

PROYECTO VINCULACIÓN  
UNIVERSIDAD – EMPRESA  
COMPONENTE: PROYECTO DE INVESTIGACIÓN



CÁMARA NACIONAL  
DE INDUSTRIAS



CENTRO DE  
PROMOCIÓN DE  
TECNOLOGÍAS  
SOSTENIBLES



PROGRAMA DE  
COOPERACIÓN  
DANESA AL SECTOR  
MEDIO AMBIENTE



GEOLOGÍA  
AMBIENTAL Y  
RECURSOS  
NATURALES

MÉTODO PARA DETERMINAR LA CONCENTRACIÓN DE CROMO EN  
SOLUCIONES DE CURTIDO Y RECURTIDO



ELABORADO POR:

DR. EDGAR CORONEL

LIC. CHRISTIAN ROMERO

LIC. ZUSAN TEJEDA

LA PAZ – BOLIVIA

2004

# Índice Analítico

<b>1.</b>	<b>Objetivo general</b>	<b>1</b>
<b>2.</b>	<b>Antecedentes</b>	<b>1</b>
<b>3.</b>	<b>Fundamento teórico de colorimetría</b>	<b>2</b>
<b>4.</b>	<b>Desarrollo experimental de los métodos colorimétricos</b>	<b>3</b>
<b>4.1.</b>	<b>Cromo en soluciones de curtido</b>	<b>3</b>
4.1.1.	Introducción	3
4.1.2.	Principio	3
4.1.3.	Objetivo	4
4.1.4.	Parte experimental	4
<b>4.2.</b>	<b>Cromo en soluciones de recurtido</b>	<b>11</b>
4.2.1.	Introducción	11
4.2.2.	Principio	12
4.2.3.	Objetivo	12
4.2.4.	Parte experimental	12
<b>5.</b>	<b>Validación del método con operarios de planta</b>	<b>20</b>
<b>6.</b>	<b>Presupuesto para la elaboración del kit</b>	<b>21</b>
<b>7.</b>	<b>Conclusiones</b>	<b>21</b>
<b>8.</b>	<b>Anexos</b>	<b>22</b>
8.1.	Fotografías de las escalas colorimétricas	22
8.2.	Instrucciones para la determinación de cromo en soluciones de curtido y recurtido	22

# MÉTODO PARA DETERMINAR LA CONCENTRACIÓN DE CROMO EN SOLUCIONES DE CURTIDO Y RECURTIDO

## Informe Final

### 1. OBJETIVO GENERAL

Desarrollar un método analítico sencillo y de bajo costo, que las curtiembres puedan aplicar en sus plantas, con el fin de determinar la concentración de cromo en soluciones de curtido y recurtido.

### 2. ANTECEDENTES

En las industrias curtidoras, el cromo es un metal pesado ampliamente utilizado en las etapas de curtido y recurtido, generando descargas líquidas identificadas como *licores agotados del curtido*. Este tipo de descarga presenta mayor o menor concentración de cromo III, en función al rendimiento de absorción de cromo por la piel tratada.

La descarga de los licores de curtido depende de la percepción del operario, quién a criterio personal, decide la eliminación o el reciclaje del mismo, desconociendo la concentración final de cromo descargado, que por otro lado, el Reglamento a la ley del medio ambiente establece que el límite permisible diario en aguas de descarga es de 1 ppm de cromo III.

De lo expuesto, surge la necesidad de conocer la concentración de cromo en los licores de curtido y en las descargas finales, lo que obliga que los empresarios curtidores soliciten servicios de análisis a laboratorios especializados para determinar la concentración de cromo, implicando una inversión de tiempo y dinero.

Los métodos analíticos cuantitativos para la determinación de cromo, varían en función del error, la sensibilidad y la factibilidad del método. Es así que, en la actualidad, se han desarrollado métodos estándares de análisis tanto tradicionales como instrumentales.

Entre los métodos tradicionales, se encuentran las determinaciones gravimétricas, que consisten en separar y pesar el cromo, en el estado de mayor pureza, después de un tratamiento adecuado. La titulación oxidación/reducción, que consiste en la oxidación previa de cromo III a cromo VI para luego titularlo con una solución valorada de hierro II y ortofenantrolina como indicador. Ambos métodos, son utilizados para la determinación de cromo en concentraciones superiores a 0,1 M (5 g/L), en concentraciones menores, se restringe la confiabilidad de éstos métodos.

Los métodos instrumentales son utilizados para determinar cromo en concentraciones en el orden de los ppm (partes por millón) y ppb (partes por billón). El método mayormente empleado es la espectroscopia por absorción atómica por flama, en el cual la muestra de cromo en solución es aspirada, y atomizada en flama de aire/acetileno; una radiación electromagnética monocromática pasa directamente a través de la flama y la muestra atomizada, y luego a un detector que mide la cantidad

de luz absorbida por el cromo atomizado en flama. La cantidad de energía a la longitud de onda característica absorbida en la flama, es proporcional a la concentración de cromo total en la muestra en un rango limitado de concentración. Otro método, es el colorimétrico, el cual consiste en oxidar el cromo III a cromo VI, para formar un complejo de color rosado a rosado pálido con la difenilcarbazida. El inconveniente de ambos métodos en la determinación de cromo en soluciones de curtido, es la dilución (diluciones en el orden de 1:1000) que sufre la muestra. Estos factores de gran dilución, implican mayor error en el resultado emitido.

Como se mencionó anteriormente, la concentración de cromo en las soluciones de curtido depende del rendimiento de absorción de cromo por la piel tratada. Sin embargo, las concentraciones de cromo en los licores de curtido oscilan entre 2 000 a 5 000 ppm, rango modificable de curtiembre a curtiembre. De tal forma que, las elevadas concentraciones de cromo en las soluciones de curtido, y el hecho de que el cromo es un metal que presenta color, ha permitido el desarrollo e implementación de una gama de colores aptos para la cuantificación de cromo en soluciones de curtido, en base al principio colorimétrico.

### 3. FUNDAMENTO TEÓRICO DE COLORIMETRÍA

La absorción de luz por un compuesto se ha utilizado ampliamente como un método de análisis. Los primeros trabajos se realizaron con comparadores de color que requerían comparaciones directas contra estándares.

La colorimetría, como parte de los métodos de absorción, se fundamenta en dos leyes fundamentales:

Ley de Lambert: *En una muestra homogénea, la intensidad de una luz monocromática plano-paralela que entra a una muestra en forma normal a su superficie disminuye exponencialmente mientras que la longitud de la trayectoria de absorción aumenta aritméticamente.*

*Donde:*

*P<sub>o</sub> = intensidad de la luz incidente*

*P = intensidad de la luz transmitida*

$$\frac{P}{P_o} = e^{-kb}$$

*b = longitud de la trayectoria de la muestra*

*K = constante cuyo valor depende de la naturaleza del soluto, de la longitud de onda de luz, de la concentración de la solución y frecuentemente de la naturaleza del medio*

*e = base del natural*

Ley de Beer: *Cuando una luz monocromática plano-paralela pasa a través de una solución, la intensidad de la luz transmitida decrece exponencialmente, mientras que la concentración de la solución aumenta aritméticamente.*

Donde:

$$\frac{P}{P_0} = e^{-k \cdot c}$$

$K$  = constante cuyo valor depende de la naturaleza del soluto, de la longitud de onda de luz, de la longitud de la capa absorbente y de la naturaleza del medio

Estas leyes se combinan con frecuencia en una sola, que se conoce comúnmente con el nombre de Ley de *Beer-Lambert*, y donde la constante  $k$  de ambas se denomina absorbancia.:

Donde:

$$\ln \frac{P}{P_0} = -abc$$

$a$  = absorbancia

$b$  = longitud de la trayectoria de la muestra

$c$  = concentración del soluto

Se conocen muchas desviaciones de la ley de Beer-Lambert tanto químicas como instrumentales. Para que la ley sea aplicable, es preciso que las especies químicas presentes en la muestra no cambien en función de la concentración. En la solución, es necesario tomar en cuenta los efectos del solvente, de la disociación, de la ionización, etc.

La comparación colorimétrica manual se basa exclusivamente en la comparación visual de color de una solución de concentración conocida, con el color de una solución desconocida. Esto se puede realizar de varias maneras. En un método se usan una serie de tubos cilíndricos largos (tubos de Nessler): en otro, la observación de profundidad se ajusta para obtener intensidades iguales (colorimétrico de Duboscq).

## 4. DESARROLLO ESPERIMENTAL DE LOS MÉTODOS COLORIMÉTRICOS

### 4.1. CROMO EN SOLUCIONES DE CURTIDO

#### 4.1.1. INTRODUCCIÓN

El cromo en soluciones de curtido, se encuentra como cromo III en concentraciones que oscilan entre los 2000 y 5000 ppm, presentando un color verde azulado, lo que lo hace apto para la comparación de su color con soluciones estándares.

Obedeciendo a las desviaciones para la aplicación en la ley de Beer-Lambert, los estándares comparativos del *kit* desarrollado para el análisis de cromo III, han sido preparados a partir de una solución de **curtido cuantificada**.

#### 4.1.2. PRINCIPIO

La determinación de cromo III, se realiza mediante la comparación visual colorimétrica de soluciones de curtido con una escala de 80 a 1 000 ppm, preparada a partir de una solución de curtido cuantificada e inertizada con formol, con el fin de evitar el desarrollo de microorganismos y por lo tanto de turbidez en las soluciones.

#### 4.1.3. OBJETIVO

Determinar la concentración de cromo III en las soluciones de curtido por comparación colorimétrica con una gama de colores verde-azulados preparados a partir de una solución de curtido de concentración conocida.

#### 4.1.4. PARTE EXPERIMENTAL

##### CUANTIFICACIÓN DE SOLUCIONES DE CURTIDO

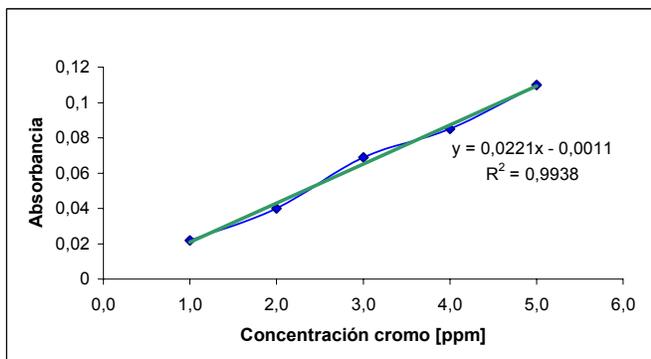
Las soluciones de curtido fueron proporcionadas por la curtiembre “Flores”. Entre las características físicas de las muestras, en general, éstas presentan color verde y sólidos suspendidos.

La cuantificación de la solución de curtido (C-1) se realizó con un espectrofotómetro de absorción atómica, para tal efecto, se construyó una curva de calibración de acuerdo a los datos de la Tabla 4.1.

Es importante señalar que la determinación por absorción atómica, implica una alta dilución de las muestras. Por ello, se hace un tratamiento estadístico que valida el rango del error introducido, principalmente, por las diluciones (ver más adelante).

**Tabla 4.1** Construcción de curva de calibración

Concentración vs. Absorbancia	
Patrón [ppm]	Absorbancia
1,0	0,022
2,0	0,040
3,0	0,069
4,0	0,085
5,0	0,110



La muestra C-1, previamente filtrada e inertizada con formol, fue diluida 1:250 (C-1-1) para la lectura en un espectrofotómetro de absorción atómica. Las lecturas de reportan en la Tabla 4.2.

**Tabla 4.2** Cuantificación muestra C-1-1 por EAA

Cuantificación de la muestra C-1-1 por EAA		
Código	Absorbancia [y]	Concentración [x] [ppm]
Muestra C-1-1	0.094	4.3
Muestra C-1-1 (r-1)	0.083	3.8
Muestra C-1-1 (r-2)	0.105	4.8
<b>Promedio</b>		4.3
<b>Desviación estándar</b>		0.5

Cálculo de concentración de la muestra C-1-1 por regresión lineal aplicando la Ecuación 4.1

$$x = \frac{y + 0,0011}{0,0221}$$

**Ecuación 4.1**

La corrección de concentración por factor de dilución de la muestra C-1 se reporta en la Tabla 4.3.

**Tabla 4.3** Concentración de la solución de curtido

Concentración de solución [ppm]	Factor de dilución	Concentración Muestra C-1 [ppm]
4,3 ± 0,5	250	1 075,0 ± 0,5

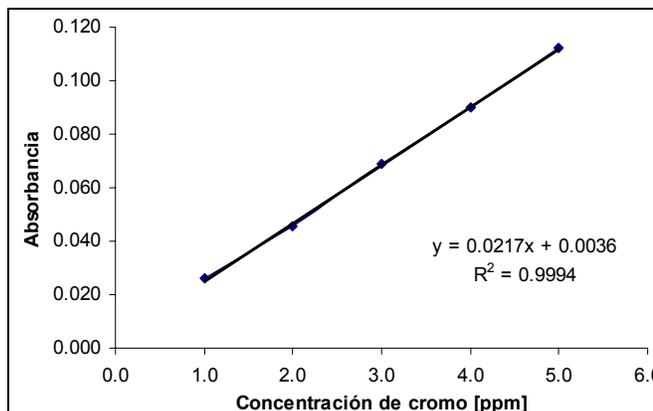
La concentración de la solución de curtido es de 1 075,0 ± 0,5 ppm. A partir de esta solución se prepararon soluciones de estándares comparativos.

#### VERIFICACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE MUESTRA C-1

La muestra C-1 fue verificada con otro espectrofotómetro de absorción atómica, a través de la construcción de una nueva curva, donde el coeficiente de correlación alcanza un valor de 0,9994. Los datos de la curva y la concentración de la muestra se reportan en la Tabla 4.4.

**Tabla 4.4** Construcción de curva de calibración

Concentración vs. Absorbancia	
Patrón [ppm]	Absorbancia
1,0	0,026
2,0	0,046
3,0	0,069
4,0	0,090
5,0	0,112
Muestra diluida 1:250	4,3 ppm (promedio)
<b>Muestra C-1</b>	<b>1 075 ppm</b>



Cabe recalcar, que los patrones utilizados para la construcción de la curva de calibración fueron preparados a partir de una solución referencia de 1 000 ppm, asegurando la confiabilidad de la concentración de la muestra C-1, y por lo tanto, la concentración de las soluciones contenidas en el kit colorimétrico.

#### SELECCIÓN DEL RANGO PARA LA ESCALA COLORIMÉTRICA

Para la selección del rango de la escala colorimétrica se aplicó un tratamiento lógico, donde las variables son concentración<sup>1</sup>, visibilidad<sup>2</sup> y distinguibilidad<sup>3</sup>. Cada solución de diferente concentración, fue evaluada en visibilidad y distinguibilidad, calificándose con el número 0 si el resultado es negativo y como 1 si es positivo. Es decir, si el usuario percibe color en la solución contenida en el tubo de ensayo (el color es visible) es positivo y se asigna el número 1, si no percibe color, es negativo (el color no es visible) y se asigna el número 0. Si comparando un tubo de ensayo con el tubo siguiente o anterior, de manera que se distinga entre ambos, y el resultado es positivo, entonces se asigna el número 1 y si no, se asigna el número 0. Al finalizar las pruebas, se multiplican los números obtenidos

<sup>1</sup> La concentración se da como un valor entero de concentración como cromo III.

<sup>2</sup> La visibilidad se refiere a que una solución presente el color suficiente para ser vista por el usuario.

<sup>3</sup> La distinguibilidad se refiere a que el usuario pueda distinguir una solución de la inmediata superior e inferior en concentración.

tanto en visibilidad como en distinguibilidad sobre una misma concentración, asignado la palabra **SI** al resultado igual a 1 y con la palabra **NO** al resultado igual a 0.

Las soluciones con la palabra **SI** ingresan dentro del rango del *kit*, obteniéndose de esta forma los límites máximos y mínimos de detección.

Como parte experimental, se prepararon dos series de soluciones de cromo III, una serie a partir de una sal p.a. y la otra serie a partir de la solución de curtido cuantificada. Los resultados obtenidos se tabulan en la Tabla 4.5.

**Tabla 4.5.** Límites de detección para determinar cromo III en soluciones de curtido

Curva con solución de sulfato de cromo y potasio				Curva con solución de curtido de 2 500 ppm				
Concentración	Unidad	Visible	Distinguible	Concentración	Unidad	Visible	Distinguible	Elegible
10	ppm	0	0	10	Ppm	0	0	NO
20	ppm	0	0	20	Ppm	0	0	NO
30	ppm	0	0	30	ppm	0	0	NO
40	ppm	1	0	40	ppm	1	0	NO
50	ppm	1	1	50	ppm	1	0	NO
60	ppm	1	1	60	ppm	1	0	NO
70	ppm	1	1	70	ppm	1	0	NO
80	ppm	1	1	80	ppm	1	1	SI
90	ppm	1	1	90	ppm	1	1	SI
100	ppm	1	1	100	ppm	1	1	SI
200	ppm	1	1	200	ppm	1	1	SI
300	ppm	1	1	300	ppm	1	1	SI
400	ppm	1	1	400	ppm	1	1	SI
500	ppm	1	1	500	ppm	1	1	SI
600	ppm	1	1	600	ppm	1	1	SI
700	ppm	1	1	700	ppm	1	1	SI
800	ppm	1	1	800	ppm	1	1	SI
900	ppm	1	1	900	ppm	1	1	SI
1 000	ppm	1	1	1 000	ppm	1	1	SI
1 100	ppm	1	1	1 100	ppm	1	0	NO
1 200	ppm	1	1	1 200	ppm	1	0	NO
1 300	ppm	1	1	1 300	ppm	1	0	NO
1 400	ppm	1	0	1 400	ppm	1	0	NO
1 500	ppm	1	0	1 500	ppm	1	0	NO
1 600	ppm	1	0	1 600	ppm	1	0	NO
1 700	ppm	1	0	1 700	ppm	1	0	NO
1 800	ppm	1	0	1 800	ppm	1	0	NO
1 900	ppm	1	0	1 900	ppm	1	0	NO
2 000	ppm	1	0	2 000	ppm	1	0	NO

El límite máximo y mínimo para determinar cromo III en soluciones de curtido es de 1 000 ppm y 80 ppm, respectivamente, determinado en función de visibilidad y distinguibilidad entre soluciones de cromo a distintas concentraciones.

### PREPARACIÓN DE SOLUCIONES ESTÁNDARES COMPARATIVAS

De la muestra C-1 ( $1\ 075,0 \pm 0,5$  ppm) se tomaron alícuotas para preparar las soluciones estándares comparativas contenidas en los tubos del *kit*.

La alícuota fue medida con una bureta de  $50 \pm 0,1$  mL y se aforó en un matraz de  $50 \pm 0,06$  mL. Los datos se reportan en la Tabla 4.6.

**Tabla 4.6** Dilución de la solución de curtido para la preparación de las soluciones estándares de comparación

Concentración para cada tubo [ppm]	Alícuota de la muestra C-1 ( $V_{alícuota}$ ) [mL]	Error de bureta ( $\Delta V_{alícuota}$ )	Volumen aforado [mL] ( $V_{aforado}$ )	Error del matraz ( $\Delta V_{aforado}$ )
80	3,7	0,1	50	0,06
90	4,2	0,1	50	0,06
100	4,7	0,1	50	0,06
200	9,3	0,1	50	0,06
300	14,0	0,1	50	0,06
400	18,6	0,1	50	0,06
500	23,3	0,1	50	0,06
600	27,9	0,1	50	0,06
700	32,6	0,1	50	0,06
800	37,2	0,1	50	0,06
900	41,9	0,1	50	0,06
1 000	46,5	0,1	50	0,06

### ERROR DEL MÉTODO PARA CADA SOLUCIÓN ESTANDAR COMPARATIVA

El error del *kit* se reporta en base a la propagación de errores que sufre la solución estándar comparativa en el momento de la dilución.

Para la propagación de errores es necesario conocer el error de los materiales volumétricos utilizados en la dilución, mismos que se reportan en la Tabla 4.6, y el error de la concentración de la solución de curtido cuantificada (C-1) reportado en la Tabla 4.3.

**Donde:**

$\Delta C_{tubo}$  = error de la concentración de la disolución contenida en cada uno de los tubos

$C_{tubo}$  = concentración de la disolución contenida en cada uno de los tubos

$\Delta V_{alícuota}$  = error de la bureta

$V_{alícuota}$  = volumen de la alícuota medida en una bureta

$\Delta C_{C-1}$  = error de concentración de la muestra C-1 = 0,5

$C_{C-1}$  = concentración de la muestra C-1 = 1 075,0

$\Delta V_{aforado}$  = error del matraz

$V_{aforado}$  = volumen de aforo en el matraz

$$\Delta C_{tubo} = C_{tubo} \left( \frac{\Delta V_{alícuota}}{V_{alícuota}} + \frac{\Delta C_{C-1}}{C_{C-1}} + \frac{\Delta V_{aforado}}{V_{aforado}} \right)$$

**Ecuación 4.2**

Aplicando la Ecuación 4.2 y haciendo uso de los datos de la Tabla 4.3 y la Tabla 4.5, el error de cada solución estándar comparativa, se indica en la Tabla 4.7.

**Tabla 4.7** Reporte de errores para cada tubo del kit

Concentración para cada tubo [ppm]	Error de tubo ( $\Delta C_{\text{tubo}}$ )
80	± 2
90	± 2
100	± 2
200	± 2
300	± 3
400	± 3
500	± 3
600	± 3
700	± 3
800	± 3
900	± 4
1 000	± 4

**ERROR DEL MÉTODO PARA REPORTAR LA CONCENTRACIÓN DEL CROMO EN SOLUCIONES DE CURTIDO**

Para comparar el color entre la solución de curtido original y las soluciones de *kit*, es necesario que la muestra se diluya 20:100 con un factor de dilución de 5.

Si la muestra de curtido diluida al momento de comparar con los tubos, por ejemplo, cae en el tubo de 100 ppm, entonces la concentración de la muestra de curtido diluida se calcula aplicando la Ecuación 4.3, siendo la concentración final igual a 0,5 g/L, para el ejemplo dado.

$$C_{\text{curtido}} = \frac{C_{\text{tubo}} \times 5\text{mg}}{1\text{L}} \times \frac{1\text{g}}{1000\text{mg}}$$

**Ecuación 4.3**

Las concentraciones de las soluciones de curtido que se obtendrían se reporta en la Tabla 4.8

**Tabla 4.8** Predicción de las concentraciones de cromo en soluciones de curtido

Si la muestra se compara con el tubo	Concentración de la solución de curtido diluida ( $C_{\text{curtido dil}}$ ) [g/L]
80	0,40
90	0,45
100	0,50
200	1,0
300	1,5
400	2,0
500	2,5
600	3,0
700	3,5
800	4,0
900	4,5
1 000	5,0

La concentración de la solución de curtido se reportará con el error calculado de acuerdo a la Ecuación 4.4 , utilizando los datos reportados en la Tabla 4.9.

$$\Delta C_{\text{curtido dil}} = C_{\text{Curtido dil}} \left( \frac{\Delta V_{\text{aliquota curtido}}}{V_{\text{aliquota curtido}}} + \frac{\Delta C_{\text{tubo}}}{C_{\text{tubo}}} + \frac{\Delta V_{\text{aforado}}}{V_{\text{aforado}}} \right)$$

**Ecuación 4.4**

**Donde:**

$\Delta C_{\text{Curtido}}$  = error de concentración de la muestra de curtido

$C_{\text{Curtido}}$  = concentración de la muestra de curtido

$\Delta V_{\text{aliquota curtido}}$  = error de la probeta = 1

$V_{\text{aliquota curtido}}$  = volumen de la muestra de curtido medida en la probeta = 20

$\Delta C_{\text{tubo}}$  = error de concentración de la disolución contenida en cada uno de los tubos

$C_{\text{tubo}}$  = concentración de la disolución contenida en cada uno de los tubos

$\Delta V_{\text{aforado}}$  = error de la probeta = 1

$V_{\text{aforado}}$  = volumen de aforo en la probeta = 100

**Tabla 4.9** Datos para el cálculo del error con que se reporta la concentración de cromo en soluciones de curtido

Concentración para cada tubo ( $C_{\text{tubo}}$ ) [ppm]	Error del tubo ( $\Delta C_{\text{tubo}}$ )	Alícuota de la muestra curtido [mL] ( $V_{\text{aliquota curtido}}$ )	Error de la probeta ( $\Delta V_{\text{aliquota}}$ )	Volumen aforado [mL] ( $V_{\text{aforado}}$ )	Error de la probeta ( $\Delta V_{\text{aforado}}$ )
80	+ 2	20	1	100	1
90	+ 2	20	1	100	1
100	+ 2	20	1	100	1
200	+ 3	20	1	100	1
300	+ 3	20	1	100	1
400	+ 3	20	1	100	1
500	+ 3	20	1	100	1
600	+ 3	20	1	100	1
700	+ 3	20	1	100	1
800	+ 4	20	1	100	1
900	+ 4	20	1	100	1
1 000	+ 4	20	1	100	1

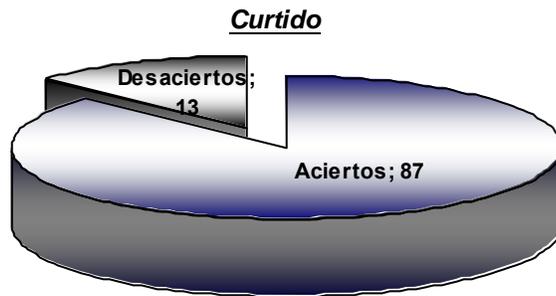
En la Tabla 4.10 se reporta el error con que se determina el cromo en las soluciones de curtido original.

**Tabla 4.10** Expresión de error en la determinación de cromo en soluciones de curtido original

Concentración del curtido ( $C_{\text{curtido dil}}$ ) [g/L]	Error de la solución de curtido ( $\Delta C_{\text{curtido dil}}$ ) [g/L]
0,40	0,04
0,45	0,04
0,50	0,04
1,0	0,1
1,5	0,1
2,0	0,1
2,5	0,2
3,0	0,2
3,5	0,2
4,0	0,3
4,5	0,3
5,0	0,3

**ESTADÍSTICA COMPARATIVA DEL KIT COLORIMÉTRICO**

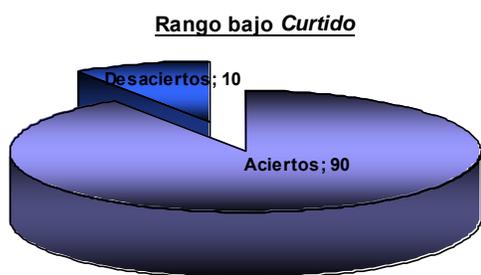
A objeto de precisar la distinguibilidad de las tonalidades entre una solución desconocida y las soluciones estándar del *kit*, se realizó un prueba estadística comparativa, en la cual, se seleccionó 4 muestras de soluciones de curtido de concentración conocida, dentro de un rango alto, 700 y 800 ppm, y un rango bajo, 200 y 300 ppm. Cada muestra fue comparada con el *kit* colorimétrico de curtido por un total de 30 estudiantes de la carrera de Ciencias Químicas de la UMSA. Los resultados de la encuesta, se muestran en la Gráfica 4.1.



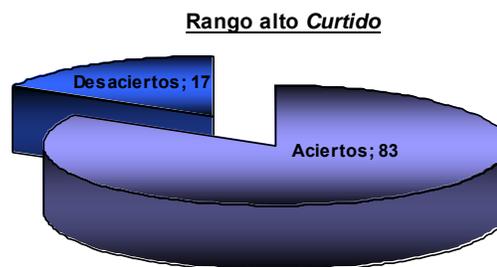
**Gráfica 4.1.** Reporte encuesta general para soluciones de Curtido

La determinación de cromo en soluciones de curtido a través del *kit* colorimétrico es factible en un 87%, es decir de cada 100 personas que determinen la concentración de cromo en soluciones de curtido a través del *kit* colorimétrico, 87 personas reportarán la concentración correcta.

El porcentaje de aciertos del 87% proviene del promedio entre los valores obtenidos con el rango alto y el rango bajo. Sin embargo, los resultados (ver Gráfica 4.2 y Gráfica 4.3) muestran que existe un mayor número de aciertos en el rango bajo que en el rango alto, por lo tanto, se recomienda que la comparación de una muestra diluida caiga en el rango bajo, preferentemente.



Gráfica 4.2 Reporte de encuesta “Rango bajo”



Gráfica 4.3 Reporte de encuesta “Rango alto”

## OBSERVACIONES

De las comparaciones realizadas y del universo de observadores, surge como recomendación general que, la comparación visual debe ser realizada, preferentemente, viendo los tubos en 45° de inclinación y de manera opuesta a una fuente de luz (ver Figura 4.1).

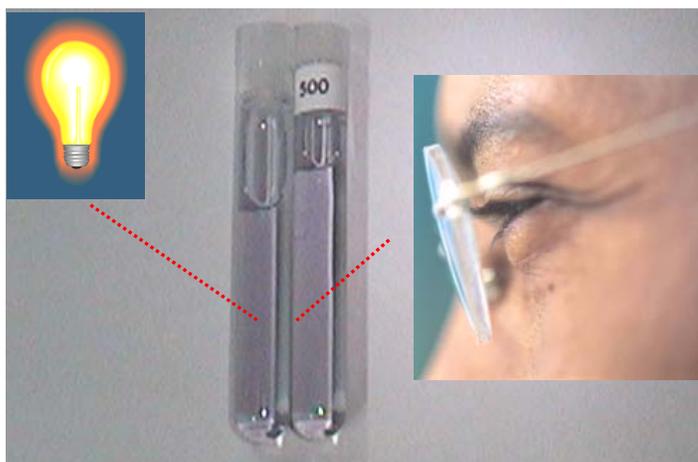


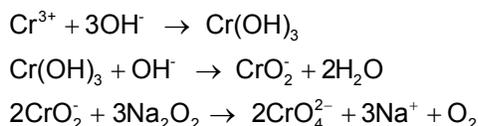
Figura 4.1 Comparación de una muestra de curtido con una solución estándar del *kit*

## 4.2. CROMO EN SOLUCIONES DE RECURTIDO

### 4.2.1. INTRODUCCIÓN

El cromo en soluciones de recurtido se encuentra en concentraciones que oscilan entre los 10 y 1 000 ppm. Las soluciones de recurtido, dependiendo del proceso de curtido, presentan colores diferentes de verde, debido a los colorantes adicionados en ésta etapa, por lo que la escala colorimétrica de cromo III queda deshabilitada. Sin embargo, este inconveniente ha sido solucionado con la construcción de otra escala colorimétrica, donde el cromo III se oxida a cromo VI.

La oxidación del cromo III a cromo VI elimina la presencia del color café rojizo de la solución de recurtido, persistiendo el color amarillo, característico del cromo VI (ver Ecuación 4.5 ). Por otro lado, la oxidación del cromo permite que el límite de detección sea del orden de 10 a 90 ppm, mientras que con la escala colorimétrica de cromo III, el rango se encuentra entre los 80 y 1 000 ppm.



#### Ecuación 4.5

#### 4.2.2. PRINCIPIO

La determinación de cromo en soluciones de recurtido, previa oxidación con peróxido de sodio, se realiza mediante la comparación visual colorimétrica de las soluciones con una escala de 10 a 50 ppm. Dicha escala, es preparada a partir de una solución de curtido de concentración conocida, oxidada a cromo VI e inertizada con formol, con el fin de evitar el desarrollo de microorganismos y por tanto de turbidez en las soluciones estándar.

#### 4.2.3. OBJETIVO

Determinar la concentración de cromo VI en las soluciones de recurtido por comparación colorimétrica con una gama de colores amarillos, preparados como patrones a partir de una solución de curtido de concentración conocida.

#### 4.2.4. PARTE EXPERIMENTAL

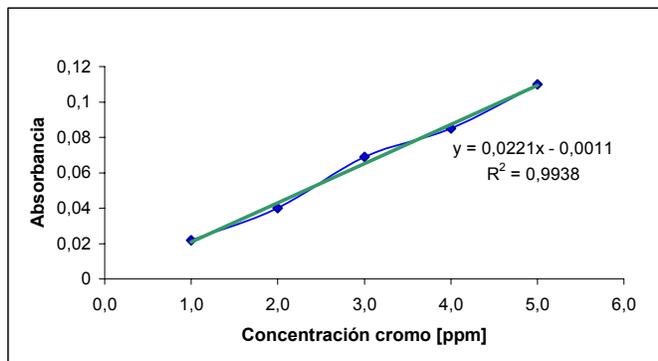
##### CUANTIFICACIÓN DE SOLUCIÓN DE RECURTIDO

Las soluciones de recurtido fueron proporcionadas por la curtiembre “Flores”, Entre las características físicas de la muestra, en general, éstas presentan color pardo, sólidos suspendidos y crecimiento de hongos.

La cuantificación de la solución de recurtido (C-2) se realizó con un espectrofotómetro de absorción atómica, para tal efecto se construyó una curva de calibración de acuerdo a los datos de la Tabla 4.11. Es importante señalar que la determinación por absorción atómica, implica una alta dilución de las muestras. Por ello, se hace un tratamiento estadístico que valida el rango del error introducido, principalmente, por las diluciones (ver más adelante).

**Tabla 4.11** Construcción de curva  
De calibración

Concentración vs. Absorbancia	
Patrón [ppm]	Absorbancia
1.0	0.022
2.0	0.04
3.0	0.069
4.0	0.085
5.0	0.11



La muestra C-2, previamente filtrada e inertizada con formol fue diluida 1:10 (C-2-1) para la lectura en un espectrofotómetro de absorción atómica. Las lecturas se reportan en la Tabla 4.12.

**Tabla 4.12** Cuantificación muestra C-2-1 por EAA

Cuantificación de la muestra C-1 en EAA		
Código	Absorbancia [y]	Concentración [x] [ppm]
Muestra C-2-1	0.094	4.6

Cálculo de la concentración de la muestra C-2-1 por regresión lineal aplicando la Ecuación 4.6

$$x = \frac{y + 0,0011}{0,0221}$$

**Ecuación 4.6**

La corrección de concentración por factor de dilución de la muestra C-2 se reporta en la Tabla 4.13.

**Tabla 4.13** Concentración de la solución de recurtido

Concentración de solución [ppm]	Facto de dilución	Concentración Muestra C-2 [ppm]
4.6	10	46

#### OXIDACIÓN DE MUESTRAS DE RECURTIDO

Para la oxidación de soluciones de recurtido, se construyó un procedimiento normalizado de operación (PNO), basado en un método estándar, el cual se describe a continuación.

CNI CPTS GEARENA IIQ	Método para determinar la concentración de cromo en soluciones de curtido y recurtido	Procedimiento Normalizado de Operación
<b>Oxidación de Cromo trivalente a Cromo hexavalente con peróxido de sodio para soluciones de recurtido</b>		
<p><b>1. Discusión general</b>                  El método utilizado es <b>SM 3500-Cr D</b>.  <b>Principio.</b> Este procedimiento oxida el cromo III (<math>Cr^{3+}</math>) a cromo VI (<math>Cr^{6+}</math>) usando peróxido de sodio (<math>Na_2O_2</math>) al 99% de pureza, bajo calentamiento leve para acelerar la velocidad de reacción.</p>		
<p><b>2. Equipos</b>                  Baño de arena o estufa de 300 W.</p>		
<p><b>3. Reactivos</b>                  a. Cristales de <math>Na_2O_2</math> del 99 %</p>		

<p><b>4. Procedimiento</b></p> <p>a. <i>Oxidación:</i></p> <p>Pipetear un volumen determinado de la muestra, previamente filtrada en un vaso de precipitados de 100 mL.</p> <p>Agregar aproximadamente 0.5 g de Na<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 99% medido en una espátula tipo cucharilla directamente sobre la solución.</p> <p>Calentar la solución por no más de 2 a 3 s.</p> <p>Enfriar y filtrar la solución obtenida con un papel Whatmann No. 40</p>
<p><b>5. Cálculos</b></p> <p>No se aplican a este procedimiento</p>
<p><b>6. Abreviaturas</b></p> <p>No se aplican a este procedimiento</p>
<p><b>7. Reacciones</b></p> $\text{Cr}^{3+} + 3\text{OH}^- \rightarrow \text{Cr}(\text{OH})_3$ $\text{Cr}(\text{OH})_3 + \text{OH}^- \rightarrow \text{CrO}_2^- + 2\text{H}_2\text{O}$ $2\text{CrO}_2^- + 3\text{Na}_2\text{O}_2 \rightarrow 2\text{CrO}_4^{2-} + 6\text{Na}^+ + \text{O}_2$

#### SELECCIÓN DEL RANGO PARA LA ESCALA COLORIMÉTRICA

Para la selección del rango de la escala colorimétrica se aplicó un tratamiento lógico, donde las variables son concentración<sup>4</sup>, visibilidad<sup>5</sup> y distinguibilidad<sup>6</sup>. Cada solución de diferente concentración, fue evaluada en visibilidad y distinguibilidad, calificándose con el número 0 si el resultado es negativo y como 1 si es positivo. Es decir, si el usuario percibe color en la solución contenida en el tubo de ensayo (el color es visible) es positivo y se asigna el número 1, si no percibe color, es negativo (el color no es visible) y se asigna el número 0. Si comparando un tubo de ensayo con el tubo siguiente o anterior, de manera que se distinga entre ambos, y el resultado es positivo, entonces se asigna el número 1 y si no, se asigna el número 0. Al finalizar las pruebas, se multiplican los números obtenidos tanto en visibilidad como en distinguibilidad sobre una misma concentración, asignado la palabra **SI** al resultado igual a 1 y con la palabra **NO** al resultado igual a 0.

Las soluciones con la palabra **SI** ingresan dentro del rango del *kit*, obteniéndose de esta forma los límites máximos y mínimos de detección.

De la misma forma que en el caso de los límites de detección en soluciones de curtido, se prepararon dos series de soluciones de cromo VI, una serie a partir de una sal de cromo VI y la segunda a partir de una solución de curtido cuantificada (reportada en la Tabla 4.3) y luego oxidada con peróxido de sodio.

<sup>4</sup> La concentración se da como un valor entero de concentración como cromo III.

<sup>5</sup> La visibilidad se refiere a que una solución presente el color suficiente para ser vista por el usuario.

<sup>6</sup> La distinguibilidad se refiere a que el usuario pueda distinguir una solución de la inmediata superior e inferior en concentración.

Las dos series contienen soluciones en el rango de 1 a 150 ppm. Los resultados obtenidos se tabulan en la Tabla 4.14.

**Tabla 4.14.** Límites de detección para la determinación de cromo en soluciones de recurtido

Curva con solución de cromato de potasio				Curva con solución de curtido de 2 500 ppm				
Concentración	Unidad	Visible	Distinguible	Concentración	Unidad	Visible	Distinguible	Elegible
1,0	ppm	0	0	1,0	ppm	0	0	NO
2,5	ppm	1	0	2,5	ppm	1	0	NO
5,0	ppm	1	1	5,0	ppm	1	0	NO
10	ppm	1	1	10	ppm	1	1	SI
20	ppm	1	1	20	ppm	1	1	SI
30	ppm	1	1	30	ppm	1	1	SI
40	ppm	1	1	40	ppm	1	1	SI
50	ppm	1	1	50	ppm	1	1	SI
60	ppm	1	1	60	ppm	1	0	SI
70	ppm	1	1	70	ppm	1	0	SI
80	ppm	1	1	80	ppm	1	0	SI
90	ppm	1	1	90	ppm	1	0	NO
100	ppm	1	1	100	ppm	1	0	NO
110	ppm	1	1	110	ppm	1	0	NO
120	ppm	1	0	120	ppm	1	0	NO
130	ppm	1	0	130	ppm	1	0	NO
140	ppm	1	0	140	ppm	1	0	NO
150	ppm	1	0	150	ppm	1	0	NO

El límite máximo y mínimo para determinar cromo en soluciones de recurtido es de 90 ppm y 10 ppm, respectivamente, determinado en función de visibilidad y distinguibilidad entre soluciones de cromo VI a distintas concentraciones.

#### PREPARACIÓN DE SOLUCIONES ESTÁNDARES COMPARATIVAS

Inicialmente, las soluciones estándares comparativas fueron preparadas a partir de una solución de curtido de 100 ppm, las cuales fueron oxidadas con peróxido de sodio y verificadas con un espectrofotómetro de absorción atómica. Sin embargo, se ha visto por conveniente preparar dichos estándares a partir de una sal de cromato p.a. (cromato de potasio del 99,95% de pureza).

Se ha preparado una solución madre de 1 000 ppm, para luego preparar las soluciones estándares comparativas.

Las diluciones para la preparación de las soluciones estándares se han realizado con micropipetas de 500 y 1 000  $\mu$ L aforados en matraces de 50 mL. Las alícuotas de la solución madre para cada solución estándar se resume en la Tabla 4.15.

**Tabla 4.15** Dilución de solución madre para la escala colorimétrica de recurtido

Concentración para cada tubo [ppm]	Alícuota solución madre (V <sub>alícuota</sub> ) [μL]	Error de micropipeta (ΔV <sub>alícuota</sub> )	Volumen aforado [mL] (V <sub>aforado</sub> )	Error del matraz (ΔV <sub>aforado</sub> )
10	500	3	50	0,06
20	1 000	6	50	0,06
30	1 500	9	50	0,06
40	2 000	12	50	0,06
50	2 500	15	50	0,06

**ERROR DEL MÉTODO PARA CADA SOLUCIÓN ESTÁNDAR COMPARATIVA**

El error del método se reporta en base a la propagación de errores que sufre la solución estándar comparativa en el momento de la dilución. Sin embargo, antes de determinar el error de cada solución estándar, se debe calcular el error de la solución madre de cromato de potasio de 1 000 ppm, aplicando, también la propagación de errores, según la Ecuación 4.7.

Donde:

ΔC<sub>sol madre</sub> = error de concentración de la solución madre

C<sub>sol. madre</sub> = concentración de la solución madre = 1 000 ppm

Δm<sub>balanza</sub> = error de la balanza = 0,0001 g

M<sub>peso de K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub></sub> = 0,9341 g

ΔV<sub>aforado</sub> = error de matraz = 0,15

V<sub>aforado</sub> = volumen de aforo en el matraz = 250 mL

$$\Delta C_{\text{sol. madre}} = C_{\text{Sol. madre}} \left( \frac{\Delta m_{\text{peso}}}{m_{\text{peso K}_2\text{CrO}_4}} + \frac{\Delta V_{\text{aforado}}}{V_{\text{aforado}}} \right)$$

**Ecuación 4.7**

**Tabla 4.16** Error de la solución madre de cromato de potasio

Concentración de solución madre [ppm]	Error de la solución madre
1 000	0,7

Para el cálculo de la propagación de errores, es necesario conocer el error de los materiales volumétricos utilizados en las diluciones reportadas en la Tabla 4.15 y el error de la concentración de la solución madre de cromato de potasio reportada en la Tabla 4.16.

En el cálculo del error de cada solución estándar comparativa se aplica la Ecuación 4.8 y haciendo uso de los datos reportados en las Tabla 4.15 y Tabla 4.16, se genera la Tabla 4.17, donde se reporta la concentración de cada solución estándar comparativa con su error.

Donde:

$\Delta C_{\text{tubo}}$  = error de concentración de la disolución contenida en cada uno de los tubos

$C_{\text{tubo}}$  = concentración de la disolución contenida en cada uno de los tubos

$\Delta V_{\text{alícuota}}$  = error de la micropipeta

$V_{\text{alícuota}}$  = volumen de la alícuota medida en una micropipeta

$\Delta C_{\text{sol. madre}}$  = error de concentración de la solución madre = 0,7

$C_{\text{sol. madre}}$  = concentración de la solución madre = 1000

$\Delta V_{\text{aforado}}$  = error del matraz

$V_{\text{aforado}}$  = volumen de aforo en el matraz

$$\Delta C_{\text{tubo}} = C_{\text{tubo}} \left( \frac{\Delta V_{\text{alícuota}}}{V_{\text{alícuota}}} + \frac{\Delta C_{\text{sol.madre}}}{C_{\text{sol.madre}}} + \frac{\Delta V_{\text{aforado}}}{V_{\text{aforado}}} \right)$$

**Ecuación 4.8**

**Tabla 4.17** Reporte de errores por cada tubo del kit colorimétrico de recurtido

Concentración para cada tubo [ppm]	Error de tubo ( $\Delta C_{\text{tubo}}$ )
10	± 0,1
20	± 0,2
30	± 0,3
40	± 0,4
50	± 0,5

**ERROR DEL MÉTODO PARA REPORTAR LA CONCENTRACIÓN DEL CROMO EN SOLUCIONES DE RECURTIDO**

Para comparar el color entre la solución de recurtido y las soluciones de *kit*, es necesario que la muestra se oxide y se diluya 20:100, con un factor de dilución igual a 5.

Si la muestra de recurtido, al momento de comparar con los tubos, por ejemplo, cae en el tubo de 10 ppm, entonces la concentración de la muestra de recurtido original se calcula aplicando la Ecuación 4.9, siendo igual a 0,01 g/L, para el ejemplo dado.

$$C_{\text{recurtido}} = \frac{C_{\text{tubo}} \text{ g}}{1 \text{ L}} \times \frac{1 \text{ g}}{1000 \text{ mg}}$$

**Ecuación 4.9**

Las concentraciones de las soluciones de recurtido que se obtendrían se reporta en la Tabla 4.18.

**Tabla 4.18** Predicción de la concentración de cromo en soluciones de recurtido

Si la muestra se compara con el tubo	Concentración del recurtido (C <sub>recurtido</sub> ) [ppm]
10	50
20	100
30	150
40	200
50	250

La concentración de la solución de recurtido se reportará con el error calculado de acuerdo a la Ecuación 4.10, utilizando los datos reportados en la

Tabla 4.19.

$$\Delta C_{\text{recurtido}} = C_{\text{recurtido}} \left( \frac{\Delta V_{\text{alícuota recurtido}}}{V_{\text{alícuota recurtido}}} + \frac{\Delta C_{\text{tubo}}}{C_{\text{tubo}}} + \frac{\Delta V_{\text{aforado}}}{V_{\text{aforado}}} \right)$$

**Ecuación 4.10**

**Donde:**

$\Delta C_{\text{recurtido}}$  = error de concentración de la muestra de recurtido

$C_{\text{recurtido}}$  = concentración de la muestra de recurtido

$\Delta V_{\text{alícuota recurtido}}$  = error de la probeta = 1

$V_{\text{alícuota recurtido}}$  = volumen de la muestra de curtido medida en la probeta = 20

$\Delta C_{\text{tubo}}$  = error de concentración de la disolución contenida en cada uno de los tubos

$C_{\text{tubo}}$  = concentración de la disolución contenida en cada uno de los tubos

$\Delta V_{\text{aforado}}$  = error de la probeta = 1

$V_{\text{aforado}}$  = volumen de aforo en la probeta = 100

**Tabla 4.19** Datos para el cálculo del error para reportar la concentración de cromo en soluciones de recurtido.

Concentración para cada tubo (C <sub>tubo</sub> ) [ppm]	Error del tubo (ΔC <sub>tubo</sub> )	Alícuota de la muestra curtido (V <sub>alícuota recurtido</sub> ) [mL]	Error de probeta (ΔV <sub>alícuota</sub> )	Volumen aforado (V <sub>aforado</sub> ) [mL]	Error de la probeta (ΔV <sub>aforado</sub> )
10,0	+ 0,1	20	1	100	1
20,0	+ 0,2	20	1	100	1
30,0	+ 0,3	20	1	100	1
40,0	+ 0,4	20	1	100	1
50,0	+ 0,5	20	1	100	1

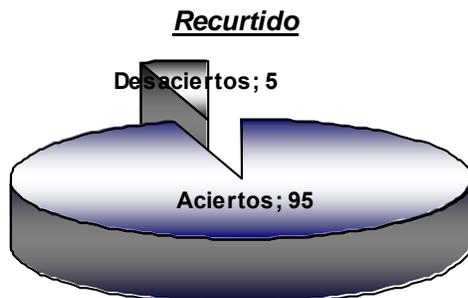
En la Tabla 4.20 se reporta el error con que se determina el cromo en las solución de recurtido original.

**Tabla 4.20** Expresión de error en la determinación de cromo en soluciones de recurtido original

Concentración del curtido ( $C_{\text{curtido}}$ ) [ppm]	Error de la solución de curtido ( $\Delta C_{\text{curtido}}$ ) [ppm]
50	3
100	7
150	10
200	14
250	17

#### ESTADÍSTICA COMPARATIVA DEL MÉTODO COLORIMÉTRICO

A objeto de precisar la distinguibilidad de las tonalidades entre una solución desconocida y las soluciones estándar del *kit*, se realizó un prueba estadística comparativa, en la cual, se seleccionaron 4 muestras de soluciones de recurtido oxidadas a cromo VI y de concentración conocida, dentro de un rango alto, 80 y 90 ppm, y un rango bajo, 20, 30 y 40 ppm. Cada muestra fue comparada con el *kit* colorimétrico de recurtido por 30 estudiantes de la carrera de Ciencias Químicas de la UMSA. Los resultados de la encuesta se muestran en la Gráfica 4.4.



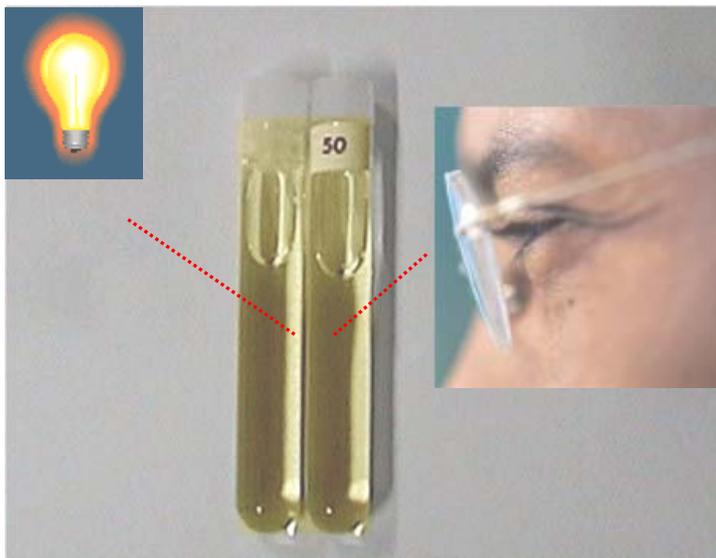
**Gráfica 4.4** Reporte encuesta general para soluciones de recurtido

La determinación de cromo oxidado en soluciones de recurtido a través del *kit* colorimétrico es factible en un 95%, es decir de cada 100 personas que determinen la concentración de cromo en soluciones de recurtido, previa oxidación con peróxido de sodio, a través del *kit* colorimétrico, 95 personas reportarán la concentración correcta.

Para el caso de la escala de recurtido, el rango alto hasta 60 ppm, fue eliminado, como consecuencia del bajo porcentaje de aciertos durante las pruebas de comparación. Debido a la estadística comparativa, se vio por conveniente variar el rango del *kit* colorimétrico de recurtido de 10 a 50 ppm. Implicando una dilución de la muestra de recurtido oxidada antes de la comparación con los estándares del *kit*.

## OBSERVACIONES

De las comparaciones realizadas y del universo de observadores, surge como recomendación general que, la comparación visual debe ser realizada, preferentemente, viendo los tubos en 45° de inclinación y de manera opuesta a una fuente de luz (ver Figura 4.2).



**Figura 4.2** Comparación de la muestra de recurtido con una solución estándar del *kit*

## 5. VALIDACIÓN DEL MÉTODO CON OPERARIOS DE PLANTA

El método colorimétrico, fue probado con los operarios de la curtiembre “Flores”, con el fin de realizar los ensayos en campo.

La determinación de cromo en soluciones de curtido, fue realizada exitosamente por los operarios sin mostrar dificultad durante el proceso de muestreo, filtración, dilución y/o comparación de colores.

La utilización de los materiales de plástico (probeta graduada) para la dilución de la muestra tuvo mayor aceptación que los materiales de vidrio (matraz aforado, pipeta volumétrica), por parte de los operarios, quien en su criterio, indican que los materiales de plástico son mas resistentes y de fácil manejo.

En cuanto a la comparación de colores de una muestra de curtido diluida con los patrones del *kit*, los operarios mostraron gran capacidad de comparación de colores. Para verificar los datos obtenidos, se comprobó la concentración de cromo determinada por los operarios en un equipo de absorción atómica. Los resultados fueron satisfactorios, ya que en la curtiembre, el operario determinó una concentración de 600 ppm, y en el equipo de absorción atómica se obtuvo un resultado de 616 ppm.

En las pruebas con los operarios para la determinación de cromo en soluciones de recurtido, se ha visto conveniente, la adición de una estufa eléctrica para las pruebas de oxidación. Subsanao este inconveniente, la determinación de cromo en soluciones de recurtido con oxidación fue llevada

exitosamente por los operarios. De la misma forma, la concentración de cromo determinada por los operarios en una solución de recurtido fue verificada por comparación con muestras determinadas en el equipo de absorción atómica. Los resultados obtenidos mostraron que el operario determinó una concentración de 40 ppm y en el absorción atómica se determinó una concentración de 37 ppm.

## 6. PRESUPUESTO PARA LA ELABORACIÓN DEL *KIT*

En la Tabla 6.21 se detallan los costos de cada material usado para la elaboración del *kit* colorimétrico para la determinación de cromo en soluciones de curtido y recurtido.

**Tabla 6.21** Presupuesto para la elaboración de un *kit* colorimétrico

Item	Material	Cantidad [unidad]	Costo unitario [US\$/unidad]	Costo total [US\$]
A	Envase de plástico para toma de muestra	1	0.38	0.38
B	Papel filtro cortado	10	0.13	1.25
C	Vaso de vidrio de 100 mL	2	3.75	7.50
D	Probeta plástica de 100 mL	1	3.13	3.13
E	Tela plástica 1 m	1	1.25	1.25
F	Tubo de ensayo con tapa	20	0.63	12.50
G	Peróxido de sodio	20	0.03	0.60
H	Cucharilla pequeña (espátula)	1	5.63	5.63
I-J	Gradilla	2	7.50	15.00
K	Hornilla eléctrica	1	1.88	1.88
L	Caja de metal	1	7.50	7.50
Costo total para elaboración de un <i>kit</i>				<b>56.60</b>

## 7. CONCLUSIONES

Se desarrollaron dos métodos analíticos para el análisis de cromo en soluciones de curtido y recurtido:

- El primero, consta de una escala colorimétrica en tonalidades de verde-azulado, construida a partir de una solución de curtido en un rango de 80 a 1 000 ppm. El método permite la determinación de la concentración de cromo, como cromo III, en soluciones de curtido y recurtido que no presenten color diferente de verde. La precisión del método permite la determinación en un rango de  $\pm 0,04$  a  $\pm 0,3$  g/L de cromo III.
- El segundo, consta de una escala colorimétrica en tonalidades de amarillo, construida a partir de una solución con solución de curtido oxidada a cromo VI en un rango de 10 a 50 ppm. El método permite la determinación de la concentración de cromo, como cromo VI, en soluciones de recurtido que presenten color diferente de verde. La precisión del método permite la determinación en un rango de  $\pm 3$  a  $\pm 17$  ppm de cromo VI.

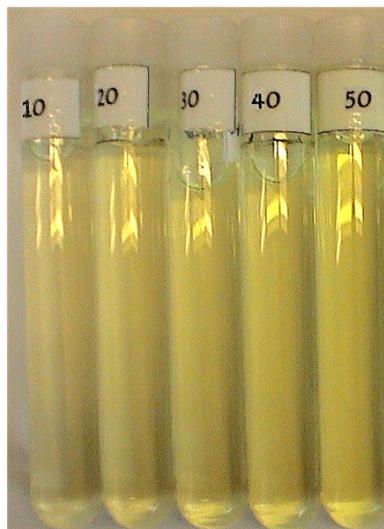
## 8. ANEXOS

### 8.1. FOTOGRAFÍAS DE LAS ESCALAS COLORIMÉTRICAS

La gama de colores del *kit* colorimétrico, tanto para soluciones de curtido, como para soluciones de recurtido, se muestra en las Figuras 8.1 y 8.2.



**Figura 8.1** Soluciones estándares comparativas del *kit* de curtido



**Figura 8.2** Soluciones estándares comparativas del *kit* de recurtido

### 8.2. INSTRUCCIONES PARA LA DETERMINACIÓN DE CROMO EN SOLUCIONES DE CURTIDO Y RECURTIDO

---

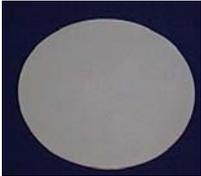
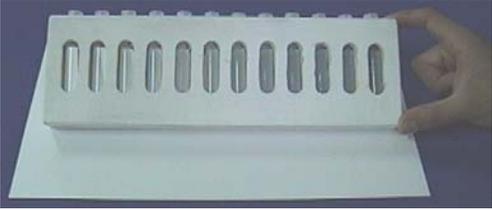
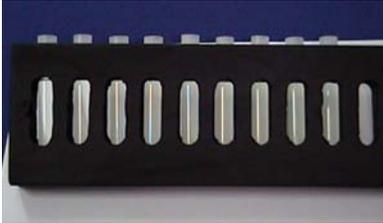
---

**INSTRUCCIONES DEL *KIT*  
COLORIMÉTRICO PARA LA  
DETERMINACIÓN DE CROMO EN  
SOLUCIONES DE CURTIDO Y  
RECURTIDO**

---

---

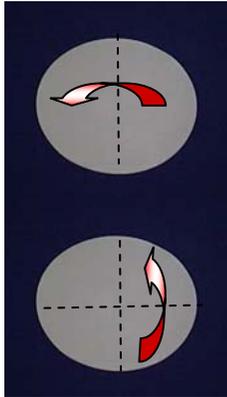
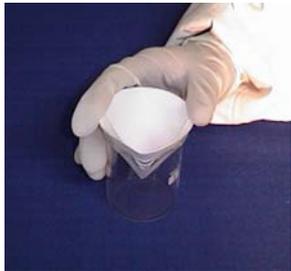
## Materiales del *Kit* para la determinación de cromo en soluciones de curtido y recurtido

A	Envase de plástico para toma de muestra		F	Tubo de ensayo de vidrio	
B	Papel filtro		G	Reactivo (peróxido de sodio)	
C	Vaso de vidrio de 100 mL		H	Cucharilla pequeña	
D	Probeta plástica		I	Gradilla Blanca	
E	Tela plástica		J	Gradilla Negra	
			K	Hornilla eléctrica	

# Guía operativa para determinar la concentración del cromo en soluciones de curtido

## Cartilla A

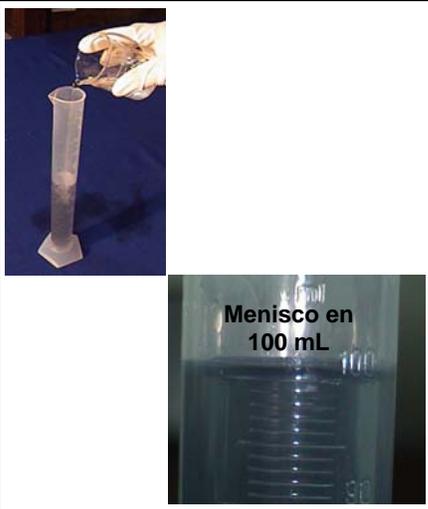
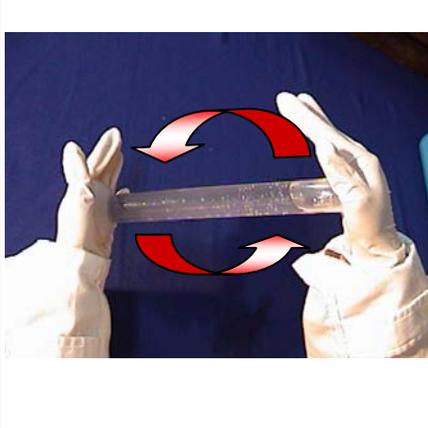
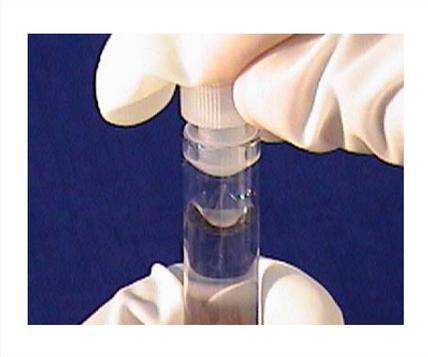
### Toma de muestras de soluciones de curtido o recurtido y su filtración

La Cartilla A indica la técnica para el muestreo y filtración de las soluciones de curtido y recurtido			
<p><b>Toma de muestra de solución de curtido</b></p> <p>1. Se toma una porción de muestra de la solución de curtido con el envase de plástico <b>A</b></p>		<p><b>Filtración de muestra de solución de curtido</b></p> <p>2. Doblar el papel filtro <b>B</b> en cuatro</p>	
<p>3. Abrir el papel filtro doblado en cuatro de tal forma que se obtenga un cono</p>		<p>4. Colocar el papel filtro doblado en forma de cono dentro del vaso de vidrio <b>C</b></p>	
<p>5. Verter la muestra de la solución de curtido del envase de plástico <b>A</b> sobre el filtro contenido en el vaso de vidrio. Tomar precauciones para que no existan rebalses, escurrimiento y/o goteos</p>		<p>6. Esperar que la muestra filtre completamente y añadir más muestra si es necesario hasta que se hayan filtrado aproximadamente 50 mL</p>	
<p>7. Retirar el papel filtro del vaso de vidrio y desecharlo</p> <p> Nunca usar dos veces el mismo filtro para distintas muestras</p>			

## Cartilla B

### Dilución de la muestra de curtido

La Cartilla B indica la técnica para la disolución e la muestra de curtido

<p><b>Dilución de muestra</b></p> <p>1. Verter la muestra filtrada en la probeta <b>D</b>, hasta el numero 20, esto es, 20 mL</p>	 <p>Menisco en 20 mL</p>	<p>2. Después de medir 20 mL de la muestra de solución de curtido, lentamente agregar agua con el otro vaso de vidrio directamente sobre la probeta hasta completar 100 mL</p>	 <p>Menisco en 100 mL</p>
<p>3. Cubrir la parte superior de la probeta con un pedazo de plástico <b>E</b> para cerrar la probeta</p>		<p>4. Tomar la probeta por los extremos ejerciendo presión con ambas manos. Girar la probeta de arriba a bajo lentamente para un buen mezclado</p>	
<p>5. Verter la solución de la probeta en el tubo de ensayo <b>F</b></p>		<p>6. Cerrar el tubo de ensayo con su tapa de plástico</p>	
<p>7. Comparar el color del tubo <b>F</b> de acuerdo a la <b>Cartilla D</b></p>			

Para la toma de muestra y filtración de la muestra, ver la **Cartilla A**

Si la muestra de recurtido presenta color verde, verter la muestra en el tubo de ensayo F y compararlo con la gama de colores de la **Cartilla D**

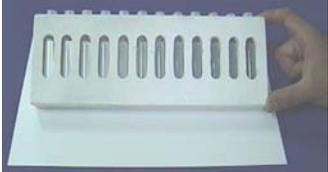
Si la muestra presente un color diferente de verde, ver la **Cartilla C**

## Cartilla C Oxidación de la muestra de recurtido

La Cartilla C indica la técnica para la oxidación de la muestra de recurtido			
<p><b>Oxidación de la muestra de recurtido</b></p> <p>1. En la muestra filtrada añadir una pizca del reactivo contenido en el frasco de plástico G con la cucharilla H</p>		<p>2. Colocar cuidadosamente el vaso de vidrio con la muestra y el reactivo sobre la hornilla eléctrica encendida K</p>	
<p>3. Calentar la muestra hasta antes de ebullición, retirar el vaso cuidadosamente y dejar enfriar</p> <p>4.  La muestra no debe hervir, si esto pasara, lavar el material y repetir el proceso desde el principio</p> <p>5.  Se adiciona más reactivo, si la espuma formada presenta un color verdusco</p> <p>6.  Nunca filtrar la muestra en caliente</p>		<p>7. Una vez enfriada la muestra, filtrar la muestra en un papel filtro preparado según la <b>Cartilla A</b></p> <p>8. Diluir la muestra según la <b>Cartilla B</b></p>	
<p>9. Verter la muestra filtrada en el tubo de ensayo F</p>		<p>10. Cerrar el tubo de ensayo con su tapa de plástico</p>	
<p>11. Comparar el color del tubo de ensayo F de acuerdo a la <b>Cartilla E</b></p>			

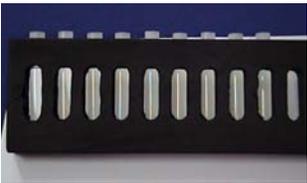
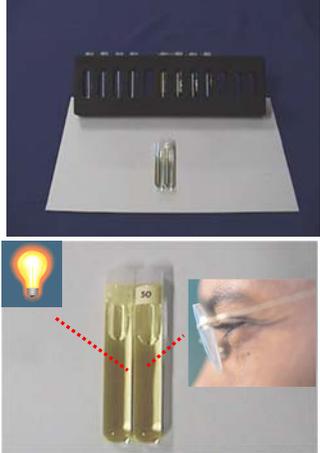
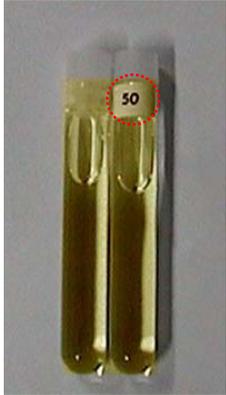
## Cartilla D

### Comparación de las muestras de curtido con la escala colorimétrica

La Cartilla D indica la técnica para la comparación de las muestras de curtido con la escala colorimétrica verde																													
<p style="color: #008080; text-align: center;"><b>Comparación de colores de soluciones de curtido</b></p> <p>1. Si la muestra proviene de la solución de curtido, comparar el color del tubo <b>F</b> con la gradilla de colores <b>I</b></p>		<p>2. Comparar cada tubo de ensayo F de la muestra sobre fondo blanco, a 45° de inclinación con respecto de una fuente de luz</p> <p>3. Sacar un tubo de la gradilla y colocarlo junto al tubo con la muestra. Observar las tonalidades</p> <p>4. Si el color del tubo de la muestra no coincide con el color del tubo de la gradilla, prosiga la comparación de tonalidades hasta que ambos tubos coincidan</p>	 																										
<p>5. Cuando se haya seleccionado el tubo de ensayo que coincida con el tonalidad de la muestra, leer el número que indica el tubo de la gradilla y revisar la <b>Tabla 1</b></p>		<p>6. En la <b>Tabla 1</b> se indica la concentración de la solución de curtido de acuerdo al tubo de ensayo elegido</p>	<table border="1" style="margin: auto; border-collapse: collapse; width: 80%;"> <thead> <tr> <th style="padding: 5px;">Si la muestra se compara con el tubo</th> <th style="padding: 5px;">Concentración del curtido [g/L]</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td style="text-align: center;">80</td><td style="text-align: center;">0,40</td></tr> <tr><td style="text-align: center;">90</td><td style="text-align: center;">0,45</td></tr> <tr><td style="text-align: center;">100</td><td style="text-align: center;">0,50</td></tr> <tr><td style="text-align: center;">200</td><td style="text-align: center;">1,00</td></tr> <tr><td style="text-align: center;">300</td><td style="text-align: center;">1,5</td></tr> <tr><td style="text-align: center;">400</td><td style="text-align: center;">2,0</td></tr> <tr><td style="text-align: center;">500</td><td style="text-align: center;">2,5</td></tr> <tr><td style="text-align: center;">600</td><td style="text-align: center;">3,0</td></tr> <tr><td style="text-align: center;">700</td><td style="text-align: center;">3,5</td></tr> <tr><td style="text-align: center;">800</td><td style="text-align: center;">4,0</td></tr> <tr><td style="text-align: center;">900</td><td style="text-align: center;">4,5</td></tr> <tr><td style="text-align: center;">1000</td><td style="text-align: center;">5,0</td></tr> </tbody> </table> <p style="text-align: center; color: red; font-weight: bold;">Tabla 1</p>	Si la muestra se compara con el tubo	Concentración del curtido [g/L]	80	0,40	90	0,45	100	0,50	200	1,00	300	1,5	400	2,0	500	2,5	600	3,0	700	3,5	800	4,0	900	4,5	1000	5,0
Si la muestra se compara con el tubo	Concentración del curtido [g/L]																												
80	0,40																												
90	0,45																												
100	0,50																												
200	1,00																												
300	1,5																												
400	2,0																												
500	2,5																												
600	3,0																												
700	3,5																												
800	4,0																												
900	4,5																												
1000	5,0																												

## Cartilla E

### Comparación de las muestras de recurtido con la escala colorimétrica

La Cartilla E indica la técnica para la comparación de las muestras de recurtido con la escala colorimétrica amarilla																													
<p style="color: #008080; text-align: center;"><b>Comparación de colores de soluciones de recurtido</b></p> <p>1. Si la muestra proviene de la solución de recurtido y su color es verde, comparar el color del tubo F con la gradilla de colores I</p>		<p>2. Comparar cada tubo de ensayo F de la muestra sobre fondo blanco, a 45° de inclinación con respecto de una fuente de luz</p> <p>3. Sacar un tubo de la gradilla y colocarlo junto al tubo con la muestra. Observar las tonalidades</p> <p>4. Si el color del tubo de la muestra no coincide con el color del tubo de la gradilla, prosiga la comparación de tonalidades hasta que ambos tubos coincidan</p> <p>5. Cuando se haya seleccionado el tubo de ensayo que coincida con el color de la muestra, leer el número que indica el tubo de la gradilla y revisar la <b>Tabla 2</b></p> <p>6. En la <b>Tabla 2</b> se indica la concentración de recurtido de acuerdo al tubo de ensayo elegido</p>	<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse; text-align: center;"> <thead> <tr style="background-color: #cccccc;"> <th style="padding: 5px;">Si la muestra se compara con el tubo</th> <th style="padding: 5px;">Concentración del recurtido [g/L]</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td style="padding: 5px;">80</td><td style="padding: 5px;">0,40</td></tr> <tr><td style="padding: 5px;">90</td><td style="padding: 5px;">0,45</td></tr> <tr><td style="padding: 5px;">100</td><td style="padding: 5px;">0,50</td></tr> <tr><td style="padding: 5px;">200</td><td style="padding: 5px;">1,00</td></tr> <tr><td style="padding: 5px;">300</td><td style="padding: 5px;">1,5</td></tr> <tr><td style="padding: 5px;">400</td><td style="padding: 5px;">2,0</td></tr> <tr><td style="padding: 5px;">500</td><td style="padding: 5px;">2,5</td></tr> <tr><td style="padding: 5px;">600</td><td style="padding: 5px;">3,0</td></tr> <tr><td style="padding: 5px;">700</td><td style="padding: 5px;">3,5</td></tr> <tr><td style="padding: 5px;">800</td><td style="padding: 5px;">4,0</td></tr> <tr><td style="padding: 5px;">900</td><td style="padding: 5px;">4,5</td></tr> <tr><td style="padding: 5px;">1000</td><td style="padding: 5px;">5,0</td></tr> </tbody> </table> <p style="text-align: center; color: red; font-weight: bold;">Tabla 2</p>	Si la muestra se compara con el tubo	Concentración del recurtido [g/L]	80	0,40	90	0,45	100	0,50	200	1,00	300	1,5	400	2,0	500	2,5	600	3,0	700	3,5	800	4,0	900	4,5	1000	5,0
Si la muestra se compara con el tubo	Concentración del recurtido [g/L]																												
80	0,40																												
90	0,45																												
100	0,50																												
200	1,00																												
300	1,5																												
400	2,0																												
500	2,5																												
600	3,0																												
700	3,5																												
800	4,0																												
900	4,5																												
1000	5,0																												
<p style="color: #008080; text-align: center;"><b>Comparación de colores de soluciones de recurtido con color</b></p> <p>1. Si la muestra proviene de la solución de recurtido y su color es diferente de verde, proceder como se indica en la <b>Cartilla C</b> y comparar el color del tubo de ensayo F con la gradilla de colores J</p>		<p>2. Comparar cada tubo de ensayo F de la muestra sobre fondo blanco, a 45° de inclinación con respecto de una fuente de luz</p> <p>3. Sacar un tubo de la gradilla y colocarlo junto al tubo con la muestra. Observar las tonalidades</p> <p>4. Si el color del tubo de la muestra no coincide con el color del tubo de la gradilla, prosiga la comparación de tonalidades hasta que ambos tubos coincidan</p>																											
<p>5. Cuando se haya seleccionado el tubo de ensayo que coincida con el color de la muestra, leer el número que indica el tubo de la gradilla y revisar la <b>Tabla 3</b></p>		<p>6. En la <b>Tabla 3</b> se indica la concentración de la solución de recurtido de acuerdo al tubo de ensayo elegido</p>	<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse; text-align: center;"> <thead> <tr style="background-color: #cccccc;"> <th style="padding: 5px;">Si la muestra se compara con el tubo</th> <th style="padding: 5px;">Concentración del recurtido [mg/L]</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td style="padding: 5px;">10</td><td style="padding: 5px;">10</td></tr> <tr><td style="padding: 5px;">20</td><td style="padding: 5px;">20</td></tr> <tr><td style="padding: 5px;">30</td><td style="padding: 5px;">30</td></tr> <tr><td style="padding: 5px;">40</td><td style="padding: 5px;">40</td></tr> <tr><td style="padding: 5px;">50</td><td style="padding: 5px;">50</td></tr> </tbody> </table> <p style="text-align: center; color: red; font-weight: bold;">Tabla 3</p>	Si la muestra se compara con el tubo	Concentración del recurtido [mg/L]	10	10	20	20	30	30	40	40	50	50														
Si la muestra se compara con el tubo	Concentración del recurtido [mg/L]																												
10	10																												
20	20																												
30	30																												
40	40																												
50	50																												

