

Estudio de diferentes medios de extracción para la determinación selectiva de cromo(VI) y cromo(III) en suelo y efluentes sólidos

Valiente, L.; Romero Ale, E.; Piccinna, M.; Iribarren, L.

Centro de Investigación y Desarrollo en Química y Petroquímica (CEQUIPE)

Es ampliamente conocido que las especies Cr(VI) y Cr(III) tienen diferente biodisponibilidad y toxicidad en los seres humanos, y es por esta razón que se requiere un estricto control de sus contenidos.

Mientras que el Cr(III) es esencial para el ser humano puesto que participa en el metabolismo de la glucosa, están bien documentados los efectos nocivos del Cr(VI) que es un potente agente carcinógeno para el tracto respiratorio. Ambas especies pueden coexistir en aguas naturales, efluentes y suelos dependiendo del pH del medio y de sus características redox.

Muchos efluentes son tratados en el sitio para disminuir su toxicidad, por ejemplo, el Cr(VI) es reducido y el cromo contenido en el efluente presenta entonces el comportamiento químico correspondiente al Cr(III).

Muchos países actualmente regulan las cantidades de metales en barros residuales los cuales pueden ser dispuestos en suelos.

Con el objeto de desarrollar una metodología analítica confiable y con la sensibilidad apropiada se analizaron en este trabajo diferentes clases de muestras. Una de ellas es un efluente sólido proveniente de una empresa automotriz. Las otras son: una tierra y un efluente sólido, que provienen del tratamiento de la madera, en el cual se emplea un producto que contiene Cr(VI), As(V) y Cu(II).

El cromo total es determinado haciendo una destrucción de la materia orgánica por vía húmeda asistida por microondas y la solución resultante es medida por Espectrometría de Absorción Atómica con Horno de Grafito (GF AAS) o llama (FAAS); la técnica de medición empleada depende de la cantidad de cromo total presente en las muestras.

Para la determinación del Cr(VI) se probaron diferentes medios de extracción, y las soluciones resultantes se preconcentraron en una microcolumna rellena con alúmina.

Para la preconcentración son usados dos diseños diferentes: *diseño I*: con flujo unidireccional y *diseño II*: con elución a contracorriente.

El Factor de Enriquecimiento (EF) es calculado como la relación entre las pendientes de las curvas de calibración con y sin preconcentración.

MATERIALES Y MÉTODOS

Instrumentación

- Espectrómetro de Absorción Atómica Perkin Elmer, Modelo AAnalyst 300 equipado con llama de aire-acetileno y con sistema de inyección automática en flujo, modelo FIAS-400.
- Espectrómetro de Absorción Atómica Perkin Elmer, Modelo 5100 ZL equipado con llama de aire-acetileno y con sistema de inyección automática en flujo, modelo FIAS-400.
- Sistema de Digestión Asistida por Microondas CEM, modelo MDS-2000.

Metodología

Preconcentración: En la *Figura 1* se esquematiza el proceso de preconcentración y medición "en línea".

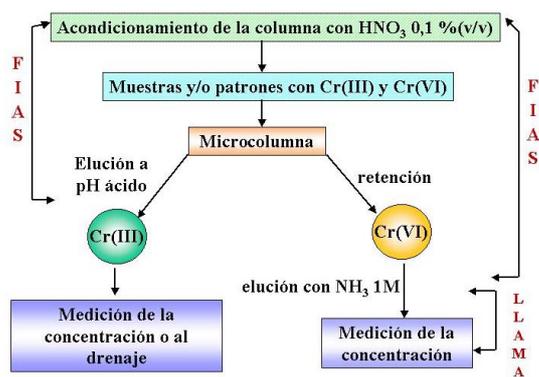


Fig. 1: Esquema del proceso de preconcentración y medición "en línea".

Tratamiento de las muestras: Soluciones para la extracción:

- Agua 25°C, 1h; y 50°C-60°C, 30min.
- HCl 0,1%(v/v), 10%(v/v) y 50%(v/v) 25°C, 1h.
- NH₃ 10%(v/v) 65°C, 1h.
- NaOH 0,01M pH ≈ 12, 65°C, 1h.
- Buffer de pH ≈ 6,4 50°-60°C, 30min: 0,42% NaHCO₃ + 0,25%(v/v) HCl
- Buffer de pH ≈ 12 NIOSH 50°-60°C, 30min: 3% Na₂CO₃ + 2% NaOH

Todas las soluciones son llevadas a pH 6,4 antes de la preconcentración.

RESULTADOS

Los % de Recuperación para las diferentes soluciones extractantes se muestran en la Fig.2.

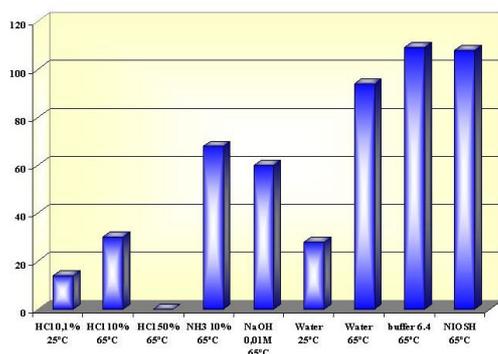


Fig. 2: % de Recuperación obtenidos con las soluciones extractantes.

En la Tabla I se dan los resultados obtenidos al emplear como extractantes: agua a 65°C, buffer de pH 6,4 y buffer NIOSH, y los parámetros analíticos para los dos diseños del FIAS para la preconcentración.

Tabla I: Resultados y parámetros analíticos

Cr(VI) extraíble en:	Suelo del tratamiento de madera	Efluente sólido del tratamiento de madera	Efluente sólido de empresa automotriz
Agua	<LC:4µg/g	1,9 mg/g	<LC:0,4µg/g
% Rec.	89%	108%	No se recupera
Buffer pH=6,4	<LC(*)	1,8 mg/g(*)	<LC(*)
% Rec.	108%	116%	No se recupera
Buffer NIOSH	<LC(*)	1,7 mg/g	0,8µg/g(*)
% Rec.	111%	102%	81%
(*) Curva de Calibración en buffer pH = 6.4			
Cr total	158µg/g	5.4mg/g	18µg/g

FIAS Diseño	LD antes pre-conc.	EF en agua	EF en buffer 6,4	%RSD en agua	%RSD en buffer 6,4
I	0,003µg/ml	10-13	2-3	4-6	5-11
II	0,003µg/ml	20-27	6-9	2-4	4-6

CONCLUSIONES

- La extracción del Cr(VI) en agua a 65°C, buffer de pH 6,4 y buffer del NIOSH, puede considerarse selectiva, porque a esos valores de pH el Cr(III) está precipitado como Cr(OH)₃.
- Se observa que los aniones producen la mayor interferencia en el proceso de preconcentración, porque ellos compiten con el Cr(VI) por los sitios activos de la alúmina. Por esta razón es necesario realizar la Curva de Calibración en el buffer de pH 6,4, cuando éste buffer o el recomendado por el NIOSH se usaron como soluciones extractantes. De esta forma no es necesario emplear la técnica de Adición de Análito.
- Para el efluente sólido proveniente de la empresa automotriz, sólo se obtiene una recuperación aceptable cuando se emplea el buffer de NIOSH; esto puede ser explicado considerando que éste efluente contiene plomo en cantidad superior a 2 veces la del cromo. Para las otras muestras, pH neutros o alcalinos dan buenos resultados.
- Este método es útil para cuantificar el Cr(VI) extraíble en determinadas condiciones, esto es importante porque éste es un parámetro crítico para decidir su disposición o no del efluente en un relleno sanitario.

Para mayor información contactarse con:

Liliana Valiente – valiente@inti.gov.ar

[Volver a página principal](#)