



# Especiación de cromo (III) y cromo (VI) aplicada al análisis de muestras medioambientales

Liliana Valiente<sup>a,b</sup>, Margarita Piccinna<sup>a</sup>, Lorena Iribarren<sup>a</sup> y Emiliano Romero Ale<sup>a</sup>

<sup>a</sup>: CEQUIPE - Laboratorio de Trazas. <sup>b</sup>: Universidad Argentina John F. Kennedy

El presente trabajo fue realizado en el marco de las Becas de Investigación de la Universidad John F. Kennedy y será presentado en el Sixth Rio Symposium on Atomic Spectrometry, a realizarse en Chile en diciembre del 2000.

## Resumen

Las muy diferentes toxicidades de las especies del cromo, hacen que sea importante determinar las cantidades existentes de cada una de ellas. En este trabajo se desarrolla la metodología para la determinación secuencial de Cr(III) y Cr(VI) en aguas de bebida y efluentes. El método consiste en una preconcentración del Cr(VI) en alúmina activada y la determinación de Cr(III) y Cr(VI) por espectrometría de absorción atómica con llama. Se desarrollaron dos técnicas: una "en batch" y la otra "on line".

## Introducción

La especie Cr(III) en ciertas dosis es esencial para la vida del ser humano, pero la especie Cr(VI), es tóxica y se ha comprobado su carcinogenicidad. Ambas pueden coexistir en aguas naturales y efluentes, dependiendo de las características redox y pH del medio. La dificultad de su determinación analítica radica en que la manipulación y tratamiento previo de la muestra pueden producir intercambios entre ambas especies químicas, y en las bajas concentraciones en que deben determinarse ambas; por ello no son muchos los métodos que permitan su cuantificación con la calidad analítica necesaria.

## Experimental

### Instrumentación

- Espectrómetro de Absorción Atómica Perkin Elmer Modelo 4000 con llama de aire-acetileno.
- Espectrómetro de Absorción Atómica Perkin Elmer 5100 ZL equipado con sistema de Inyección en Flujo FIAS-400 y llama de aire-acetileno.

### Reactivos

- Las soluciones de Cr(III) y de Cr(VI) se prepararon a partir de los patrones correspondientes.
- Los reactivos empleados son calidad para análisis.

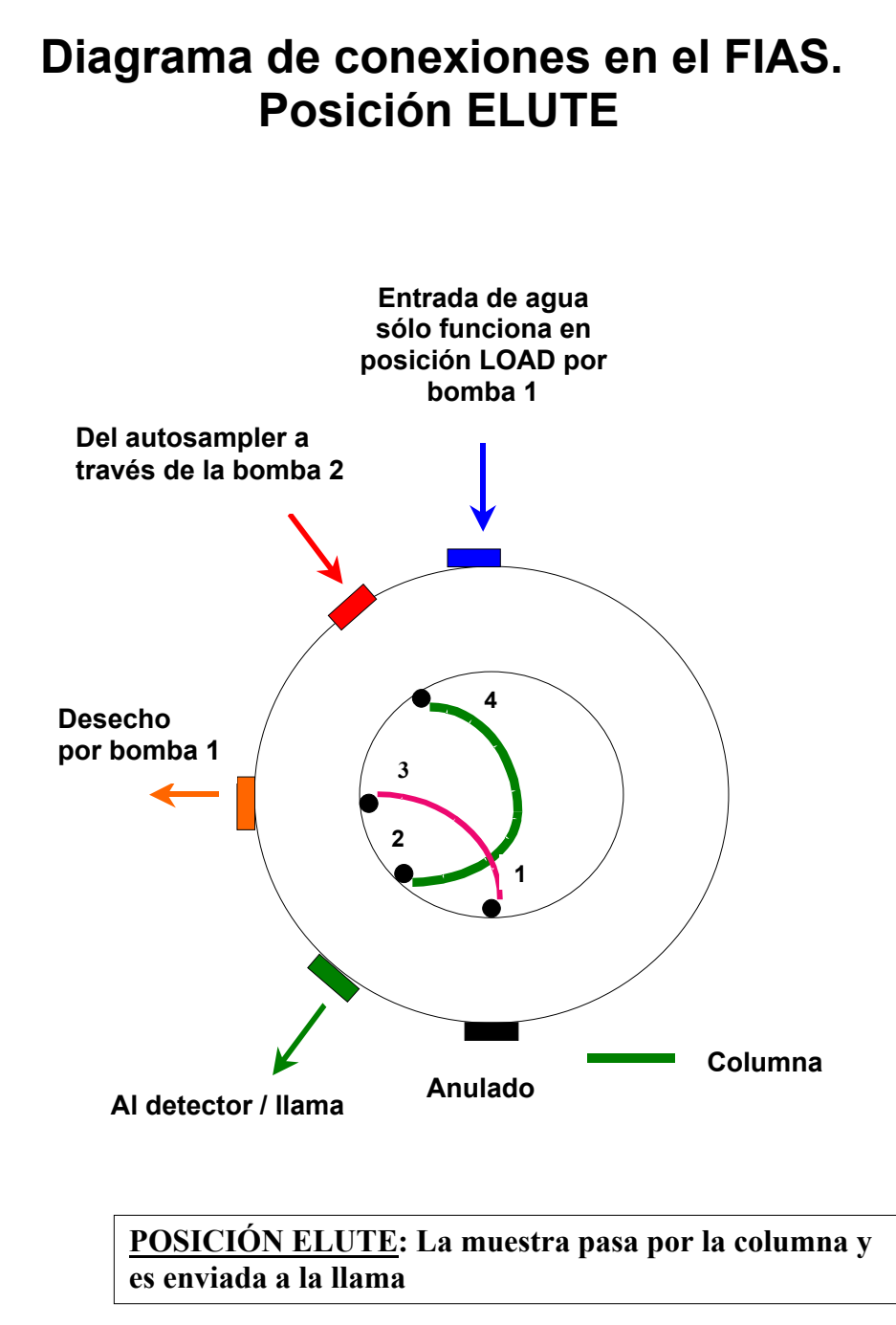
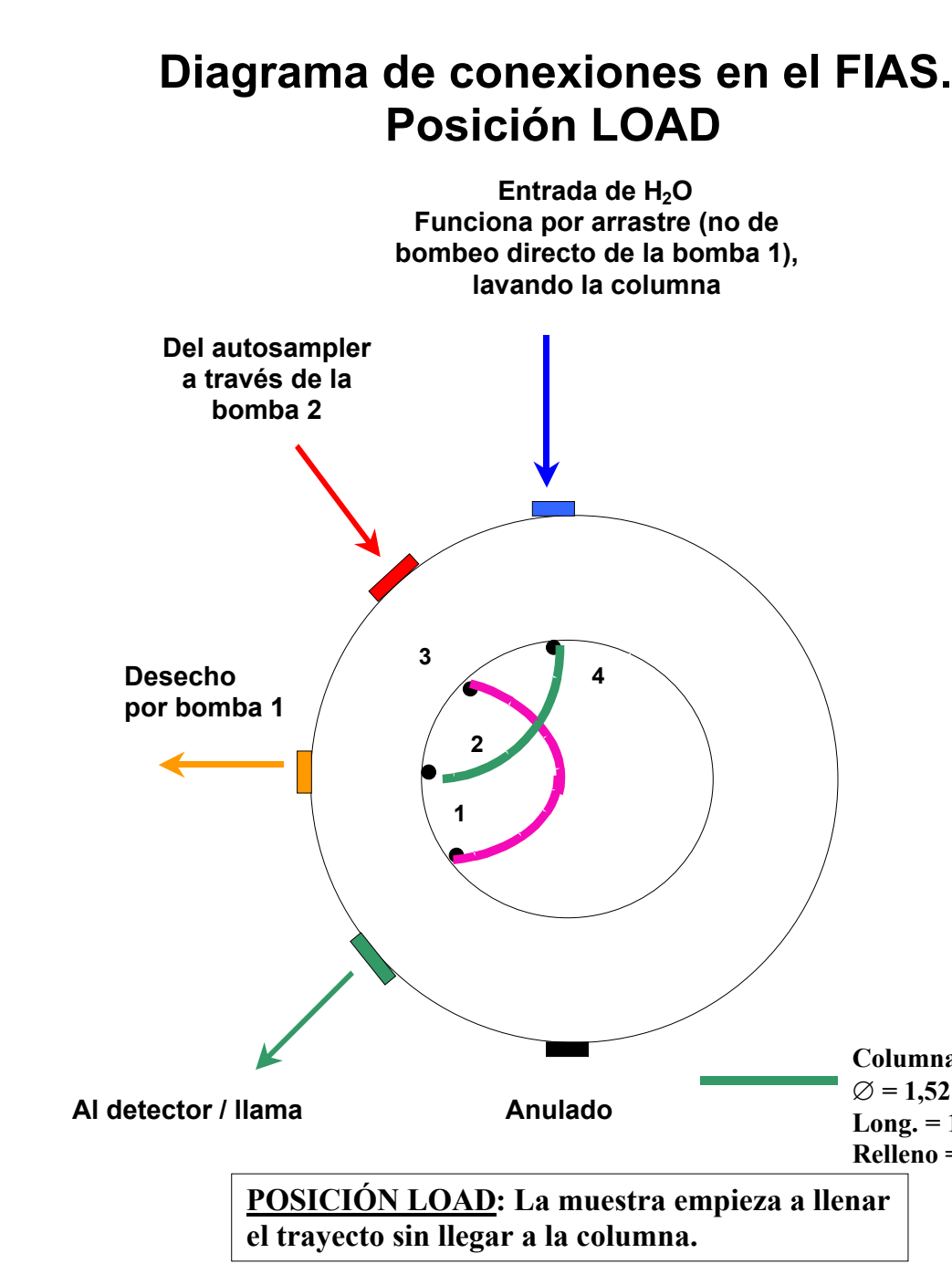
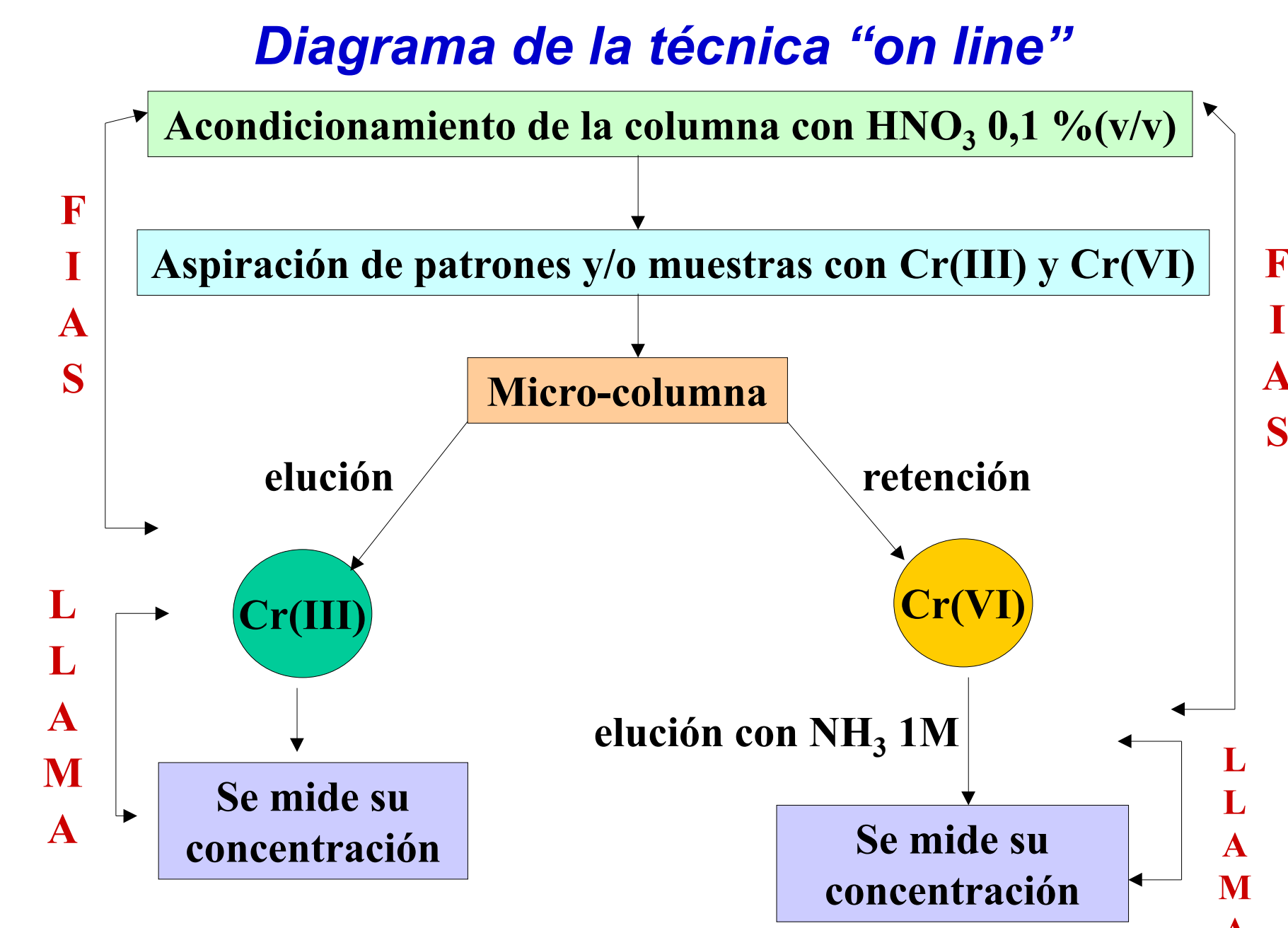
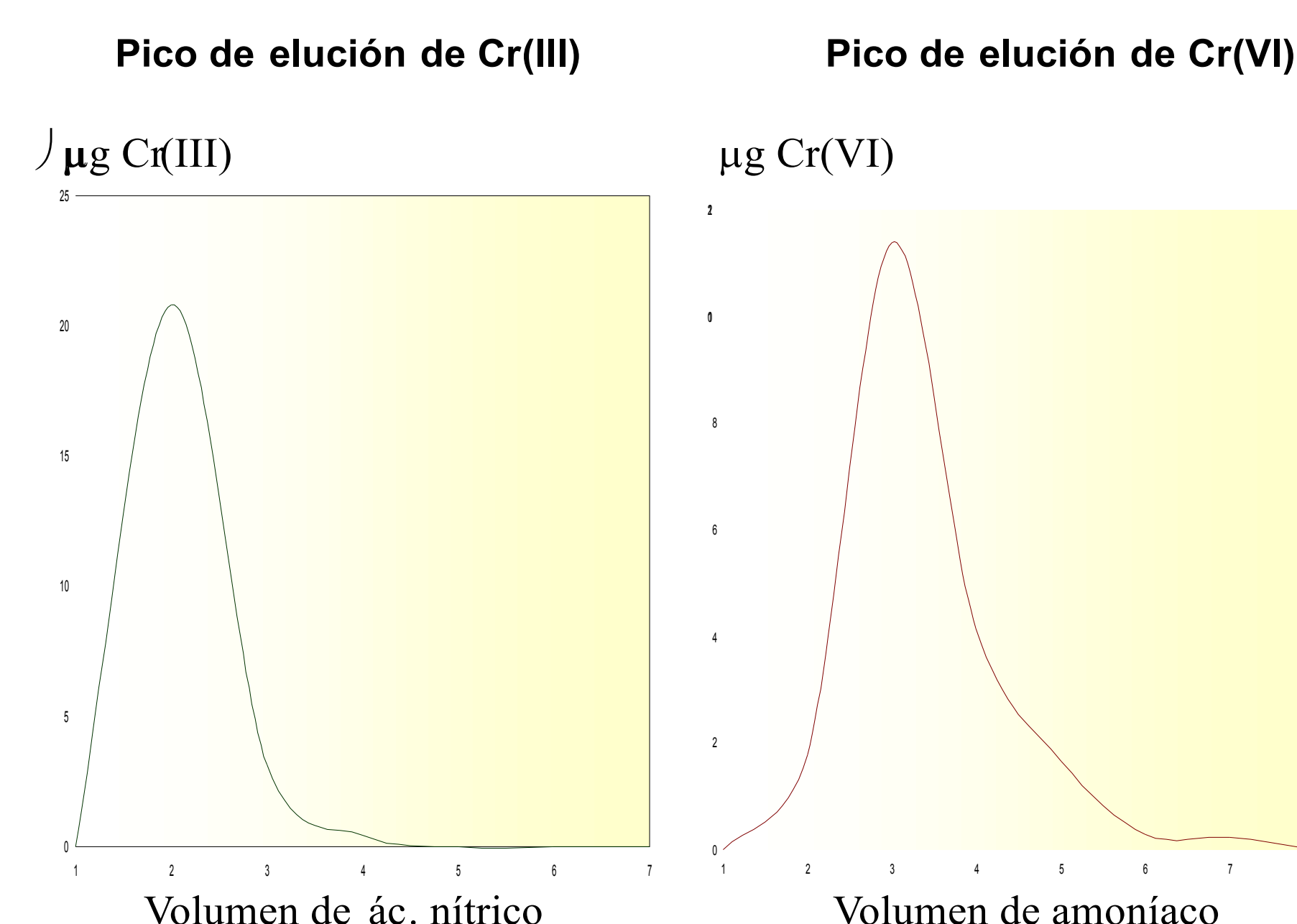
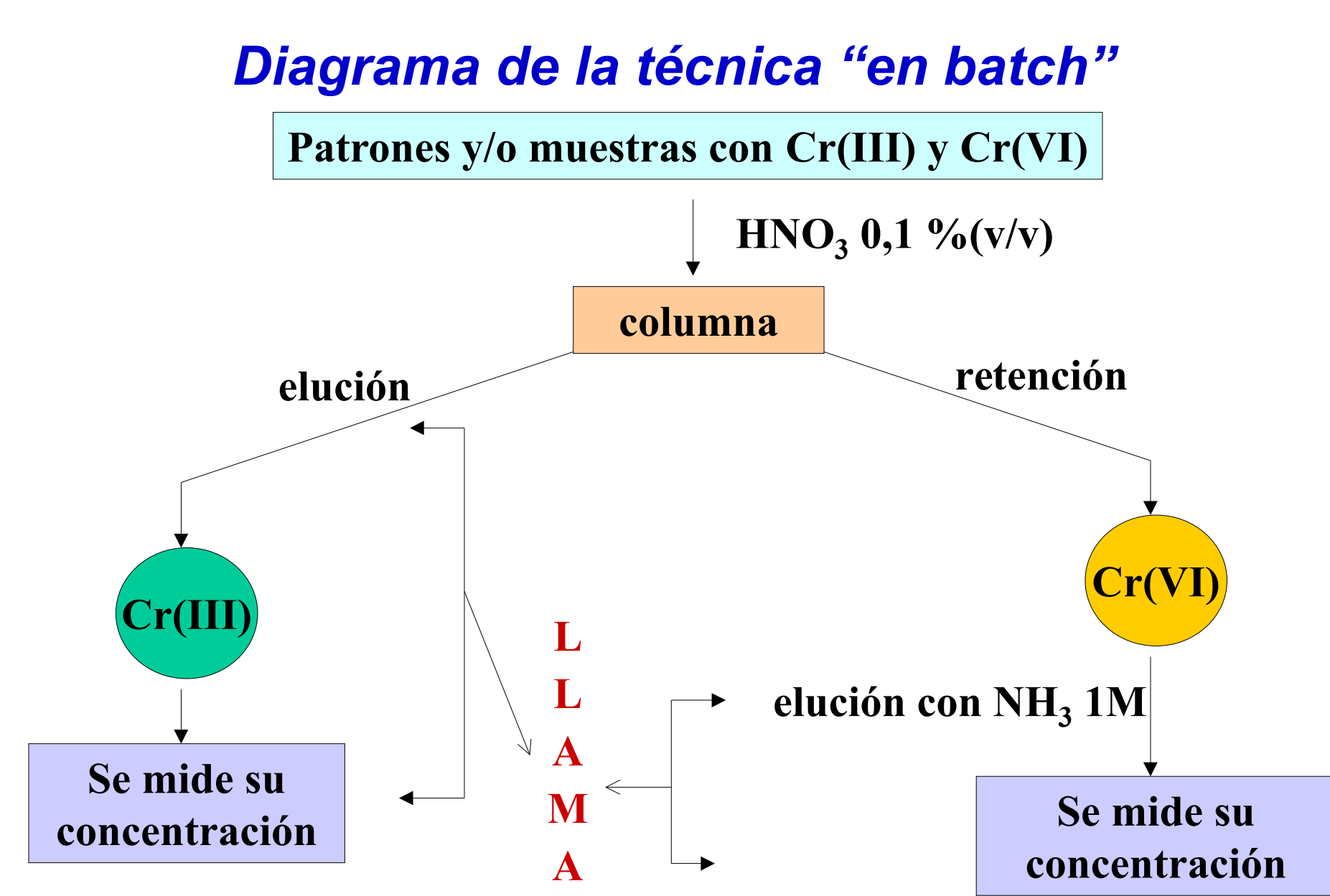
## Metodología Empleada

### Técnica "en batch"

- Se emplean jeringas de PVC de 10 mL, conteniendo 0,5 g de alúmina activada ácida.

### Técnica "on line"

- Se utiliza una micro-columna de diámetro interno de 1,52 mm rellena hasta 1 cm con alúmina. Se coloca en el circuito de las bombas peristálticas del sistema FIAS-400.



**Selección de parámetros del FIAS**

- Tiempos de bombeo
- Velocidades de bombeo
- Longitud de la columna
- Flujo de argón

**Muestras analizadas**

- Agua destilada fortificada
- Agua de red
- Efluentes cloacales (\*)
- Efluente de curtiembre (\*)

(\*) con Método de Adición de Standard

Method Editor III/VI ALT. Operation. Sample Volume(µL): 500. Use Preconcentration? No. Flow Injection Program table:

Step	Time (sec)	Pump 1 Speed	Pump 2 Speed	Valve Load/Elute	Read Step	Remote #2	Remote #3	Remote #4	Remote #5
Profile	5	0	85	L ○ E ⊙	○	○	○	○	○
1	10	0	85	L ○ E ⊙	○	○	○	○	○
2	15	0	85	L ○ E ⊙	○	○	○	○	○
3	0	0	0	L ○ E ○	○	○	○	○	○

## Resultados obtenidos

Muestra	"en batch"		"on line"	
	Cr(III) (µg/mL)	Cr(VI) (µg/mL)	Cr(III) (µg/mL)	Cr(VI) (µg/mL)
Agua potable	< LC	< LC	< LC	< LC
Efluente cloacal 1	< LC	< LC	< LC	< LC
Efluente cloacal 2	< LC	< LC	< LC	< LC
Efluente Curtiembre	< LC	0,26	< LC	0,22

**Parámetros de calidad analítica**

⊛ "en batch"

Para Cr(III):

LD(µg/mL)	LC(µg/mL)	% Recup.	% RSD
0,02	0,07	100	8

Para Cr(VI):

LD	LC	% Recup.	% RSD	Factor de concentración
0,01	0,03	85	10	3

LD(µg/mL) = 3 x desv.std. LC(µg/mL) = 10 x desv.std

**Parámetros de calidad analítica**

⊛ "on line"

Para Cr(III):

LD(µg/mL)	LC(µg/mL)	% Recup.	% RSD
0,04	0,13	100	3

Para Cr(VI):

LD	LC	% Recup.	% RSD	Factor de concentración
0,003	0,01	99	4	13

LD(µg/mL) = 3 x desv.std. LC(µg/mL) = 10 x desv.std.

## Conclusiones

- El método "on line" es superior en performance analítica, en simplicidad y rapidez.
- Muestras con gran contenido de materia orgánica y de sulfuros, no deben acidificarse y debe emplearse el método de adición de standard.
- La ventaja del método "en batch" es que sólo requiere de un espectrómetro de absorción atómica con llama.
- La sensibilidad de ambos métodos permite aplicarlos al análisis de efluentes según la regulación nacional de límites en el vertido: Cr(III): 2 µg/L y Cr(VI): 0,2 µg/L, y también al análisis de Cr(VI) en aguas de bebida, Cr: 0,05 µg/L.