

ZUBÍA	13	119-129	Logroño	1995
-------	----	---------	---------	------

**DETERMINACIÓN DE TELURO(IV) Y TELURO (VI):
ESTUDIO COMPARATIVO DE DIVERSOS MÉTODOS.
ANÁLISIS DE TELURO EN ADITIVOS PARA LA
FABRICACIÓN DE CAUCHOS Y GOMAS***

Félix Gallarta González
Jesús Sanz Asensio**
Javier Galbán Bernal*****

RESUMEN

La fabricación de cauchos y gomas requiere el empleo de sales orgánicas de teluro que actúan como catalizadores. El principal inconveniente del análisis de estos compuestos es su disolución, debido a su baja solubilidad en agua. En este trabajo se propone una disgregación ácida con ácido sulfúrico y peróxido de hidrógeno como el método más sencillo y que consume un tiempo aceptable, unos 25 minutos. Una vez puesta la muestra en disolución se analiza mediante varios métodos bien establecidos, tanto volumétricos como instrumentales. Los resultados obtenidos son similares para todos ellos pero inferiores al suministrado por el fabricante. Los métodos volumétricos y gravimétricos son capaces de diferenciar entre Te(IV) y Te(VI), sin embargo los métodos instrumentales estudiados únicamente analizan el contenido total de teluro. Asimismo, se pone a punto un nuevo método de determinación de Te(IV) mediante Espectrometría de Absorción Molecular en Fase Gas (EAMFG) tras la generación de su hidruro. Se optimizan las variables que afectan a los procesos de reacción y medida: medio de reacción, volumen y concentración de borohidruro, tiempo de reducción, volumen y concentración de la disolución ácida añadida y caudal de nitrógeno. El espectro de absorción de los gases generados a partir de Te(IV) es similar al obtenido a partir de Te(VI). El aspecto más importante de esta optimización es la posibilidad de generar el hidruro desde medio ácido o básico. Finalmente se obtienen las características analíticas de la determinación.

Palabras clave: catalizador de teluro, disgregación con $H_2SO_4+H_2O_2$, teluro(IV), teluro(VI), hidruro de teluro.

Several organic salts of tellurium are used as catalysts for synthetic rubber making. The bigger problem of analysis of these compounds is obtaining a suitable aqueous solution, because their solubility in water is small. In this work a treatment with sulphuric acid and hydro-

* Recibido el 20 de diciembre de 1993. Aprobado el ???.

** Departamento de Química (Área de Química Analítica), Universidad de La Rioja, Obispo Bustamante, 3, 26001 Logroño (La Rioja).

*** Departamento de Química Analítica, Facultad de Ciencias, Universidad de Zaragoza, 50009 Zaragoza.

gen peroxide is proposed. We consider this method is the easiest to reach homogeneous water solution. The time consumed is also correct because the treatment spends 25 minutes approximately. When the sample is prepared its analysis is carried out by well known volumetric and instrumental methods. The results obtained are similar, but they are smaller than the content indicated by the maker. Volumetric and gravimetric methods can differentiate Te(IV) from Te(VI), however instrumental methods studied only analyze all tellurium. A new method of Te(IV) determination by Gas Phase Molecular Absorption Spectrometry (GPMAS) after hydrogen telluride generation is studied. Experimental conditions affecting reaction and measure processes are optimized: reaction medium, borohydride volume and concentration, reduction time, volume and concentration of acid solution added and nitrogen flow-rate. Absorption spectrum of gases evolved from Te(IV) is similar to evolved from Te(VI). Hydride generation from acid or alkaline medium is the most important event of this optimization. Finally, analytical features of determination are obtained.

Key words: tellurium catalyst, H₂SO₄+H₂O₂ treatment, tellurium(IV), tellurium(VI), hydrogen telluride.

0. INTRODUCCIÓN

Como fruto del trabajo realizado en el grupo de investigación del Área de Química Analítica del Departamento de Química de la Universidad de La Rioja, se han publicado varios artículos sobre la generación y determinación de los hidruros de diversos elementos químicos: Sb (Sanz et al., 1988a; Sanz et al., 1988b; Sanz et al., 1990), Se (Sanz et al., 1988c), Pb (Sanz et al., 1989a; Sanz et al., 1989b), Ge (Sanz et al., 1990), As (Sanz et al., 1991), S (Sanz et al., 1992) y Bi (Sanz et al., 1993).

Otro de los elementos químicos capaces de generar hidruro volátil es el telurio. Dicho elemento posee dos estados de oxidación muy comunes en disolución acuosa: Te(IV) y Te(VI), a partir de los cuales es, a priori, posible generar su hidruro, H₂Te (hidruro de telurio o telururo de hidrógeno).

En este trabajo se plantean varios objetivos:

- La comparación de métodos clásicos y modernos para la determinación de telurio.
- La comprobación experimental de diversos métodos cuantitativos capaces de diferenciar Te(IV) de Te(VI).
- La generación del hidruro de telurio, H₂Te, a partir de Te(IV), y la posterior determinación de dicho hidruro mediante Espectrometría de Absorción Molecular en Fase Gas (EAMFG).
- El análisis de telurio en un aditivo catalítico utilizado para la fabricación de cauchos y gomas empleados como suela del calzado, mediante algunos de los métodos de determinación estudiados en los apartados anteriores.

1. BÚSQUEDA BIBLIOGRÁFICA

La revisión bibliográfica se ha centrado en la búsqueda de métodos de disolución y disgregación para realizar un tratamiento efectivo de la muestra orgánica que contiene el telurio a analizar, métodos de determinación de Te(IV) y/o Te(VI) mediante técnicas de análisis.

sis bien establecidas y métodos más actuales de determinación de diversas formas de teluro tras la generación de su hidruro.

1.1. Métodos de disolución y disgregación

Según la información suministrada por el fabricante, la muestra que se va a analizar contiene el teluro en forma de dietil-ditio-carbamato, además de polímeros orgánicos que actúan como estabilizantes. La muestra es soluble en ciertos disolventes orgánicos, como sulfuro de carbono, pero todos los estudios que se van a realizar se harán en disolución acuosa, por comodidad de manejo, por lo que es necesario llevar la muestra a disolución acuosa.

Dadas las características orgánicas de la muestra, se puede suponer, y de hecho así se demostró experimentalmente, que un tratamiento de disolución, ni en las condiciones más energéticas, como podría ser con agua regia a ebullición, sería capaz de disolver la muestra. Por lo tanto es necesario recopilar información sobre técnicas de disgregación (Burriel et al., 1983), haciendo hincapié en las que tratan muestras orgánicas de características similares a la nuestra.

1.2. Métodos clásicos de determinación

Los métodos clásicos de determinación de teluro son volumetrías red-ox o gravimetrías. En cuanto a las primeras, se determina Te(IV) mediante valoración por retroceso con Fe(II), del permanganato que no reacciona con Te(IV) (Vogel, 1960; Charlot, 1974). Es posible modificar el oxidante, Ce(IV), dicromato, etc., y el agente reductor valorante, As(III), Sb(III), yoduro, etc.

La determinación gravimétrica admite diversas variantes, pero en todos los casos el producto de pesada es teluro elemental obtenido por reducción de Te(IV) o de Te(IV) y (VI) simultáneamente, según el agente reductor empleado, Sn(II), sulfito, clorhidrato de hidracina, hipofosfito, etc. (Vogel, 1960; Charlot, 1974).

1.3. Métodos instrumentales de determinación

Los métodos instrumentales más sencillos, y de los que se dispone instrumentación asequible, son los basados en la espectrometría de absorción molecular, espectrometría de absorción atómica y espectrometría de emisión atómica con llama o mediante plasma acoplado inductivamente, y son los únicos que posteriormente se realizarán en la parte experimental.

La determinación mediante absorción molecular (EAM) se lleva a cabo mediante la reacción de Te(IV) con bismutiol II o tiourea (Marczenko, 1976). Dos variantes de la EAM en disolución son la nefelometría y la turbidimetría, basadas en la medida de la intensidad de la radiación que se refracta o atraviesa una suspensión o, mejor aún, una disolución coloidal. En este caso gel de teluro elemental obtenido por reducción con alguno de los reductores comentados anteriormente, y mantenido en suspensión con un agente emulsificante: goma arábiga, gelatina o poli-alcohol vinílico (Marczenko, 1976).

La determinación mediante espectrometría de absorción atómica (EAA) en disolución es una técnica muy conocida (Pinta, 1971), utilizando una llama de aire-acetileno como sistema de atomización. Una variante de este método es la espectrometría de emisión atómica (EEA) con llama de monóxido de nitrógeno-acetileno (Pinta, 1971).

Los métodos que combinan la EAA con la generación del hidruro de telurio son numerosos y recientes (Yamamoto et al, 1985; Petit et al, 1985). Otras técnicas combinadas con la generación de hidruro de telurio son: espectrometría de fluorescencia atómica (Yu et al, 1986) y EEA mediante plasma acoplado inductivamente (Zhang et al, 1989).

2. PARTE EXPERIMENTAL

En todas las pruebas realizadas se utilizaron reactivos de calidad analítica o mejores. Todas las disoluciones se llevaron a cabo con agua bidestilada de gran calidad. Las disoluciones más diluidas se prepararon en el momento de usarse a partir de otras más concentradas mediante la dilución adecuada.

2.1. Disolución

2.1.1. Aparatos, reactivos y disoluciones

Para llevar a cabo una disolución el material de laboratorio es sencillo y clásico: vaso de precipitados, agitador magnético y mechero de gas.

- Ácido clorhídrico concentrado, HCl (35% (m/v), 1.18 g/l). Panreac.
- Ácido nítrico concentrado, HNO₃ (60% (m/v), 1.38 g/l). Panreac.
- Hidróxido sódico, NaOH (lentejas, 97% (m/m)). Probus.

2.1.2. Procedimiento operativo y resultados

Como era de esperar los intentos de disolución de la muestra en fase acuosa resultaron infructuosos, dado el carácter orgánico de la misma. No se intentó la disolución en medio orgánico, por la dificultad añadida que resultaría al trabajar en este medio.

Se probaron distintos agentes de disolución, en la relación aproximada, 50 mL de disolvente + 0.1 g de muestra, con resultados totalmente negativos para todos ellos: agua a ebullición, HCl 6 F (frío y caliente), NaOH 6 F (frío y caliente), HNO₃ 10 F (frío y caliente) y agua regia en caliente.

2.2. Disgregación

2.2.1. Aparatos, reactivos y disoluciones

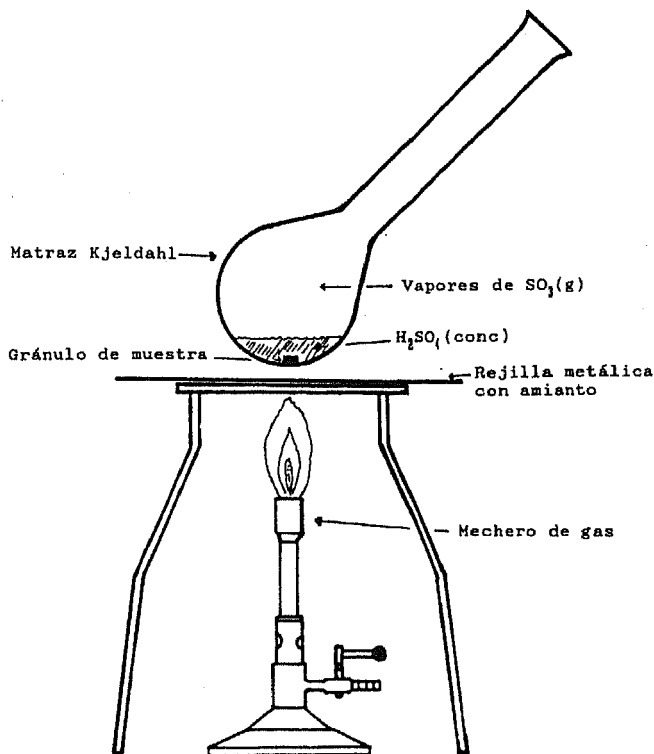
Para efectuar esta disgregación ácida-oxidante se necesita: matraz de disgregación Kjeldahl, trípode con rejilla y mechero de gas de gran potencia calorífica (Figura 1).

- Ácido clorhídrico concentrado, HCl (35% (m/v), 1.18 g/l). Panreac.
- Ácido nítrico concentrado, HNO₃ (60% (m/v), 1.38 g/l). Panreac.
- Ácido sulfúrico concentrado, H₂SO₄ (98% (m/v), 1.84 g/l). Panreac.
- Hidróxido sódico, NaOH (lentejas, 97% (m/m)). Probus.
- Peróxido de hidrógeno, H₂O₂ (33% (m/m)). Probus.

2.2.2. Procedimiento operativo y resultados

De las diversas posibilidades de disgregación, se comenzó trabajando con la más sencilla experimentalmente, H₂SO₄(c)+H₂O₂, por el hecho de no utilizar disgregantes sólidos y con la que se tenía experiencia propia (Belarra et al., 1986; Belarra et al., 1987; Sanz et al., 1988a).

Figura 1: Montaje para la disgregación con H_2SO_4 (conc)



El mecanismo de esta disgregación es poner el H_2SO_4 (c) (5 mL) a ebullición durante 10-15 minutos en un matraz Kjeldahl de 100 mL de capacidad, liberándose SO_3 (g) que es el verdadero agente disgregante-oxidante. Tras esta primera parte de la operación, el gránulo (0.05-0.15 g) de muestra desaparece y la disolución se torna de color negro, debido a la presencia de la materia orgánica descompuesta.

Una vez conseguido esto, se añade la disolución (5 mL) de peróxido de hidrógeno (33% (m/V)) para eliminar la materia orgánica como CO_2 (g) consiguiendo de este modo que la disolución se vuelva transparente.

Con todo este proceso se cumple el objetivo de la disgregación, que es la disolución de la muestra, si bien, la acidez resultante, quizás sea excesiva para la mayoría de las técnicas de determinación de teluro. Por ello, el siguiente paso es neutralizar parcial o totalmente con hidróxido sódico, comprobándose la estabilidad de la disolución, es decir, la no aparición de precipitado ni cambio en la coloración de la disolución, debido a la formación de TeO_3^{2-} .

Debido al éxito de esta disgregación ácida-oxidante, no se ensayó ninguna otra con sólidos. En cambio, sí se intentaron dos variantes de la misma: el cambio de ácido sulfúrico concentrado por los ácidos nítrico y clorhídrico concentrados. Los resultados con ácido nítrico son casi tan buenos como con ácido sulfúrico, pero sobre la superficie de la disolución sobrenada una película aceitosa y el tiempo de ataque es mayor; sin embargo con

HCl no se obtiene ninguna disgregación de la muestra debido a que este ácido no posee propiedades oxidantes.

Ya se ha comentado que el efecto oxidante-disgregante cuando se trata la muestra con ácido sulfúrico, es debido a los vapores de SO_3 desprendidos. Con el fin de controlar la acidez final de la disolución resultante de la etapa de la disgregación, se llevó a cabo la valoración ácido-base de la misma con disolución de NaOH, comprobándose que la pérdida de acidez debido a la evaporación del trióxido de azufre es despreciable, como se muestra en la Tabla I, incluso con tiempos de ataque superiores al necesario para consumir la disgregación. La metodología para realizar este estudio fue la siguiente: unos 0.07 g de muestra se trataron con 5.0 mL de $\text{H}_2\text{SO}_4(\text{c})$, durante varios tiempos de ataque, siguiendo el procedimiento de disgregación comentado. La disolución resultante se diluye a 100 mL de los que se toman por triplicado 5.0 mL para valorar con NaOH 1.00 N hasta viraje de la fenolftaleína.

Tabla I: Acidez de la disolución ácida resultante de la disgregación según el tiempo de ataque

Tiempo de ataque, minutos	Volumen de NaOH 1.00 N, mL
0	7.8
5	7.6
10	7.8
15	7.3
25	7.0

2.3. Métodos clásicos de determinación

De los diversos métodos clásicos de determinación de Te(IV) y Te(VI) encontrados en la bibliografía, los más cómodos de llevar a cabo son los volumétricos, en comparación con los gravimétricos. Únicamente se ha llevado a cabo un tipo de volumetría red-ox.

2.3.1. Aparatos, reactivos y disoluciones

Para realizar una volumetría es necesario disponer de material analítico clásico: bureta, pipetas y matraces Erlenmeyer.

- Ácido clorhídrico concentrado, HCl (35% (m/v), 1.18 g/l). Panreac.
- Ácido nítrico concentrado, HNO_3 (60% (m/v), 1.38 g/l). Panreac.
- Ácido sulfúrico concentrado, H_2SO_4 (98% (m/v), 1.84 g/l). Panreac.
- Fe(II): disolución 0.1 N en ácido sulfúrico 1% (v/v), preparada a partir de sulfato ferroso amónico (Sal de Mohr), $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, Probus.
- Fosfato monoácido de sodio, $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, Probus.
- MnO_4^- : disolución 0.100 N. Disolución valorada de KMnO_4 , Panreac.
- Te(IV): disolución de 1,000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ en ácido clorhídrico al 1% (v/v), preparada a partir de Teluro elemental, Te BDH, disuelto en ácido nítrico diluido.

2.3.2. Procedimiento operativo y resultados

100 mL de la disolución muestra neutralizada se tratan con 10.0 mL de $\text{H}_2\text{SO}_4(\text{c})$ y 18 g de $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, para tener un tampón fosfórico-fostato monoácido, se añaden 10.0 mL de MnO_4^- 0.1 N (exceso conocido), dejando transcurrir la reacción durante 30

minutos, para que el permanganato oxide cuantitativamente el Te(IV) a Te(VI). El permanganato que no ha reaccionado se valora con Fe(II) 0.1 N, determinando la cantidad de Te(IV) por diferencia.

Los resultados obtenidos con este análisis indican un contenido de dietil-ditio-carbato de teluro del $56 \pm 1\%$ (m/m) en la muestra analizada, resultado netamente inferior al indicado por el fabricante (75%).

Hay que hacer notar que para llevar a cabo esta volumetría, el tratamiento de disgregación-disolución de la muestra debe ser más largo de lo habitual, para eliminar la interferencia de reductores tales como la materia orgánica y H_2O_2 , que pueden dar lugar a resultados de contenido de teluro superiores a 100%.

2.4. Determinación mediante EAA

2.4.1. Aparatos, reactivos y disoluciones

Además del material clásico de laboratorio se dispone de:

- Espectrofotómetro de absorción atómica Perkin-Elmer 2380.
- Acetileno C-26, C_2H_2 de Carburos Metálicos.
- Lámpara de cátodo hueco de Teluro GBC.
- Te(IV): disolución de 1,000 $\mu\text{g/mL}$ en ácido clorhídrico al 1% (v/v), preparada a partir de Teluro elemental, Te BDH, disuelto en ácido nítrico diluido.

2.4.2. Procedimiento operativo y resultados

La determinación de teluro es posible mediante EAA utilizando como sistema de atomización llama de aire-acetileno. Aunque el método no es muy sensible se puede analizar teluro en la muestra real ya que su concentración es elevada.

La linealidad del método va desde 5 hasta 30 μg de Te/mL, siendo la ecuación media de la recta de calibrado:

$$A = 0.000 + 0.00125 * [\text{Te}] \quad r = 0.9997$$

Los resultados sobre el contenido de teluro en la muestra, obtenidos mediante la aplicación de la recta de calibrado y mediante el método de las adiciones estándar, son del orden del $9.9 \pm 0.7\%$ (m/m) de teluro, que es inferior al indicado por el fabricante (13% de teluro).

2.5. Determinación mediante EEA

2.5.1. Aparatos, reactivos y disoluciones

Además del material clásico de laboratorio se dispone de:

- Espectrofotómetro de absorción atómica Perkin-Elmer 2380.
- Acetileno C-26, C_2H_2 de Carburos Metálicos.
- Protóxido de nitrógeno B.G., N_2O de Carburos Metálicos.
- Te(IV): disolución de 1,000 $\mu\text{g/mL}$ en ácido clorhídrico al 1% (v/v), preparada a partir de Teluro elemental, Te BDH, disuelto en ácido nítrico diluido.

2.5.2. Procedimiento operativo y resultados

Dado que en la bibliografía se encuentra que es posible la determinación de teluro mediante esta técnica utilizando como llama de excitación la de $N_2O - C_2H_2$, se intentó la determinación por este método.

Los patrones de telurio preparados en disolución de ácido sulfúrico diluido, que es como queda la muestra tras la disgregación, no dieron ninguna señal de emisión hasta concentraciones de telurio(IV) de 250 $\mu\text{g/mL}$, quizás debido al efecto interferente de los sulfatos.

Como la disgregación con ácido nítrico concentrado también dio resultados satisfactorios, aunque peores que con ácido sulfúrico, se intentó la determinación de telurio mediante EEA en este medio nítrico, no obteniéndose tampoco resultados satisfactorios.

2.6. Generación de H_2Te a partir de Te(IV)

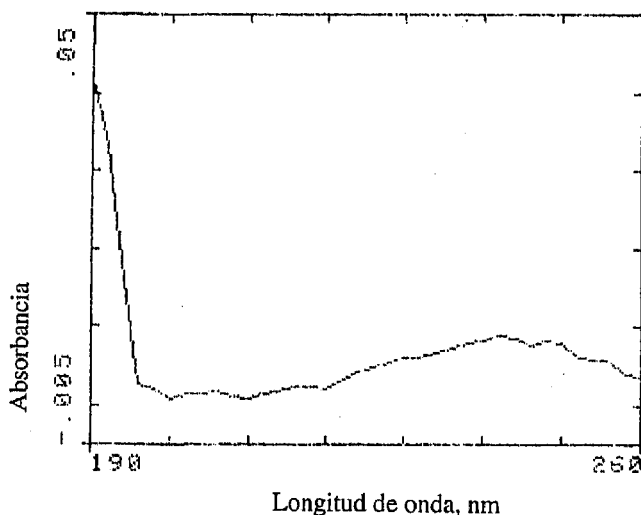
Como parte final del trabajo, se aborda la determinación y análisis de telurio mediante la generación de su hidruro y posterior determinación del mismo mediante Espectrometría de Absorción Molecular Ultravioleta-Visible en fase gas con detección Diode-Array.

En base a un trabajo anterior de Benito (1989) en el que se determina el telurio a partir de Te(VI) , se llevará a cabo una determinación similar a partir de Te(IV) , teniendo en cuenta que la generación es muy crítica respecto al pH de la disolución y que, en contraposición al resto de hidruros, se debe añadir el medio ácido con posterioridad al borohidruro.

No obstante se comenzó el proceso de optimización siguiendo la metodología convencional de generación de hidruros. Se ensayaron diversos ácidos minerales fuertes: HCl , HNO_3 y H_2SO_4 , con distintas condiciones de reacción, no obteniendo señal en ningún caso, al igual que ocurría con Te(VI) .

A partir de aquí todos los estudios de optimización se llevaron a cabo siguiendo el siguiente proceso: a un cierto volumen de disolución conteniendo Te(IV) se le añade un volumen de borohidruro, se espera un tiempo para que se produzca la prerreducción a Te(-II) , se añade el ácido fuerte y se mide la absorbancia molecular del hidruro. Una vez conseguida la correcta generación del telururo de hidrógeno se obtuvo su espectro de absorción molecular en fase gas (Figura 2), que es muy similar al obtenido a partir de Te(VI) , con dos máximos a 190 y 242 nm, lo que indica que el gas generado es el mismo ya proceda de Te(IV) o de Te(VI) .

Figura 2: Espectro de absorción molecular de H_2Te



El primer parámetro que se optimizó fue el tiempo de contacto entre el Te(IV) y el borohidruro en las siguientes condiciones experimentales:

- 1.0 mL de disolución de Te(IV) de pH= 7
- 1.0 mL de disolución de BH_4^- 1% (m/V)
- 1.0 mL de HCl 1 M
- generador de 17 mL con un caudal de N_2 de 800 mL/min
- longitud de onda de medida: 190 nm

Los resultados obtenidos indican que a partir de un tiempo de contacto superior a 30 s la prerreducción es correcta, pero con tiempos superiores a 600 s se nota una caída de la señal analítica tras la generación del hidruro. El tiempo de contacto elegido como óptimo fue de 30 segundos con el fin de acortar el tiempo total del análisis. Quizás con tiempos menores a 30 s se obtengan buenos resultados pero experimentalmente es difícil controlar tiempos inferiores debido a la metodología de trabajo que se realiza en cada determinación.

El siguiente parámetro a optimizar fue la concentración y el volumen de la disolución de NaBH_4 usado como agente de prerreducción del Te(IV). Es lógico suponer que la adición de un gran volumen de esta disolución va a diluir en exceso al analito con la consiguiente pérdida de señal. Además, el medio final durante la generación debe ser ácido, a lo cual se opone la hidrólisis del borohidruro. Por otro lado, dadas las características físicas del generador, principalmente volumen, una gran generación de hidrógeno, que se traduce en la formación de excesivas burbujas de disolución puede invalidar la medida por empamamiento de la cubeta de flujo.

Con todas estas premisas el volumen añadido de esta disolución fue inferior a 2.0 mL, pero utilizando concentraciones relativamente elevadas hasta de 40 g de NaBH_4 por litro de disolución. Una vez finalizado este estudio se consideró que las mejores condiciones para este parámetro fueron: volumen 0.35 mL, concentración 30 g/L.

Paralelamente a esta optimización se llevó a cabo otro pequeño estudio de la importancia del pH de la disolución prerreductora. Observándose que si esta disolución se prepara en un medio básico muy diluido, 0.02 M en OH^- , se obtienen mejores resultados que disolviendo en agua pura. Además, como ya han apuntado otros autores (Knechtel et al, 1978), la vida de dicha disolución se alarga considerablemente. A pesar de este detalle dicha disolución se preparó a menudo, cada 40 ó 60 minutos.

Ya se ha dicho que la generación requiere unas condiciones experimentales muy estrictas, siendo la acidez del medio donde se encuentra el Te(IV) la que menos margen de error permite. Es cierto que dicha acidez dependerá de la cantidad de borohidruro que se añada con posterioridad, pero evidentemente en esta optimización dicha cantidad será constante.

A pesar de estas condiciones de acidez tan críticas, es posible la generación, o mejor dicho, la prerreducción del Te(IV) a Te(-II), partiendo tanto desde medio ácido muy diluido, como desde medio básico también diluido para favorecer posteriormente la acción del ácido generador del hidruro. Este hecho supone una gran ventaja y es una gran novedad en lo que al proceso de generación de hidruros se refiere.

Para concentraciones de H^+ inferiores a 0.1 M se obtienen señales apreciables, así como para concentraciones de OH^- inferiores a 0.5 M, obteniéndose los mejores resultados para una concentración de H^+ 0.030 M. El hecho de que la acidez óptima sea tan baja incrementa los problemas experimentales a la hora de ajustar dicha concentración, por lo que la reacción no es segura. Asimismo, fue necesario llevar a cabo un nuevo estudio de optimización del tiempo de contacto necesario para efectuar la prerreducción siendo el tiempo óptimo en estas condiciones de 120 s lo que alarga el tiempo de cada determinación.

El último parámetro que se optimizó fue la concentración y el volumen de la disolución de ácido mineral adicionado para generar el H_2Te . Se probaron distintos ácidos: HCl, HNO_3 y H_2SO_4 , logrando los mejores resultados con 1.5 mL de HCl 2.0 F.

Los estudios de repetibilidad llevados a cabo indican que el método es correcto comparado con los métodos instrumentales, DER = 4.1% (n = 8, 12 μg de Te/mL), 2.8% (n = 8, 48 μg de Te/mL), si bien es cierto que el límite de detección dista mucho del de la mayor parte de otros métodos instrumentales.

3. CONCLUSIONES

- El método de disgregación-disolución propuesto para llevar esta muestra a disolución acuosa, es correcto y no se consume un tiempo excesivo.

- Para otros análisis se puede disolver más comodamente en un disolvente orgánico, como pudiera ser el sulfuro de carbono, si el método de determinación no presenta incompatibilidades con dicho disolvente.

- El análisis de telurio en esta muestra tanto por métodos clásicos como por el tradicional instrumental de absorción atómica en llama; dan resultados similares pero inferiores al que indica el fabricante.

- El método de determinación mediante absorción atómica no permite diferenciar los dos estados de valencia del telurio. Por contra, el método volumétrico sí permite diferenciarlos.

- La gran ventaja que presenta el método de determinación mediante EAMFG tras la generación del hidruro es la posibilidad de generar dicha especie, tanto desde un medio básico como ligeramente ácido.

4. BIBLIOGRAFÍA

- Belarra, M., Gallarta, F., Anzano, J., Castillo, J., 1986. Determination of Metals in Poly(vinyl chloride) by Atomic Absorption Spectrometry. Part 1. Determination of Calcium, Aluminium and Antimony in samples of Poly(vinyl chloride) with a high content of Alkaline Earths. *J. Anal. At. Spectrom.* (1), 141-144.
- Belarra, M., Anzano, J., Gallarta, F., Castillo, J., 1987. Determination of Metals in Poly(vinyl chloride) by Atomic Absorption Spectrometry. Part 2. Determination of Lead and Magnesium in samples of Poly(vinyl chloride) with a high content of Alkaline Earths. *J. Anal. At. Spectrom.* (2), 77-79.
- Benito, J., 1989. *Determinación de telurio por la técnica combinada generación de hidruro - espectrofotometría de absorción molecular UV-visible con detección diode-array*. Tesis de Licenciatura, Universidad de Zaragoza.
- Burriel, F., Lucena, F., Arribas, S., Hernández, J., 1983. *Química Analítica Cualitativa*. Paraninfo (Madrid), 11a ed., 962-975.
- Charlot, G., 1974. *Chimie analytique quantitative. I. Méthodes sélectionnées d'analyse chimique des éléments*. Masson (Paris), 509-512.
- Knechtel, J., Fraser, J., 1978. Preparation of a stable borohydride solution for use in atomic-absorption studies. *Analyst.* (103), 104-105.
- Marczenko, Z., 1976. *Spectrophotometric determination of elements*. Ellis Horwood (Sussex), 521-528.

- Pinta, M., 1971. *Spectrométrie d'absorption atomique*. Masson (Paris), 324-343.
- Petit, L., Petit, C., 1985. Determination of tellurium in sea-water. *Rev. Int. Oceanogr. Med.* (79-80), 19-32.
- Sanz, J., Gallarta, F., Galbán, J., Castillo, J., 1988a. Antimony determination by hydride-generation-ultraviolet-visible molecular absorption spectrophotometry with diode-array detection. *Fresenius' Z. Anal. Chem.* (330), 510-515.
- Sanz, J., Martínez, M., Galbán, J., Castillo, J., 1988b. Comparative study of antimony determination by hydride generation-atomic absorption spectrometry using different inorganic acids. Application to a PVC sample. *At. Spectrosc.* (9), 63-67.
- Sanz, J., Gallarta, F., Galbán, J., Castillo, J., 1988c. Determination of selenium by hydride generation ultraviolet-visible molecular absorption spectrophotometry with diode-array detection. *Analyst.* (113), 1387-1391.
- Sanz, J., Basterra, P., Galbán, J., Castillo, J., 1989a. Direct lead determination in wine by hydride generation-atomic absorption spectrometry. *Mikrochim. Acta.* (I), 271-279.
- Sanz, J., Basterra, P., Galbán, J., Castillo, J., 1989b. Some observations on the use of a hydride generation flame-heated silica tube atomic absorption spectrophotometric system for the determination of lead in wine. *Microchem. J.* (40), 115-124.
- Sanz, J., Martínez, M., Galbán, J., Castillo, J., 1990. Study of the interference of iron and mercury in the determination of antimony by hydride generation atomic absorption spectrometry: use of speciation models. *J. Anal. At. Spectrom.* (5), 651-655.
- Sanz, J., Ortega, L., Galbán, J., Castillo, J., 1990. Some observations on the determination of germanium using hydride generation-ultraviolet-visible molecular absorption spectrophotometry with diode-array detector. *Microchem. J.* (41), 29-40.
- Sanz, J., Gallarta, F., Galbán, J., 1991. Simultaneous determination of inorganic arsenic(III) and arsenic(V) by arsine generation and gas-phase molecular absorption spectrometry. *Anal. Chim. Acta.* (255), 113-120.
- Sanz, J., Cabredo, S., Galbán, J., 1992. Sulphide determination in water by gas-phase molecular absorption spectrometry. *Anal. Lett.* (25), 2095-2105.
- Sanz, J., de Marcos, S., Galbán, J., Gallarta, F., 1993. Hydride generation-gas phase molecular absorption spectrometry: simultaneous determination of bismuth and selenium. *Analisis* (21), 27-32.
- Vogel, A., 1960. *I. Química Analítica Cuantitativa*. Kapelus (Buenos Aires). 437-439, 615-618.
- Yamamoto, M., Yasuda, M., Yamamoto, Y., 1985. Hydride-generation atomic absorption spectrometry coupled with flow injection analysis. *Anal. Chem.* (57), 1382-1385.
- Yu, X., Liu, J., Wang, W., Wu, J., 1986. Determination of selenium and tellurium by thermal decomposition non-dispersive atomic-fluorescence spectrometry. *Fenxi Huaxue.* (14), 783-786.
- Zhang, Z., Zeng, X., Huang, B., 1989. Interference study in hydride-generation inductively coupled plasma atomic-emission spectrometry. *Guangpuxue Yu Guangpu Fenxi.* (9), 41-47.

