



REGIÓN DE MURCIA

Influencia del hierro en la determinación de Cr (VI) por espectrofotometría de absorción atómica con cámara de grafito (EAACG).

F.García , E.G. Duperón , R.Villaseca.
Instituto de Seguridad y Salud Laboral.

INTRODUCCIÓN

En procesos de soldadura de acero inoxidable se generan humos que, junto a la presencia mayoritaria de compuestos de hierro, y minoritaria de otros metales, contienen cromo con diferentes características en cuanto a estados de oxidación y de solubilidad, dependiendo su toxicidad, básicamente, de estos dos parámetros. La exposición a Cr (VI) presenta especial gravedad al ser considerados cancerígenos, en función de su solubilidad, algunos de sus compuestos (1)

Resulta, por tanto, necesario disponer de procedimientos analíticos que permitan la especiación de los compuestos de cromo, en las muestras ambientales procedentes de este tipo de soldadura, según los dos criterios señalados.

Para la correcta evaluación del riesgo han de tenerse en cuenta dos aspectos básicos: el criterio de solubilidad "adoptado" (2) y la estabilidad del Cr (VI), teniendo en cuenta la presencia de agentes reductores, tanto durante el período de permanencia en el soporte como durante el proceso analítico. Finalmente debe considerarse, en el método analítico de cromo seleccionado, la influencia del hierro, dada la presencia mayoritaria de este elemento y de sus compuestos.

OBJETIVOS

● Verificar la influencia del hierro en la determinación de cromo en fase acuosa mediante EAACG, teniendo en cuenta la presencia mayoritaria del primero y las bajas concentraciones de los analitos requeridas en las determinaciones con atomizador electroterómico.

● Realizar un estudio comparativo de dos métodos para la especiación de cromo:

- 1º Cuantificando en la misma disolución el Cr (VI) mediante el método de la DFC (3) y el cromo "total" por EAACG.
- 2º Separando previamente los dos estados de oxidación, Cr (VI) y Cr (III), mediante una resina de intercambio iónico.

MATERIAL Y MÉTODOS

Instrumentación

● Espectrofotómetro de Absorción Atómica P.E./ AAnalyst 600 con muestreador automático modelo AS 800. Los parámetros instrumentales y espectroscópicos se indican en la tabla I.

● Espectrofotómetro UV-V. P.E / 551. λ : 540nm y longitud de paso de célula 1 cm.

Tabla I

Etapas	Parámetros Instrumentales			
	Secado	Calcinación	Atomización	Limpieza
Temperatura (°C)	130	1000	2300	2450
Rampa (s)	10	10	0	1
T. Retención (s)	10	15	5	3
Flujo (l/s)	250	250	0	250

Corriente de la lámpara: 20mA

Longitud de onda: 357.9 nm

Rendija: 0.7

Tubo pirrolítico; Volumen de inyección: 10- μ l

Reactivos

Los reactivos utilizados tienen pureza analítica: Ácido sulfúrico, metil-isobutil cetona y ácido clorhídrico.

Las disoluciones de cromo y hierro se han preparado a partir de soluciones patrones titrisol de 1000 mg.

El agua es bidestilada con resistividad específica de 18 M Ω / cm.

Solución de difenil-carbocida: Se disuelven 0.25 g de difenil-carbocida en 100 ml de acetona p.a.

Amberlita: Resina líquida de intercambio iónico.

Procedimiento

Para la consecución de los objetivos señalados, se parte de una disolución que contiene Fe (III), Cr (III) y Cr(VI) en una proporción en peso de 10-1-1- respectivamente. (con presencia mayoritaria de Fe como se prevé serán las muestras procedentes de puestos de soldadura). Con las muestras así preparadas se han seguido dos procedimientos:

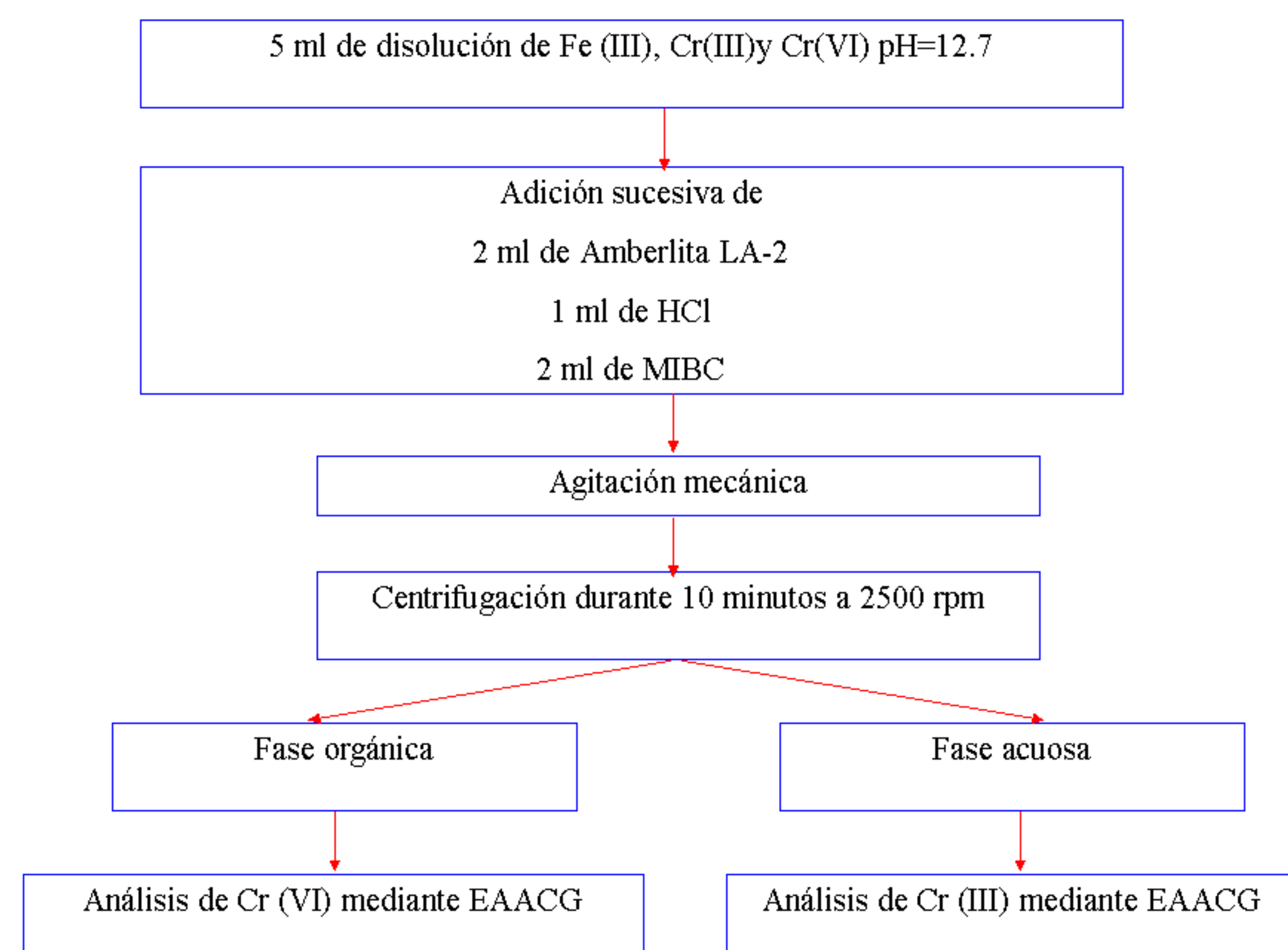
Procedimiento I: Determinación de Cr (VI) mediante colorimetría y Cr total por EAACG

Diagrama de flujo



Procedimiento II: Determinación de Cr (VI) y de Cr (III) por EAACG previa separación con Amberlita.

Diagrama de flujo

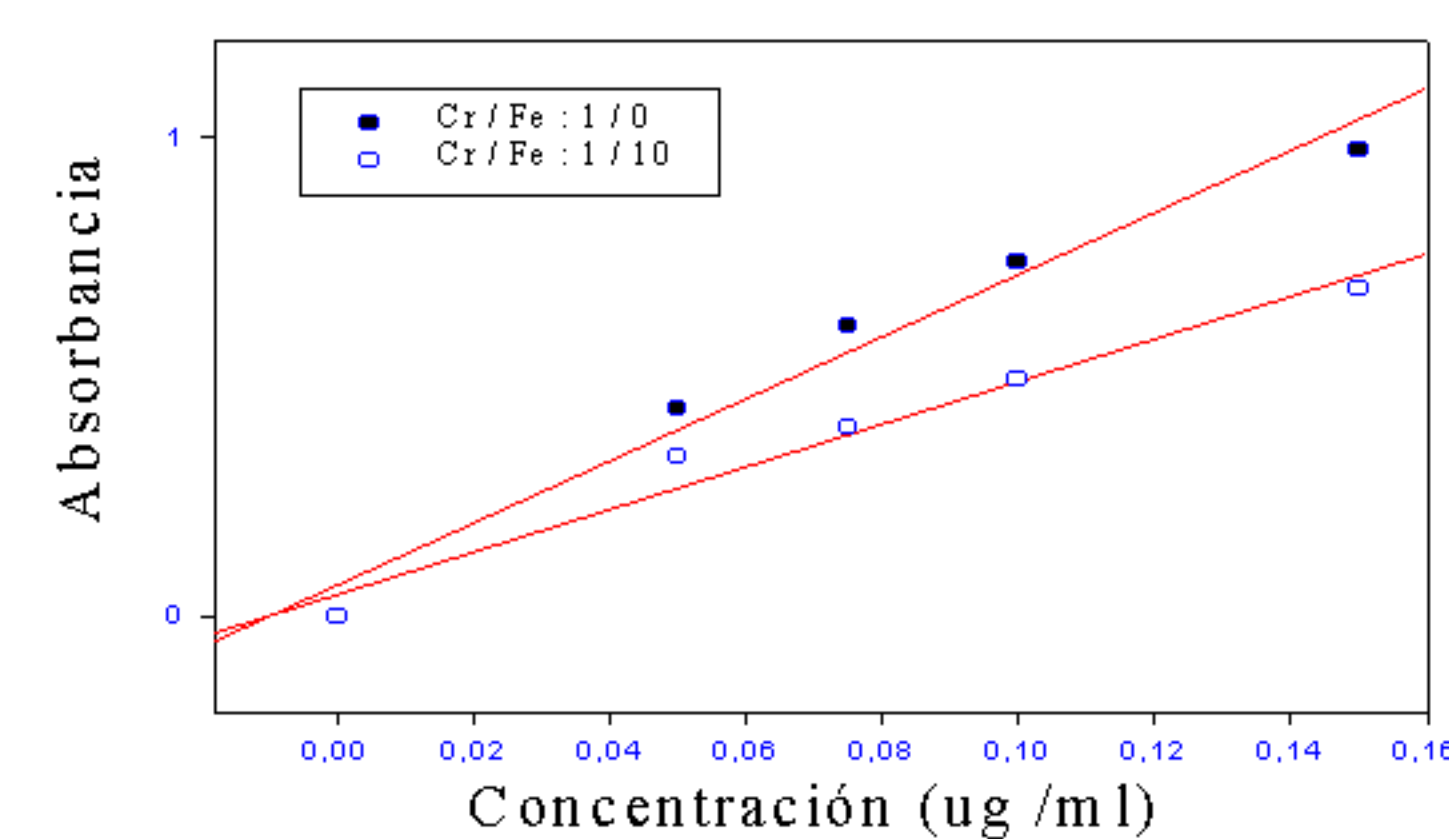


RESULTADOS

1.- Influencia del hierro en la determinación de cromo.

Relación Cr / Fe	Recta de calibrado	Regresión: r
1 / 0	$y = 7.822 x + 0.097$	0.996
1 / 10	$y = 4.263 x + 0.057$	0.995
1 / 20	$y = 4.761 x + 0.039$	0.990

Representación gráfica.



2.- Caracterización de los métodos.

Procedimiento 1

Cr (VI) método colorimétrico – DFC			Cr total - EAACG		
Límite de detección	Sensibilidad	Precisión	Límite de detección	Sensibilidad	Precisión
0.016 μ g / ml 0.39 μ g / filtro	1.07 u.A / μ g / ml	3.36%	0.0013 μ g/ml	7.16 u.A / μ g / ml	8.12 %

Procedimiento 2

Cr (VI) – Fase orgánica			Cr (III) - Fase acuosa		
Límite de detección	Sensibilidad	Precisión	Límite de detección	Sensibilidad	Precisión
0.023 μ g / ml 0.092 μ g/filtro	3.39 u.A / μ g / ml	2.83%	0.0004 μ g/ml 0.002 μ g/filtro	2.65 u.A / μ g / ml	5.58 %

CONCLUSIONES

1.- Del análisis estadístico de las "recuperaciones" obtenidas mediante patrones acuosos con distintas relaciones Cr / Fe, aplicando el test "t" para comparación de media, se deduce que hay una diferencia significativa (para $\alpha = 0.01$) a partir de un valor de esta relación de 1 / 10.

2.- este aspecto deberá tenerse en cuenta en la determinación de cromo mediante EAACG en muestras procedentes de soldadura cuando se utilicen patrones acuosos.

3.- Considerando los límites de detección y sensibilidades de los dos métodos ensayados en la determinación de Cr(VI), y la especial relevancia de estos factores en la valoración de la exposición a distintos cromatos, cuyos VLA son muy bajos, se propone como método analítico más idóneo la determinación por EAACG en la fase orgánica previa separación de otros cationes con Amberlita.

4.- La extracción con Amberlita supone, además la eliminación de cationes que afectan a la determinación de Cr (VI) por EAACG.

BIBLIOGRAFÍA.

- (1).- Deborah M.Proctor y otros. Regulatory Toxicology and Pharmacology 29 (1999) 99-101.
- (2).- ISO / WD 16740. Determination of hexavalent chromium in airborne particulate matter.
- (3).- CHROMIUM , HEXAVALENT. NIOSH Manual of Analytical Methods (NMAM), Fourth Edition, 15/8/94.
- (4).- Steen Dyg, Thomas Anglov y Jytte M. Christensen. Analytica Chimica Acta 286 (1994) 273-282