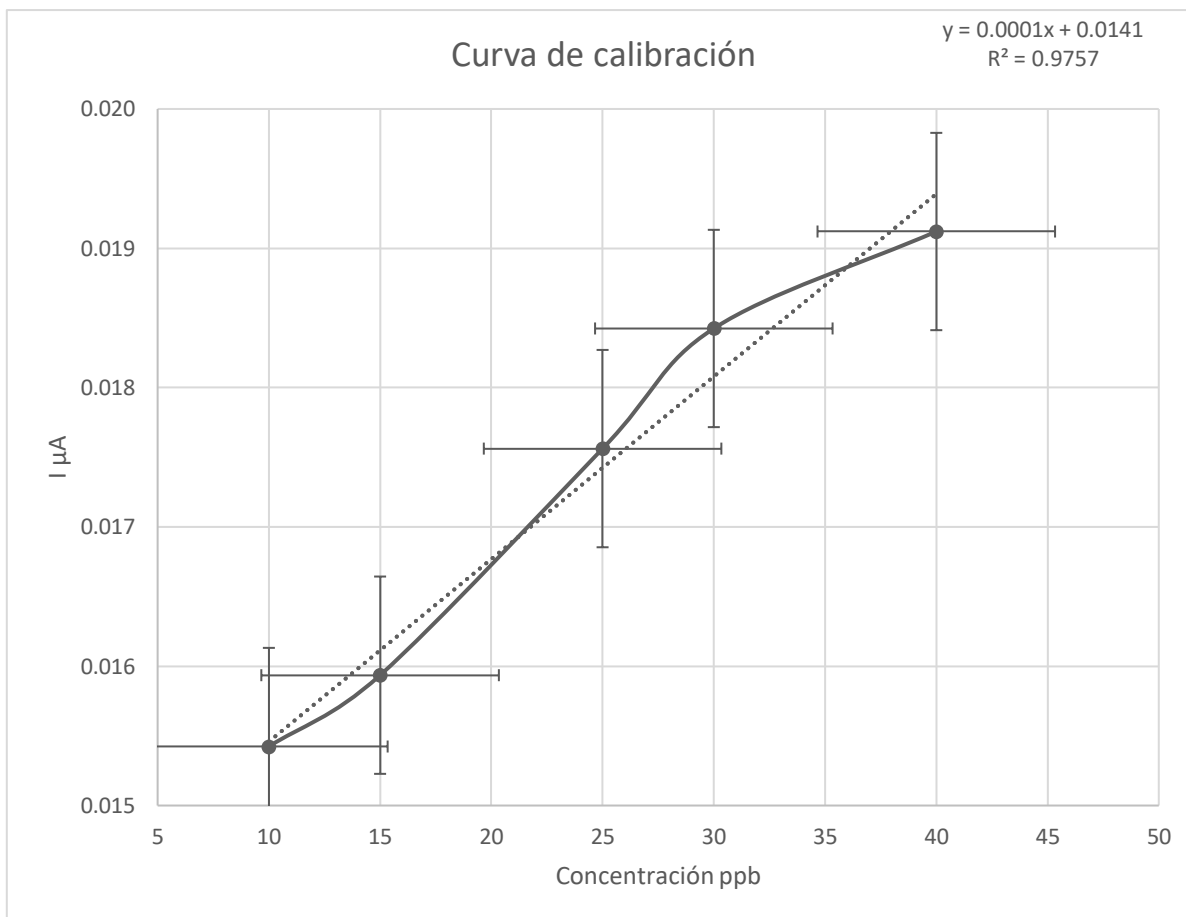


Figura 7. Curvas de calibración de muestras reales, con sus respectivas barras de error y ecuaciones.

Concentración de muestras reales de sedimentos:

$$Cx = \frac{b}{m} * \frac{V_T}{V_x}$$

$$Cx = \frac{0,0141}{0,0001} * \frac{5 \text{ mL}}{1 \text{ mL}}$$

$$Cx = 705 \text{ ppb} = C_1$$

$$C_1 V_1 = C_2 V_2$$

$$705 \text{ ppb} * 1 \text{ mL} = C_2 \text{ 25 mL}$$

$$C_2 = 28,2 \text{ ppb } (\mu\text{g/L})$$

$$28,2 \text{ ppb} \rightarrow 25 \text{ mL}$$

$$1,14 \text{ ppb} \leftarrow 1 \text{ mL}$$

$$1,14 \frac{\mu\text{g}}{\text{L}} * \frac{1 \times 10^{-6} \text{ g}}{1 \mu\text{g}} = 1,14 \times 10^{-6} \frac{\text{g}}{\text{L}}$$

$$\frac{1,14 \times 10^{-6} \frac{\text{g}}{\text{L}}}{200,59 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} = 5,68 \times 10^{-9} \text{ M}$$

$$5,68 \times 10^{-9} \text{ M} * 0,025 = 1,42 \times 10^{-10} \text{ moles}$$

$$1,42 \times 10^{-10} \text{ moles} * 200,59 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 2,84 \times 10^{-8} \text{ g}$$

$$\frac{2,84 \times 10^{-8} \text{ g}}{5 \times 10^{-4} \text{ Kg}} = 5,7 \times 10^{-5} \frac{\text{g}}{\text{Kg}}$$

$$5,7 \times 10^{-5} \frac{\text{g}}{\text{Kg}} * \frac{1000 \text{ mg}}{1 \text{ g}} = 0,057 \frac{\text{mg}}{\text{Kg}}$$

10.2 CUANTIFICACIÓN DE Hg EN MUESTRAS CERTIFICADAS DE SEDIMENTOS

Para las tres repeticiones se diluyó 1 mL de muestra en 25 mL de agua destilada, seguidamente se tomó 1 mL que se adicionó en 4 mL de HCl 0,30 M y esta solución funcionó como electrolito de soporte.

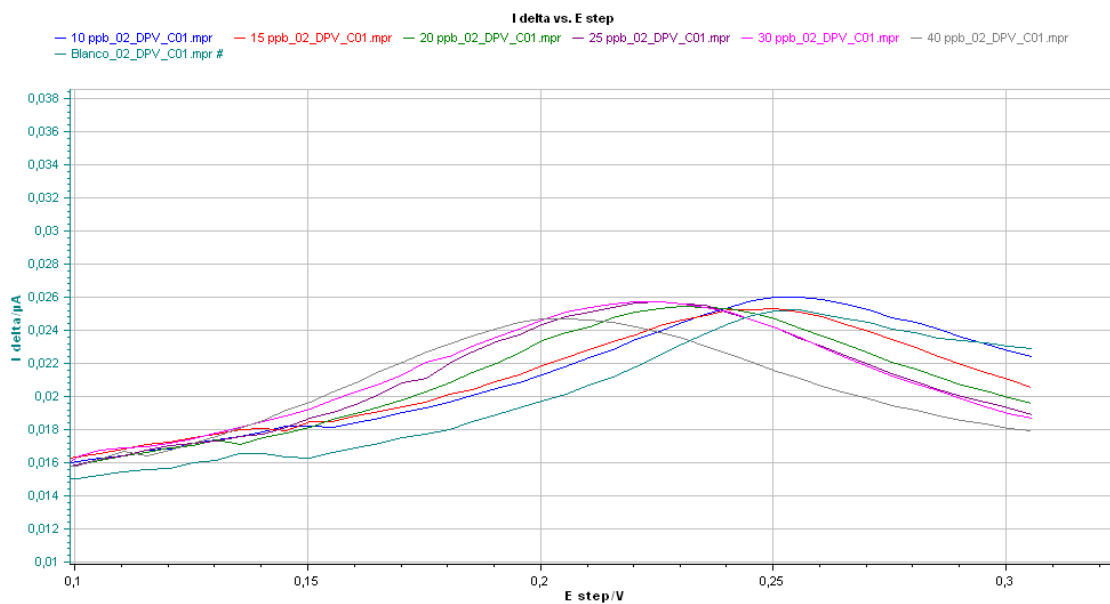


Figura 8. Voltamograma de la redisolución anódica por pulso diferencial, HCl (0,30 M), concentraciones de Hg (II) en solución: 10, 15, 20, 25, 30 y 40 $\mu\text{g/L}$. Velocidad de barrido de 16,667 mV/s.

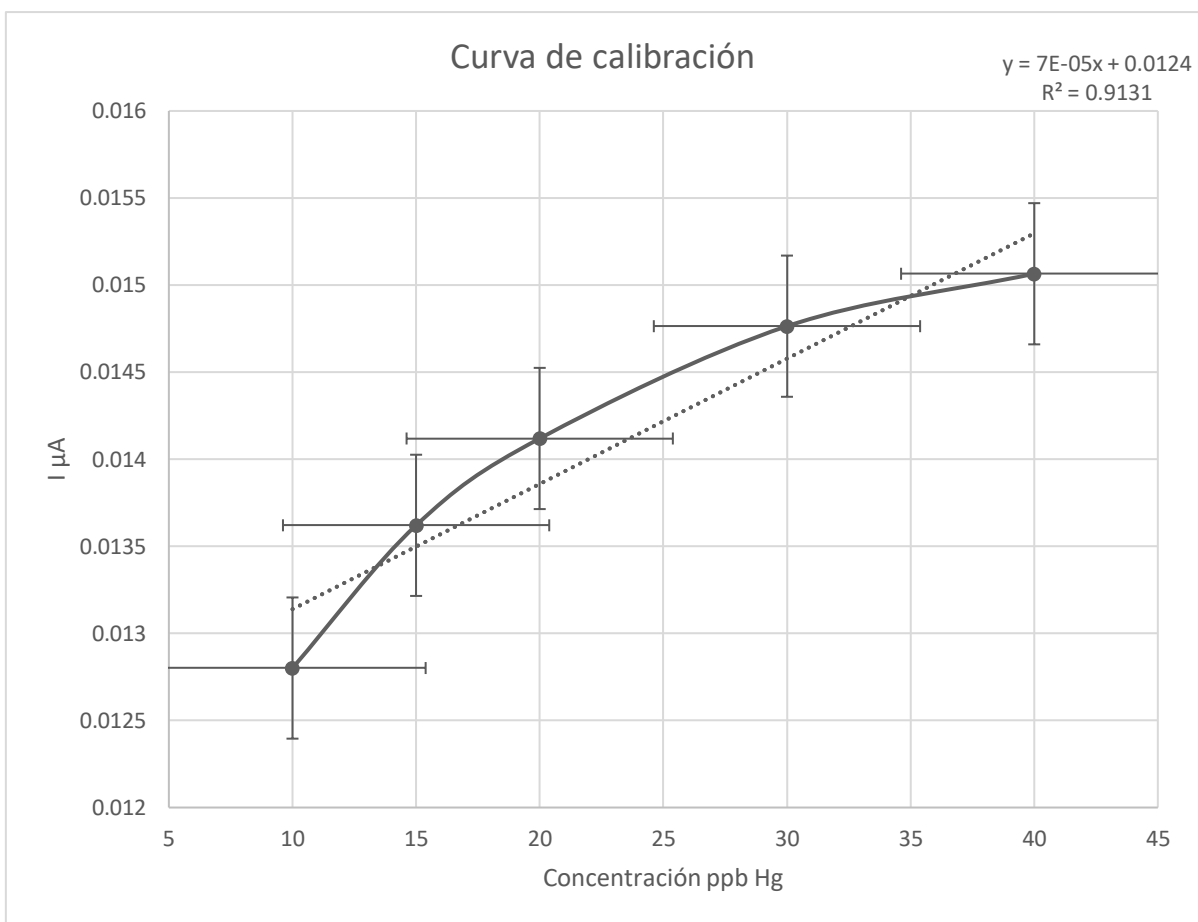


Figura 9. Curvas de calibración de muestras reales, con sus respectivas barras de error y ecuaciones.

Concentración de muestras reales de sedimentos:

$$Cx = \frac{b}{m} * \frac{V_T}{V_x}$$

$$Cx = \frac{0,0124}{7 \times 10^{-5}} * \frac{5 \text{ mL}}{1 \text{ mL}}$$

$$Cx = 885,71 \text{ ppb} = C_1$$

$$C_1 V_1 = C_2 V_2$$

$$885,71 \text{ ppb} * 1 \text{ mL} = C_2 \text{ 25 mL}$$

$$C_2 = 35,42 \text{ ppb } (\mu\text{g/L})$$

$$35,42 \text{ ppb} \rightarrow 25 \text{ mL}$$

$$1,42 \text{ ppb} \leftarrow 1 \text{ mL}$$

$$1,42 \frac{\mu\text{g}}{\text{L}} * \frac{1 \times 10^{-6} \text{ g}}{1 \mu\text{g}} = 1,42 \times 10^{-6} \frac{\text{g}}{\text{L}}$$

$$\frac{1,42 \times 10^{-6} \frac{\text{g}}{\text{L}}}{200,59 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} = 7,08 \times 10^{-9} \text{ M}$$

$$7,08 \times 10^{-9} \text{ M} * 0,025 = 1,77 \times 10^{-10} \text{ moles}$$

$$1,77 \times 10^{-10} \text{ moles} * 200,59 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 3,55 \times 10^{-8} \text{ g}$$

$$\frac{3,55 \times 10^{-8} \text{ g}}{5 \times 10^{-4} \text{ Kg}} = 7,1 \times 10^{-5} \frac{\text{g}}{\text{Kg}}$$

$$7,1 \times 10^{-5} \frac{\text{g}}{\text{Kg}} * \frac{1000 \text{ mg}}{1 \text{ g}} = 0,071 \frac{\text{mg}}{\text{Kg}}$$

10.3 CUANTIFICACIÓN DE Hg EN MUESTRAS REALES DE OSTIONES

Para las tres repeticiones se diluyó 1 mL de muestra en 25 mL de agua destilada, seguidamente se tomó 1 mL que se adicionó en 4 mL de HCl 0,30 M y esta solución funcionó como electrolito de soporte.

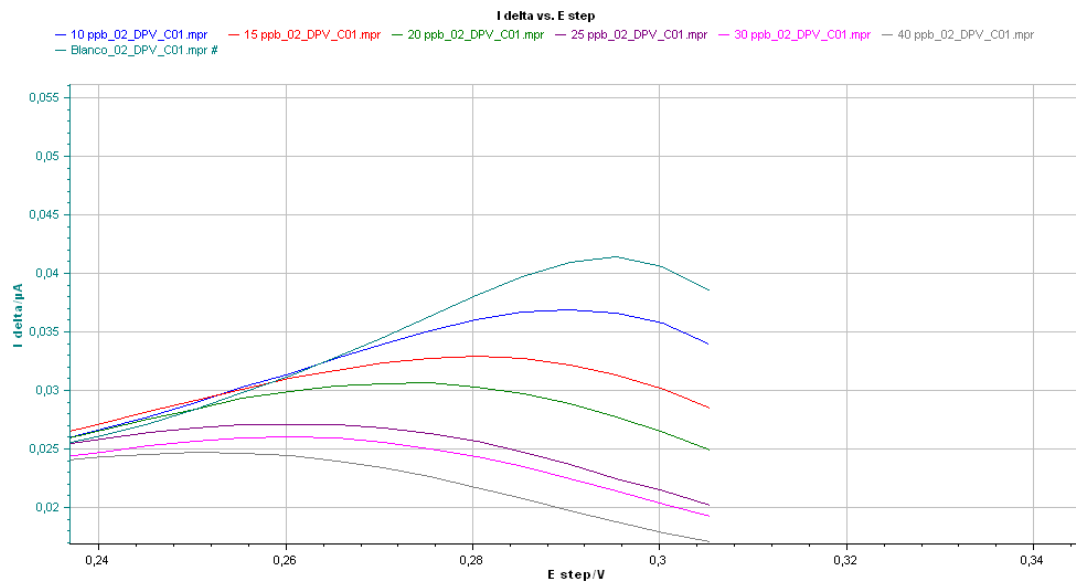


Figura 10. Voltamograma de la redisolución anódica por pulso diferencial, HCl (0,30 M), concentraciones de Hg (II) en solución: 10, 15, 20, 25, 30 y 40 µg/L. Velocidad de barrido de 16,667 mV/s.

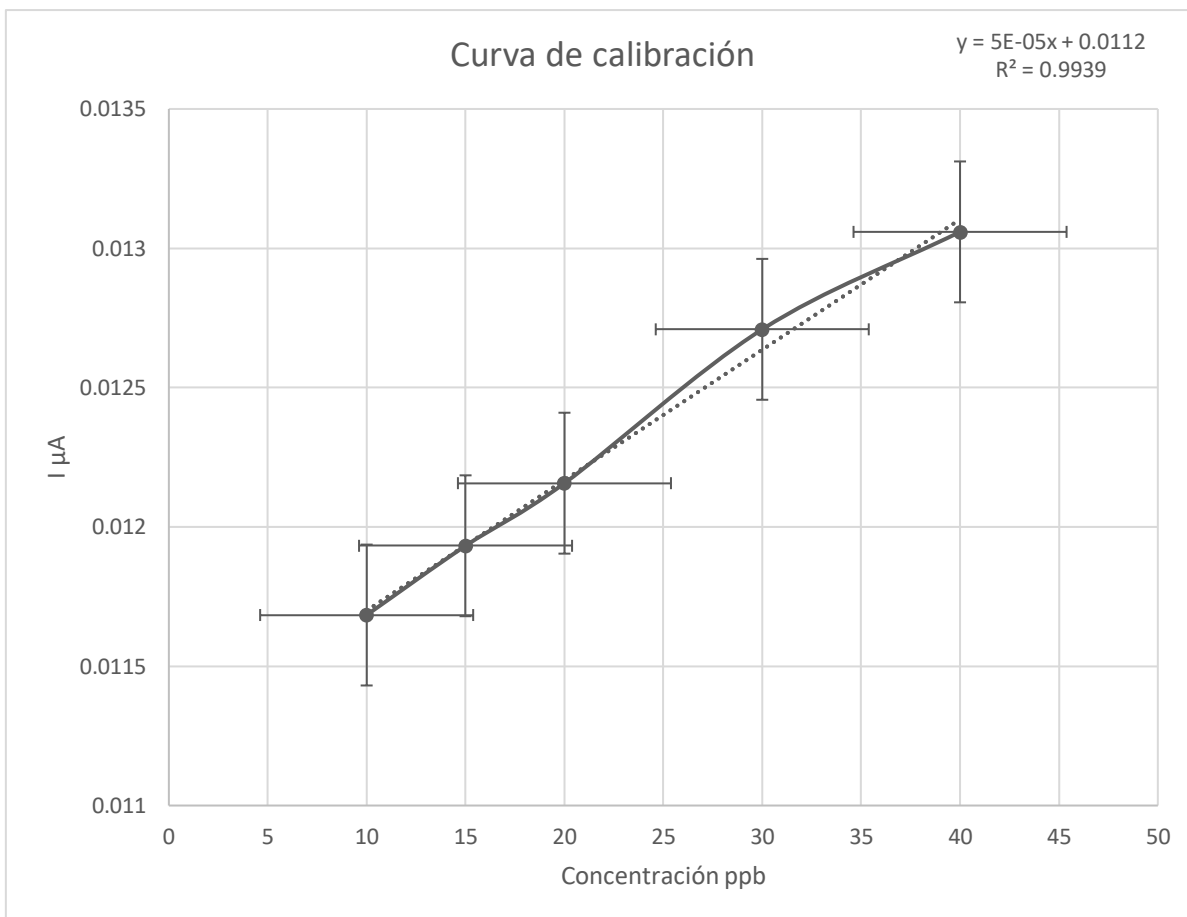


Figura 11. Curvas de calibración de muestras reales, con sus respectivas barras de error y ecuaciones.

Concentración de muestras reales de ostiones:

$$Cx = \frac{b}{m} * \frac{V_T}{V_x}$$

$$Cx = \frac{0,0112}{5 \times 10^{-5}} * \frac{5 \text{ mL}}{1 \text{ mL}}$$

$$Cx = 1120 \text{ ppb} = C_1$$

$$C_1 V_1 = C_2 V_2$$

$$1120 \text{ ppb} * 1 \text{ mL} = C_2 \text{ 25 mL}$$

$$C_2 = 44,8 \text{ ppb } (\mu\text{g/L})$$

$$44,8 \text{ ppb} \rightarrow 25 \text{ mL}$$

$$1,8 \text{ ppb} \leftarrow 1 \text{ mL}$$

$$1,8 \frac{\mu\text{g}}{\text{L}} * \frac{1 \times 10^{-6} \text{ g}}{1 \mu\text{g}} = 1,8 \times 10^{-6} \frac{\text{g}}{\text{L}}$$

$$\frac{1,8 \times 10^{-6} \frac{\text{g}}{\text{L}}}{200,59 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} = 8,97 \times 10^{-9} \text{ M}$$

$$8,97 \times 10^{-9} \text{ M} * 0,025 = 2,24 \times 10^{-10} \text{ moles}$$

$$2,24 \times 10^{-10} \text{ moles} * 200,59 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 4,5 \times 10^{-8} \text{ g}$$

$$\frac{4,5 \times 10^{-8} \text{ g}}{5 \times 10^{-4} \text{ Kg}} = 9 \times 10^{-5} \frac{\text{g}}{\text{Kg}}$$

$$9 \times 10^{-5} \frac{\text{g}}{\text{Kg}} * \frac{1000 \text{ mg}}{1 \text{ g}} = 0,09 \frac{\text{mg}}{\text{Kg}}$$