



*Universidad Nacional Autónoma  
de México*

FACULTAD DE QUIMICA

**USO DE AMALGAMAS LIQUIDAS EN ANALISIS  
CUANTITATIVO DE MOLIBDENO, TUNGSTENO Y TITANIO**



**T E S I S**

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE  
QUIMICO

P R E S E N T A:

*Evangelina Lara Velázquez*



Universidad Nacional  
Autónoma de México



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

CLAS TESIS 1978  
ADM M.T. 244  
FECHA \_\_\_\_\_  
PROC 250  
\* 242



2 1 2 3 1

U.N.A.M. FACULTAD DE QUIMICA  
BIBLIOTECA

*Jurado asignado:*

<i>PRESIDENTE:</i>	<i>I.Q. Alberto Obregón Pérez</i>
<i>VOCAL:</i>	<i>I.Q. Jorge Mencarini Peniche</i>
<i>SECRETARIO:</i>	<i>Q. María de la Gracia Ledezma Díaz</i>
<i>1er. SUPLENTE:</i>	<i>Dr. Carlos Romo Medrano</i>
<i>2o. SUPLENTE:</i>	<i>Q. Rodolfo Sámano Ibáñez</i>

*Sitio donde se desarrolló el tema:*

*Laboratorio de Química Experimental Aplicada  
Facultad de Química, U.N.A.M.*

*Sustentante:*

*Evangelina Lara Velázquez*

*Director de tesis:*

*Q. María de la Gracia Ledezma Díaz*

*Asesor del tema:*

*I.Q. Alberto Obregón Pérez*

*Con todo mi cariño*

*A mis padres y a Enrique*

*agradeciéndoles profundamen-  
te su apoyo y confianza*

A mis abuelitos:

Ma. del Socorro

Salvador

Leonor

A mis hermanos:

Enrique Cristóbal

Ma. del Pilar

Juan Carlos

Ma. de las Mercedes

Gabriela

A mis tíos:

José Rodrigo Velázquez Vázquez

Evangelina Domínguez de Velázquez

A todos mis amigos

*Juan:*

*Gracias por tu ayuda*

*y compartir conmigo*

*todos estos años*

A la memoria de Helen

A mis amigos:

Arq. Ma. Teresa Avila de Salomón Atala

Arq. Jorge Salomón Atala

Q. Leticia Cervantes Espinosa

Silvia Aguilar de López

A mis sobrinos:

Elenita

Lillian

Margarita

Juan Héctor

Omar

*A mis maestros:*

- I.Q. Jesús Valdés Félix*
- Q. Marcela Cejudo Vázquez*
- Q. Xavier Chávez García*

*por su confianza*

- I.Q. Manuel Felipe Guerrero Fernández*
- I.Q. Julio García Stahl*
- Q.F. Ruffo Pérez Pliego*

*por sus enseñanzas*

*A mis maestros:*

*I.Q. Alberto Obregón Pérez*

*Dr. Mauro Cruz Morales*

*en agradecimiento por la ayuda prestada  
para la realización de este trabajo*

*especialmente a la maestra*

*Q. Ma. de la Gracia Ledezma*

*por sus enseñanzas*

## C O N T E N I D O

*Introducción.*

- I. *Generalidades.*
- II. *Revisión de los métodos de reducción.*
- III. *Método propuesto*
- IV. *Preparación de amalgamas.*
- V. *Desarrollo del método propuesto.*
- VI. *Resultados.*

*Conclusiones.*

*Bibliografía.*

I N T R O D U C C I O N

El presente trabajo no tiene por finalidad el proponer un nuevo método para la determinación cuantitativa de tungsteno, molibdeno y titanio, sino que es una revisión de los métodos basados en el uso de amalgamas líquidas como agentes reductores para determinaciones más rápidas y efectivas de los elementos antes citados. Es importante mencionar el hecho de que estos trabajos - sólo han sido estudiados por investigadores japoneses, aunque su uso no llegó a generalizarse en las técnicas analíticas rutinarias.

Teniendo en cuenta el interés mundial por encontrar técnicas analíticas de control que sean rápidas de efectuar y exactas, este trabajo resalta las ventajas que proporciona este método sobre los métodos convencionales.

Como punto de interés, puede hacerse notar que no sólo se puede analizar cada elemento por separado, sino que este método permite determinar mezclas de elementos con toda precisión y eficiencia.

El desarrollo del presente estudio tuvo como enfoque principal el análisis cuantitativo de algunos minerales de los elementos seleccionados (tungsteno, molibdeno y titanio), ya que los métodos tradicionales han presentado algunos inconvenientes para la determinación de dichos elementos. De esta manera puede darse una pauta sobre

la aplicación de este método a problemas reales,  
así como demostrar la eficiencia del mismo.

C A P I T U L O     I

G E N E R A L I D A D E S

Concepto.- Una amalgama es una aleación, en la cual uno de los constituyentes es mercurio.

Estado físico de una amalgama.- Según la mayor o menor cantidad de mercurio, la amalgama puede ser líquida, pastosa o sólida.

Estos compuestos se han definido también - como compuestos intermetálicos, ya que se han obtenido compuestos del tipo Li - Hg, Na - Hg, etc., los cuales poseen propiedades diferentes de las que pudiera tener cada metal individualmente.

Se ha encontrado un compuesto nativo de plata y mercurio en el cual el porcentaje de plata varía desde el 27.5 al 95.8% se halla frecuentemente en minas de mercurio, y alguna vez en depósitos de plata. Su composición varía desde  $(Ag_2 Hg_3)$  hasta  $(Ag_{36} Hg)$ . También han sido halladas amalgamas nativas de oro llevando un 39 a un 42.6% de este elemento.

Comportamiento de los diferentes metales -- frente al mercurio.- Casi todos los metales se disuelven en mercurio, excepto el hierro y platino; pero la capacidad de cada metal para formar amalgama varía considerablemente.

Los elementos que son químicamente similares al Hg, y que se encuentran cerca de él en la tabla periódica, amalgaman fácilmente, pero los elementos de alto punto de fusión amalgaman con

*dificultad.*

*Si un metal no es mojado por mercurio, es -  
pequeña la oportunidad que tiene para amalgamar.*

Solubilidad de varios metales en mercurio a 18°CSe muestran los datos en % en peso

Li	0.09	Zn	2.15
Na	0.68	Cd	4.92
K	0.80	Tl	42.8
Rb	1.54	Pb	1.3
Cs	4.34	Sn	0.62
Cu	$3.2 \times 10^{-3}$	Bi	1.4
Ag	$4.2 \times 10^{-2}$	Cu	$3.1 \times 10^{-11}$
Au	$1.3 \times 10^{-1}$	Mn	$2.5 \times 10^{-4}$
Mg	0.24	Fe	$1.0 \times 10^{-17}$
Ca	0.30	Ni	$5.2 \times 10^{-4}$
Ba	0.33	Co	$1.7 \times 10^{-1}$

### Características analíticas de las amalgamas

En análisis se siguen varias técnicas para efectuar las diferentes determinaciones que son requeridas en una muestra en particular.

El uso de agentes oxidantes o reductores, - se basa en llevar determinados iones o elementos presentes en una muestra a un estado de oxidación previamente calculado antes de hacer la determinación cuantitativa. Como en el uso de este tipo de reactivos, se implica siempre un exceso, - deben poseer tales propiedades que permitan su - utilización sin que dicho exceso afecte en la de terminación siguiente, es decir, debe poderse -- eliminar o destruir, después de haber llevado la substancia a valorar al estado de oxidación de-- seado.

La eliminación puede efectuarse si el reactivo es capaz de salir del sistema a valorar por medio de la ebullición como es el caso del peróxido de hidrógeno, o del ácido sulfhídrico; o -- bien, formando una segunda fase en el sistema -- factible de extraerse, éste precisamente es el caso de las amalgamas líquidas, las cuales ac--- túan como reductoras sobre iones determinados, - pero siempre formando una segunda fase, la cual después de efectuada la reducción requerida puede ser separada del sistema por simple decanta--

ción en un aparato apropiado.

El uso de las amalgamas líquidas como reductores, fue iniciado por investigadores japoneses con la amalgama de zinc; posteriormente se emplearon amalgamas líquidas de cadmio, plomo y bismuto.

Estas amalgamas tienen diferentes potenciales, los cuales no son muy diferentes de los metales sólidos y cuyos poderes de reducción se encuentran en el siguiente orden decreciente:



De éstas las más importantes son las de Pb y Bi.

Amalgama de Plomo (  $E = -0.13$  volt ), es la mejor para determinaciones con ácido clorhídrico relativamente concentrado.

Amalgama de Bismuto (  $E = -0.32$  volt ), es un agente reductor más débil; reduce  $\text{V}^{\text{V}}$  a  $\text{V}^{\text{IV}}$  únicamente, al  $\text{Mo}^{\text{VI}}$  a  $\text{Mo}^{\text{V}}$  o  $\text{III}$ , dependiendo de la acidez y el  $\text{W}^{\text{VI}}$  a  $\text{W}^{\text{V}}$ .

Los productos finales de reducción que se obtienen para algunos iones se dan en la siguiente tabla:

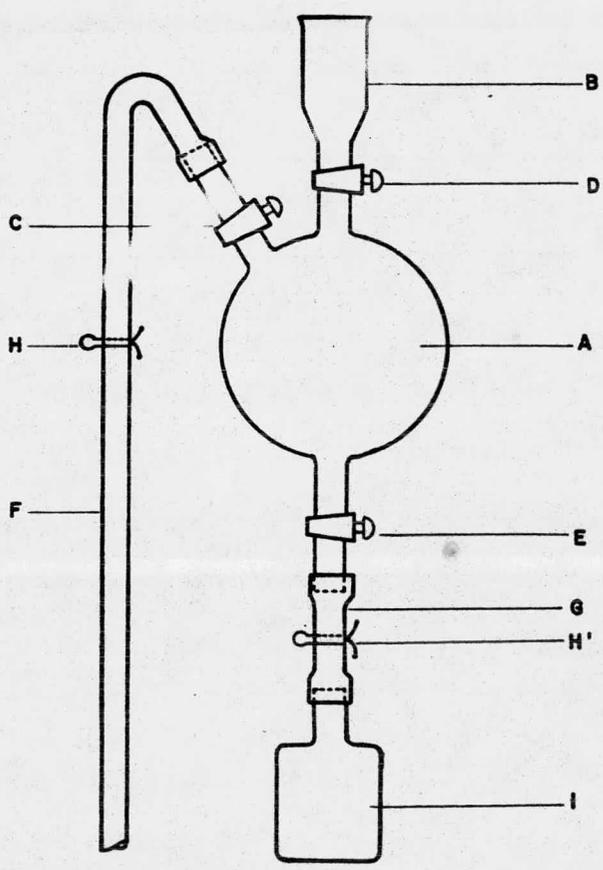
<u>Elemento a reducir</u>	<u>Amalgama utilizada</u>		
	Zn	Bi	Pb
Fe	2	2	2
Ti	3	3	3
V	2	4	2
U	3	4	4
W	3	3	3
Mo	3	5 ó 3	3
Cr	2	-	-
Sn	-	2	-
Cu	-	2	-

Como se puede observar en la tabla anterior, las amalgamas líquidas, ofrecen la posibilidad de efectuar reducciones selectivas si se escoge la apropiada.

Por medio de este método, se obtienen determinaciones muy satisfactorias, especialmente en la determinación de elementos tales como: Fe, Ti, Mo, U, V, W y Cr.

El método está basado en la cuidadosa reducción del elemento por alguna de las amalgamas, - seguida por la titulación del sistema obtenido - con una solución oxidante apropiada y previamente valorada. La reducción se lleva a cabo en -- aparatos especialmente diseñados para este fin. (Fig. 1). (ref. VIII)

FIGURA 1



- A - recipiente especial
- B - embudo
- C, D y E - llaves de paso
- F y G - tubos de hule
- H y H' - pinzas
- I - recipiente

C A P I T U L O      I I

REVISION DE LOS METODOS DE REDUCCION

Como ya se mencionó anteriormente, el uso de agentes oxidantes o reductores está en función de los elementos presentes en una muestra para poder llevarlos a un estado de oxidación previamente calculado antes de hacer la determinación cuantitativa.

Dados los tres elementos que se estudian en el presente trabajo y que son titanio, molibdeno y tungsteno se requiere una reducción previa y tenemos que los agentes reductores que generalmente se usan son:

- a) Cloruro estanoso
- b) Acido sulfuroso
- c) Acido sulfhídrico
- d) Zinc y ácido sulfúrico diluido
- e) Zinc amalgamado (reductor de Jones)
- f) Amalgamas líquidas

Los cuatro primeros métodos han sido desarrollados ampliamente y aun en la actualidad su uso es generalizado. De los dos últimos métodos, el de Jones ha sido usado con mayor frecuencia y ha llegado a reemplazar al método d.

El reductor de metales más frecuentemente usado es el de zinc amalgamado de la familia del reductor de Jones.

El reductor de plata de Walden es usado de una manera casi idéntica al reductor de Jones.

El reductor de Wood's es una aleación de -- bismuto, plomo, estaño y cadmio, que puede ser -- comparable a las amalgamas líquidas de Someya -- (ref. XI).

Someya, en base a los trabajos de Nakazona, introdujo el uso de otras amalgamas como son las de bismuto, plomo y cadmio.

Las amalgamas líquidas fueron empleadas como reductores previamente por Nakazona, quien -- utilizó una amalgama líquida de zinc como substituto para el reductor de Jones.

A continuación, se describen brevemente los métodos de reducción con amalgamas, así como sus ventajas y desventajas.

## I. METODO DE JONES

El zinc reacciona lentamente con ácidos, pero al tratarlo con una solución diluída de una -- sal mercúrica, el metal se reviste de una capa -- de mercurio, y el metal así amalgamado reacciona muy fácilmente. La reducción con esta amalgama, usualmente se lleva a cabo en el "reductor" debído a C. Jones (1888-1889). Este consiste de una columna de zinc amalgamado a través de la cual -- se hace pasar la solución por reducirse la cual es titulada posteriormente con permanganato. -- (ref. I)

### Aplicaciones y Limitaciones:

1.- La columna debe ser lavada antes y después de una determinación con una solución de -- ácido sulfúrico o con ácido clorhídrico concen-- trado.

2.- El ácido nítrico debe estar ausente, ya que es reducido a hidroxilamina y otros compues-- tos, los cuales reaccionan con el permanganato.

3.- No debe haber presencia de materia orgá-- nica.

4.- Es necesaria la determinación de un -- blanco, por corrimiento del mismo volumen de áci-- do y agua que el que lleva la muestra. La canti-- dad de permanganato empleada en la titulación de este blanco se resta al volumen empleado en la -- titulación subsecuente de la muestra.

5.- Los metales reducibles como cobre, esta-- ño, arsénico, antimonio y otros son interfe-- rentes entre sí. Estos pueden ser removidos antes de la reducción por tratamiento con ácido sulfhí-- drico.

6.- Solamente el titanio, el cromo, el mo-- libdeno, el niobio y el vanadio, aparte del hie-- rro son reducidos a un estado de valencia defini-- tivo. El tungsteno es reducido pero no a un es-- tado de valencia definitivo. El uranio es redu-- cido a una mezcla de  $U^{III}$  y  $U^{IV}$ .

7.- Con la excepción de hierro ferroso y -- uranio cuadrivalente, las soluciones reducidas -- son extremadamente inestables y fácilmente reoxidadas al exponerse al aire.

## II. REDUCTOR DE PLATA DE WALDEN

El reductor de plata de Walden es usado de una manera similar al reductor de Jones. La plata se prepara en un estado de agregación espon-- joso, y la reducción se lleva a cabo en presencia de una solución clorhídrica, del mismo ión -- ya reducido.

El uso de la plata como agente reductor no ha sido muy popular, probablemente por la difi-- cultad causada por presencia del ión cloruro en la subsecuente titulación de la muestra reducida, aparte de que la plata es un reactivo sumamente caro. Además, para obtener un potencial de oxidación suficientemente bajo, la plata debe usarse en contacto con una solución de una sal de -- plata altamente insoluble. (ref. XV)

## III. REDUCTOR DE WOOD

El metal de Wood, es una aleación de bismuto, plomo, estaño y cadmio, conteniendo 50, 25 y 12.5% respectivamente de cada metal. Tiene una

densidad de 9.7 la aleación y un punto de fusión de 65.5°C.

Si se funde el metal de Wood este líquido tiene un voltaje superior al del hidrógeno, - lo cual previene su disolución rápida en ácidos.

La más obvia ventaja en el uso del metal de Wood es en la eliminación de la aleación fundida cuando se ha completado la reducción; la solución se enfría, y al solidificar el metal es removido mecánicamente.

Esta aleación requiere pequeña atención, -- pueden hacerse varias determinaciones simultáneamente, es fácilmente disponible y no requiere de tratamientos previos, ni de ningún aparato especial. (ref. IX)

#### IV. AMALGAMAS LIQUIDAS

Originalmente, el uso de las amalgamas líquidas como reductores, fue desarrollado por Nakazona, quien objetó el uso del reductor de Jones señalando sus desventajas, y en su lugar propone una amalgama conteniendo de 3 a 4% de zinc. - Esta amalgama se obtiene calentando el zinc, con mercurio en presencia de ácido sulfúrico. Una vez fría, se lava con agua acidulada con ácido sulfúrico y se extrae por filtración cualquier residuo sólido que haya quedado. La reacción de la

amalgama con el ácido sulfúrico, es extremadamente lenta, por lo tanto puede ser guardada durante largo tiempo, sin que se vean afectadas en una forma apreciable sus propiedades reductoras. Una vez obtenido el reductor, basta con ponerlo en contacto con la solución que contiene el ión a reducir, y efectuar una agitación vigorosa para acortar el tiempo de reacción (aproximadamente tres minutos), gracias a que se aumenta la superficie de contacto. (ref. VIII)

CAPITULO III

METODO PROPUESTO

Para el presente estudio se han seleccionado tres elementos que son: titanio, molibdeno y tungsteno. Estos elementos son difíciles de reducir por los métodos convencionales, y generalmente se obtienen mezclas de sus diferentes estados de oxidación. Los estudios realizados sobre las amalgamas líquidas, demuestran que mediante este procedimiento, dichos elementos son reducidos a una valencia definitiva, presentando además la ventaja de que no son reducibles a su estado metálico por dichas amalgamas.

La mayoría de las titulaciones de los iones reducidos se hacen con permanganato de potasio, - ya que Kikuchi (ref. VII), observó que el  $Mn^{II}$  resultante en estas titulaciones, es indiferente a la acción reductora de las amalgamas, y que la misma muestra que ya se había titulado, puede ser reducida selectivamente por otra amalgama, y titulada nuevamente con otro oxidante.

A continuación, se describen brevemente las características de las reacciones entre las amalgamas líquidas más usadas y los elementos seleccionados, lo cual servirá de base para establecer los lineamientos del método a seguir.

#### 1.- Amalgama de Zinc ( -0.762 Volts )

La amalgama de zinc es el más poderoso reductor y es preparada disolviendo 3 g. de grana-

lla de zinc en medio sulfúrico con 100 g de mercurio, la mezcla se calienta; ya enfriada, se lava con ácido sulfúrico diluido. Cualquier residuo sólido se separa por filtración.

Kikuchi (ref. VII), hizo estudios sobre la amalgama de zinc en análisis de mezclas de iones llegando a una conclusión satisfactoria sobre la medida del total de iones oxidables.

#### a) Molibdeno

La amalgama de zinc reduce  $\text{MoO}_3$  a  $\text{Mo}_2\text{O}_3$ , siendo la reacción sumamente rápida, entre 30 segundos a un minuto. La reducción del molibdeno sólo requiere de un medio fuertemente ácido, y -agitación.

#### b) Tungsteno

La amalgama de zinc reacciona muy vigorosamente con el ácido, aunque probó que la amalgama reduce al  $\text{W}^{\text{IV}}$  en  $\text{W}^{\text{III}}$ .

#### c) Titanio

El titanio es reducido de  $\text{Ti}^{\text{IV}}$  a  $\text{Ti}^{\text{III}}$  por la acción de la amalgama de zinc en condiciones similares que el molibdeno, pero en atmósfera de  $\text{CO}_2$ .

## 2.- Amalgama de Cadmio ( -0.402 Volts )

La amalgama de cadmio se prepara de manera similar a la de zinc, es decir, se calientan 3 a 4 g. de cadmio metálico puro, con 100 g. de mercurio hasta que la solución sea homogénea. Esta amalgama resultante se recibe en ácido sulfúrico diluido y hervido. Se emplea en la misma forma que la de zinc, y en el mismo aparato reductor - diseñado por Nakazona.

La acción reductora de la amalgama de cadmio, es más suave que la de zinc, y esta propiedad se tomará en cuenta para hacer reducciones - diferenciales cuando exista mezcla de elementos (ref. XI).

### a) Molibdeno

En la determinación de molibdeno, se encontró que la reducción era tan rápida y completa - como en el caso de la amalgama de zinc (ref. XI).

### b) Tungsteno

La amalgama de cadmio reduce al tungsteno - de  $W^{VI}$  a  $W^{III}$  cuantitativamente en soluciones - fuertemente ácidas, pero se presenta la dificultad de que esta amalgama reacciona vigorosamente con los ácidos debido al carácter electropositivo del cadmio (ref. XI).

## c) Titanio

Kano (ref. VI) substituye la amalgama de -- cadmio por la de zinc para la reducci3n del titanio, obteniendo los mismos resultados.

## 3.- Amalgama de Bismuto ( 0.320 Volts )

Gran parte del trabajo sobre los usos de - las amalgamas l3quidas de otros metales fue efectuado por Kikuchi (ref. VII) y Someya (ref. XI). Someya encontr3 que la amalgama de bismuto tambi3n posee propiedades reductoras, con algunas - ventajas.

La amalgama de bismuto se prepara similarmente a la de zinc, disolviendo 3 g. de metal puro en 100 g. de mercurio en medio sulf3rico y en caliente.

Cualquier residuo se separa por filtraci3n.

## a) Molibdeno

La amalgama de bismuto reduce al  $\text{Mo}^{\text{VI}}$  a  $\text{Mo}^{\text{V}}$  en presencia de aire, y con concentraciones de - 3cido clorh3drico de 1.73 a 2.63 N, incluso despu3s de prolongada agitaci3n.

Al ir aumentando la acidez, resultan estados de oxidaci3n menores, y cuando la concentraci3n de 3cido es mayor de 4.47 N, se obtuvo la -

reducción completa a  $\text{Mo}^{\text{III}}$ , en atmósfera de  $\text{CO}_2$ .

En la reducción en medio sulfúrico no se --  
llegó más que al estado pentavalente, a pesar de  
aumentar la concentración.

#### b) Tungsteno

Someya (ref. XI) investigó la reducción de  
los tungstatos con amalgamas líquidas, y dada la  
dificultad que presentan para su uso los metales  
muy electropositivos, se decidió por el uso de --  
la amalgama de bismuto, ya que este metal es me--  
nos potente por ser más electronegativo.

Esta amalgama reduce cuantitativamente el --  
 $\text{W}^{\text{VI}}$  a  $\text{W}^{\text{V}}$ , en atmósfera de  $\text{CO}_2$ .

#### c) Titanio

La amalgama de bismuto reduce al  $\text{Ti}^{\text{IV}}$  a --  
 $\text{Ti}^{\text{III}}$ , en atmósfera de  $\text{CO}_2$ , en medio fuertemente  
clorhídrico y a una temperatura de 60 - 70°C.

Cuando se utilizan soluciones de ácidos muy  
concentrados las reducciones se efectúan a tempe--  
ratura ambiente.

#### 4.- Amalgama de Plomo ( -0.13 Volts )

La amalgama líquida de plomo se prepara de  
la misma manera que las anteriores, es decir, dí

solviendo 3 g. de plomo puro en 100 g. de mercurio, calentando hasta que se forme una solución homogénea. La amalgama se enfría, se lava con agua destilada y se le extrae cualquier residuo sólido por filtración.

Esta amalgama probó ser un eficiente reductor, y se puede utilizar por períodos considerables sin ninguna baja en su poder reductor. Su acción reductora es suave y rápida. Reacciona muy lentamente con ácidos sulfúrico o clorhídrico diluïdos, y puede mantenerse bajo éstos por largo tiempo.

Usualmente la reducción se efectúa en medios fuertemente ácidos. Aunque la reducción en ácidos sulfúrico y clorhídrico es suave, no es lo suficientemente rápida, y se precipitan sales de plomo. El uso de esta amalgama no tiene grandes ventajas sobre las de zinc, cadmio o bismuto.

#### a) Molibdeno

En condiciones apropiadas, la amalgama líquida de plomo, redujo cuantitativamente al  $\text{Mo}^{\text{VI}}$  a  $\text{Mo}^{\text{III}}$ . La reacción es rápida en ácido clorhídrico de 5 a 6 N, pero lenta en ácido clorhídrico 2 N, y es necesario calentar y agitar la solución.

## b) Tungstato

Cuando una solución de tungsteno se agita con amalgama de plomo, a  $50^{\circ}\text{C}$  y en atmósfera de  $\text{CO}_2$ , adquiere un color azul ( $\text{W}^{\text{V}}$ ), cambiando rápidamente a rojo carmesí, a amarillo naranja y finalmente a café en pocos minutos. La titulación oxidimétrica indica que la reducción a  $\text{W}^{\text{III}}$  se efectúa cuantitativamente.

## c) Titanio

La amalgama de plomo reduce al  $\text{Ti}^{\text{IV}}$  a  $\text{Ti}^{\text{III}}$ , en condiciones similares a las de la amalgama de bismuto.

C A P I T U L O     I V

P R E P A R A C I O N   D E   A M A L G A M A S

## A) Preparación de Amalgamas:

### 1.- Amalgama de Zinc

Se prepara lavando con ácido sulfúrico diluido 6.6 g. de granalla de zinc puro, y calentando posteriormente durante una hora a baño maría con 220 g. de mercurio puro y 5 ml. de ácido sulfúrico 1:4 (en campana o con equipo de seguridad). Se enfría la mezcla, y la amalgama es lavada varias veces con ácido sulfúrico diluido en un embudo de separación. Si queda un residuo sólido puede separarse por filtración. La amalgama debe conservarse en ácido sulfúrico diluido, y puede emplearse para varias reducciones.

### 2.- Amalgama de Plomo

Se prepara lavando con ácido sulfúrico concentrado 6.6 g. de granalla de plomo puro, y calentándolos posteriormente con 220 g. de mercurio puro, hasta que se produzca un líquido homogéneo (en la campana o con equipo de seguridad). La amalgama es enfriada y lavada con agua destilada fría en un embudo de separación, removiendo el sólido por filtración.

### 3.- Amalgama de Cadmio

6.6 g. de granalla de cadmio puro se lavan con ácido sulfúrico diluido, se calienta durante

una hora a baño maría con 5 ml. de ácido sulfúrico 1:4 y 220 g. de mercurio (en campana o con -- equipo de seguridad). Una vez fría la mezcla, -- es lavada la amalgama con ácido sulfúrico diluído varias veces en un embudo de separación, si -- algún residuo sólido se encuentra presente, es -- eliminado por filtración. La amalgama debe con-- servarse en ácido sulfúrico diluído.

#### 4.- Amalgama de Bismuto

Se prepara disolviendo 6.6 g. de metal en -- 220 g. de mercurio y 5 ml. de ácido sulfúrico -- 1 : 4, y se calienta durante una hora a baño ma-- ría. La amalgama se lava con ácido sulfúrico dí-- luído y cualquier residuo se separa por filtra-- ción.

C A P I T U L O      V

DESARROLLO DEL METODO PROPUESTO

Para el estudio de las propiedades reductoras de estas amalgamas sobre los elementos seleccionados, se procedió de la siguiente manera:

a) Se preparó una muestra standard de cada uno de estos elementos, haciendo pruebas de reducción con cada una de las amalgamas para conocer cuál es la más eficiente sobre cada elemento. Se obtuvieron los siguientes resultados (Cuadro 1):

Molibdeno	Amalgama de Cadmio
Tungsteno	Amalgama de Plomo
Titanio	Amalgama de Zinc

b) A continuación se trabajó sobre minerales de cada uno de estos elementos calculándose la eficiencia de la amalgama empleada sobre dichos minerales. Los minerales seleccionados fueron:

Molibdeno	Molibdenita ( $\text{Mo S}_2$ ) y Wulfenita ( $\text{Pb Mo O}_4$ )
Tungsteno	Scheelita ( $\text{Ca WO}_4$ ) y Wolframita ( $\text{Mn Fe} \text{ WO}_4$ )
Titanio	Ilmenita ( $\text{Fe O} \cdot \text{Ti O}_2$ ) y Rutilo ( $\text{Ti O}_2$ )

c) Finalmente, se hicieron reducciones selectivas sobre minerales que contienen mezclas de los elementos seleccionados. Estos minerales fueron:

Wulfenita ( $\text{Pb Mo O}_4$  •  $\text{Pb WO}_4$ )

Scheelita ( $\text{Ca W O}_4$  •  $\text{Ca Mo O}_4$ )

A) Fundamento. - Este método está basado en la reducción de los elementos seleccionados, por medio de las amalgamas líquidas, y la posterior titulación de dichos elementos reducidos, con una solución oxidante.

B) Determinaciones. - A continuación se describen las técnicas empleadas para la cuantificación de las muestras.

## 1.- Determinación de Titanio

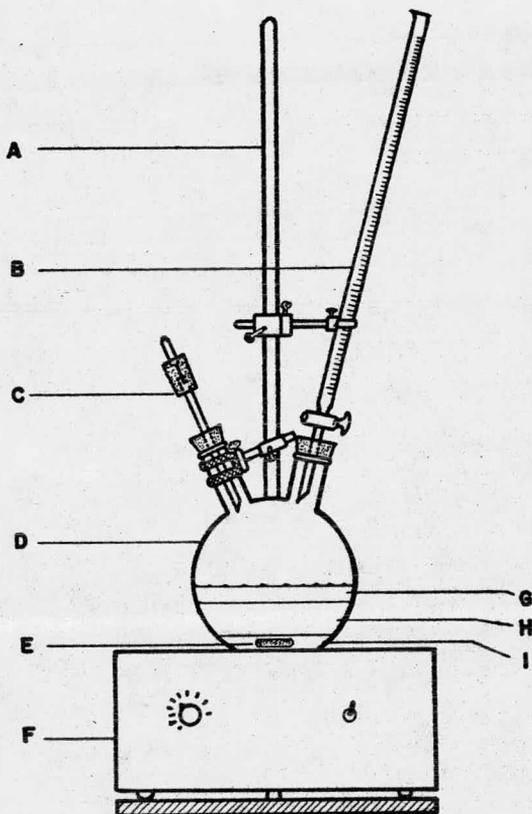
### Material:

- 1 Matraz de reacción de dos bocas de 100 ml.
- 1 Bureta graduada
- 1 Válvula de Bunsen
- Pipetas volumétricas
- Vasos de precipitados
- Agitador magnético
- Probetas graduadas
- Soporte y pinzas para bureta

### Reactivos:

- Amalgama líquida de zinc
- Acido sulfúrico concentrado
- Acido sulfúrico al 1%
- Bicarbonato de sodio en tabletas o trozos de mármol
- Tetracloruro de carbono
- Tiocianato de potasio 0.1 N
- Sulfato férrico amónico 0.06015 N

FIGURA 2

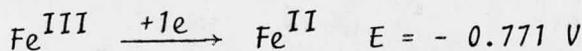
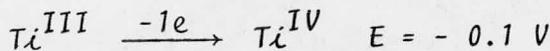
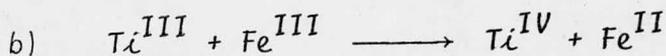
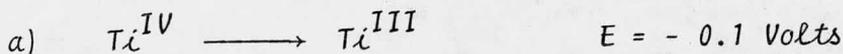


- |     |                         |     |          |
|-----|-------------------------|-----|----------|
| A - | trípé                   | B - | bureta   |
| C - | válvula de Bunsen       |     |          |
| D - | matraz de dos bocas     | E - | magneto  |
| F - | agitador magnético      | G - | muestra  |
| H - | tetracloruro de carbono | I - | amalgama |

### Procedimiento:

Una alícuota de 10 ml. (0.1000 g.) de la muestra se diluyen con 20 ml. de  $H_2SO_4$  al 1% y se transfiere al matraz de reacción (Figura 2), en el cual se han colocado previamente 6 ml. de la amalgama de zinc y 10 ml. de  $H_2SO_4$  al 1%, se agregan dos tabletas de  $NaHCO_3$  o un trozo de mármol y cuando ha cesado el desprendimiento de gas, se añade otra tableta, y al terminar la efervescencia, se tapa inmediatamente con la válvula de Bunsen y se agita durante 5 minutos. Se agregan 20 ml. de  $CCl_4$ , y 2 ml. de solución 0.1 N de  $KSCN$  como indicador. Se titula con solución valorada de sulfato férrico amónico hasta la aparición de una coloración roja, agitando sin perturbar la capa de tetracloruro.

### Reacciones:



Cálculos:

$$g \text{ Ti O}_2 = F \times V \text{ Fe}_2 (\text{S O}_4)_3 \cdot (\text{N H}_4)_2 \text{ S O}_4$$

$$\% \text{ Ti O}_2 = F \times V \text{ Fe}_2 (\text{S O}_4)_3 \cdot (\text{N H}_4)_2 \text{ S O}_4 \times 100$$

---

peso muestra

## 2.- Determinación de Tungsteno:

### Material:

- 1 Matraz de reacción de dos bocas de 100 ml.
- 1 Bureta graduada
- 1 Válvula de Bunsen
- Pipetas volumétricas
- Vasos de precipitados
- Agitador magnético
- Probetas graduadas
- Soporte y pinzas para bureta

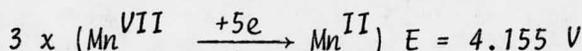
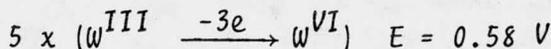
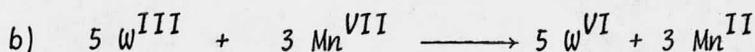
### Reactivos:

- Amalgama líquida de plomo
- Acido clorhídrico concentrado
- Acido clorhídrico diluido
- Bicarbonato de sodio en tabletas o trozos de mármol
- Permanganato de potasio 0.1 N
- Solución saturada de sulfato manganeso
- Tetracloruro de carbono

### Procedimiento:

Una alícuota de 10 ml. (0.1000 g.) de la muestra se diluye con 20 ml. de HCl concentrado y se transfiere al matraz de reacción (Fig. 2), en el cual se han colocado previamente 6 ml. de amalgama de plomo y 10 ml. de ácido clorhídrico diluido, se agregan dos tabletas de bicarbonato de sodio o un trozo de mármol, y al terminar la efervescencia se añade otra tableta, se calienta a 50°C y se tapa con la válvula de Bunsen durante cinco minutos. Se agregan 20 ml. de CCl<sub>4</sub> y se titula con solución 0.1 N de KMnO<sub>4</sub> en presencia de solución saturada de sulfato manganoso, agitando sin perturbar la capa de tetracloruro.

### Reacciones:



Cálculos:

$$g \text{ WO}_3 = F \times V_{\text{K Mn O}_4}$$

$$\% \text{ WO}_3 = \frac{F \times V_{\text{K Mn O}_4} \times 100}{\text{peso muestra}}$$

### 3.- Determinación de Molibdeno:

#### Material:

- 1 Matraz de reacción de dos bocas de 100 ml.
- 1 Válvula de Bunsen
- 1 Bureta graduada
- Pipetas volumétricas
- Vasos de precipitados
- Agitador magnético
- Probetas graduadas
- Soporte y pinzas para bureta

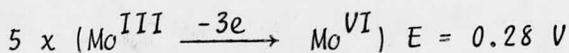
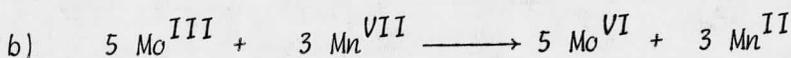
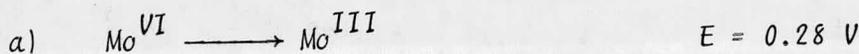
#### Reactivos:

- Amalgama de cadmio o zinc
- Acido clorhídrico 5 ó 6 N
- Bicarbonato de sodio en tabletas o trozos de mármol
- Tetracloruro de carbono
- Permanganato de potasio 0.1 N
- Solución saturada de sulfato manganeso

## Procedimiento:

Una alícuota de 10 ml. (0.1000 g.) de la muestra se diluye en 20 ml. de HCl 5 a 6 N y se transfiere al matraz de reacción (Fig. 2), en el cual debe haber 6 ml. de amalgama de cadmio o zinc. Se agregan 2 tabletas de  $\text{NaHCO}_3$  y cuando ha cesado la efervescencia se añade otra tableta. Se agregan 20 ml. de  $\text{CCl}_4$ , y se titula con solución 0.1 N de  $\text{KMnO}_4$ , en presencia de solución saturada de  $\text{MnSO}_4$ , agitando sin perturbar la capa de  $\text{CCl}_4$ .

## Reacciones:



## Cálculos:

$$g \text{ Mo O}_3 = F \times V_{\text{KMnO}_4}$$

$$\% \text{ Mo O}_3 = \frac{F \times V_{\text{KMnO}_4} \times 100}{\text{peso muestra}}$$

Para las determinaciones basadas en una reducción selectiva, se procedió de la siguiente manera:

#### Fundamento:

Esta determinación está basada en la reducción conjunta de molibdeno y tungsteno con amalgama de plomo, titulando los elementos reducidos con solución valorada de  $K Mn O_4$ , y la posterior reducción del tungsteno con amalgama de cadmio, titulando también con solución valorada de  $K Mn O_4$ .

#### Material:

- 1 Matraz de reacción de dos bocas de 100 ml.
- 1 Válvula de Bunsen
- 1 Bureta graduada
- Pipetas volumétricas
- Vasos de precipitados
- Agitador magnético
- Probetas graduadas
- Soporte y pinzas para bureta

### Reactivos:

Amalgama de plomo

Amalgama de cadmio

Acido clorhídrico 5 ó 6 N

Bicarbonato de sodio en tabletas o trozos de mármol

Tetracloruro de carbono

Permanganato de potasio 0.1 N

Sulfato manganoso

### Procedimiento:

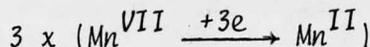
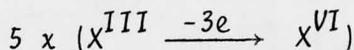
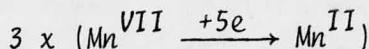
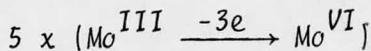
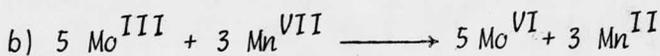
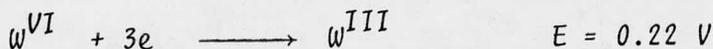
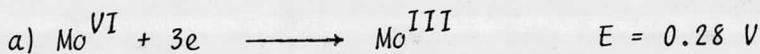
a) Una mezcla de 10 ml. de molibdeno (0.1000 g.) y 10 ml. de tungsteno (0.1000 g.) se diluyen con 20 ml. de H Cl 5 a 6 N y se transfieren a un matraz de reacción (Fig. 2), en el cual debe haber 6 ml. de amalgama de plomo. Se agregan 2 tabletas de bicarbonato de sodio o un trozo de mármol y cuando ha cesado la efervescencia se añade otra tableta u otro trozo de mármol. Se tapa con la válvula de Bunsen agitando durante 5 minutos. Se adicionan 20 ml. de  $C Cl_4$ , y se titula con solución 0.1 N de  $K Mn O_4$ , en presencia de solución saturada de sulfato manganoso, agitando sin perturbar la capa de  $C Cl_4$ . ( $V_1 = Mo + W$ ).

b) Nuevamente una mezcla de 10 ml. de molibdeno (0.1000 g.) y 10 ml. de tungsteno (0.1000 g.) se diluyen con 20 ml. de H Cl 5 a 6 N y se --

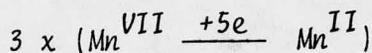
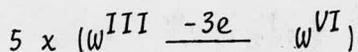
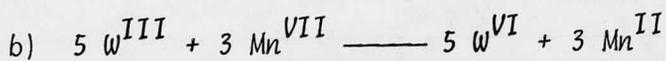
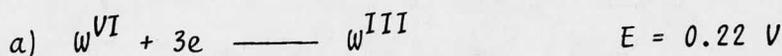
transfiere al matraz de reacción (Fig. 2), en el cual debe haber 6 ml. de amalgama de cadmio. Se agregan dos tabletas de bicarbonato de sodio o un trozo de mármol y cuando ha cesado la efervescencia se añade otra tableta u otro trozo de mármol. Se tapa con la válvula de Bunsen y se agita durante cinco minutos. Se adicionan 20 ml. de  $\text{C Cl}_4$ , y se titula con solución 0.1 N de  $\text{K Mn O}_4$ , en presencia de solución saturada de sulfato manganeso, agitando sin perturbar la capa de tetracloruro de carbono.

### Reacciones:

1.-



2.-



Cálculos:

$$g \text{ Mo O}_3 = F \times V_K \text{ Mn O}_4$$

$$\% \text{ Mo O}_3 = \frac{F \times (V_1 - V_2) \text{ K Mn O}_4 \times 100}{\text{peso muestra}}$$

$$g \text{ W O}_3 = F \times V_K \text{ Mn O}_4$$

$$\% \text{ W O}_3 = \frac{F \times V_2 \text{ K Mn O}_4 \times 100}{\text{peso muestra}}$$

CAPITULO VI

RESULTADOS

A continuación, se muestran los resultados obtenidos en forma de tablas:

Tabla I Standard de Trióxido de Molibdeno

Tabla II Wulfenita

Tabla III Molibdenita

Tabla IV Standard de Trióxido de Tungsteno

Tabla V Scheelita

Tabla VI Wolframita

Tabla VII Standard de Dióxido de Titanio

Tabla VIII Ilmenita

Tabla IX Rutilo

Tabla X Wulfenita

Tabla XI Scheelita

## T A B L A I

Standard	0.008 g. Mo O <sub>3</sub> /ml.
Volumen de muestra	10 ml. (0.08 g. Mo O <sub>3</sub> )
Titulante	K Mn O <sub>4</sub> 0.1000 N
Factor	0.004798 g. Mo O <sub>3</sub> /ml.
Amalgama	Cd/Hg

Muestra	V K Mn O <sub>4</sub>	g. Mo O <sub>3</sub>	Eficiencia
1	15.9 ml.	0.0762 g.	95.29%
2	16.2	0.0777	97.17
3	16.2	0.0777	97.17
4	15.9	0.0762	95.29
5	16.1	0.0772	96.54
6	16.2	0.0777	97.17
7	16.5	0.0791	98.92
8	15.3	0.0734	91.79
9	15.4	0.0738	92.29
10	16.0	0.0767	95.91
		Promedio	95.75%

## T A B L A            II

Wulfenita (Pb Mo O <sub>4</sub> )	Pb O = 61.4%    Mo O <sub>3</sub> = 38.6%
Peso de muestra	0.1000 g.
Titulante	K Mn O <sub>4</sub> 0.1000 N
Factor	0.004798 g Mo O <sub>3</sub> /ml.
Amalgama	Cd/Hg

Muestra	V K Mn O <sub>4</sub>	g. Mo O <sub>3</sub>	% Mo O <sub>3</sub>	Eficiencia
1	7.4 ml.	0.0355 g.	35.5%	91.96%
2	7.6	0.0364	36.4	94.30
3	7.7	0.0369	36.9	95.59
4	7.4	0.0355	35.5	91.96
5	7.7	0.0369	36.9	95.59
6	7.7	0.0369	36.9	95.59
7	7.8	0.0359	35.9	96.89
8	7.7	0.0369	36.9	93.00
9	7.7	0.0369	36.9	95.59
10	7.6	0.0364	36.4	94.30
			Promedio	94.47%

T A B L A III

Molibdenita ( $\text{Mo S}_2$ )	Mo = 60%      S = 40%
	60% Mo = 90.02% $\text{Mo O}_3$
Peso de muestra	0.1000 g.
Titulante	$\text{K Mn O}_4$ 0.1000 g.
Factor	0.004798 N $\text{Mo O}_3/\text{ml.}$
Amalgama	Cd/Hg

Muestra	V $\text{K Mn O}_4$	g. $\text{Mo O}_3$	% $\text{Mo O}_3$	Eficiencia
1	18.0 ml.	0.0863 g.	86.3%	95.93%
2	18.1	0.0868	86.8	96.46
3	17.9	0.0858	85.8	95.40
4	17.9	0.0858	85.8	95.40
5	18.1	0.0863	86.3	95.93
6	18.0	0.0863	86.3	95.93
7	17.2	0.0825	82.5	91.66
8	17.9	0.0858	85.8	95.40
9	18.1	0.0868	86.8	96.46
10	18.5	0.0887	88.7	98.60
			Promedio	95.77%

## T A B L A IV

Standard	0.008 g. W O <sub>3</sub> /ml.
Volumen de muestra	10 ml. (0.08 g. W O <sub>3</sub> )
Titulante	K Mn O <sub>4</sub> 0.1000 N
Factor	0.007728 g. W O <sub>3</sub> /ml.
Amalgama	Pb/Hg

Muestra	V K Mn O <sub>4</sub>	g. W O <sub>3</sub>	Eficiencia
1	10.0 ml.	0.07728 g.	96.60%
2	10.1	0.07805	97.56
3	10.1	0.07805	97.56
4	9.9	0.07650	95.62
5	10.1	0.07805	97.56
6	10.3	0.07959	99.48
7	10.2	0.07882	98.52
8	9.8	0.07573	94.66
9	9.7	0.07496	93.70
10	10.1	0.07805	97.56
		Promedio	96.882%

## T A B L A V

Scheelita ( $\text{Ca W O}_4$ )	$\text{Ca O} = 19.4\%$	$\text{W O}_3 = 80.6\%$
Peso de muestra	0.1000 g.	
Titulante	$\text{K Mn O}_4$ 0.1000 N	
Factor	0.007728 g. $\text{W O}_3/\text{ml.}$	
Amalgama	Pb/Hg	

Muestra	V $\text{K Mn O}_4$	g. $\text{W O}_3$	% $\text{W O}_3$	Eficiencia
1	10.1 ml.	0.07805 g	78.05%	96.83%
2	9.9	0.07650	76.50	94.91
3	10.2	0.07882	78.82	97.79
4	10.2	0.07882	78.82	97.79
5	10.0	0.07728	77.28	95.88
6	10.3	0.07959	79.59	98.74
7	10.2	0.07882	78.82	97.79
8	10.2	0.07882	78.82	97.79
9	9.9	0.07573	75.73	93.95
10	10.1	0.07805	78.05	96.83
			Promedio	96.83%

## T A B L A VI

Wolframita (Mn, Fe) $WO_4$	$WO_3 = 75\%$ $Mn O = 15\%$
	$Fe O = 10\%$
Peso de muestra	0.1000 g.
Titulante	$K Mn O_4$ 0.1000 N
Factor	0.007728 g. $W O_3/ml.$
Amalgama	Pb/Hg

Muestra	V $K Mn O_4$	g. $W O_3$	% $W O_3$	Eficiencia
1	9.3 ml.	0.07187 g.	71.87%	95.82%
2	9.0	0.06955	69.55	92.73
3	9.2	0.07109	71.09	94.78
4	9.4	0.07264	72.64	96.85
5	9.4	0.07264	72.64	96.85
6	9.6	0.07418	74.18	98.90
7	9.1	0.07032	70.32	93.76
8	9.4	0.07264	72.64	96.85
9	9.0	0.06955	69.55	92.73
10	9.0	0.06955	69.55	92.73
			Promedio	95.20%

## T A B L A VII

Standard	0.0008 g. $Ti O_2/ml.$
Volumen de muestra	10 ml. (0.08 g. $Ti O_2$ )
Titulante	$Fe_2 (SO_4)_3 \cdot (NH_4)_2 SO_4$ 0.06015 N
Factor	0.004806 g. $Ti O_2/ml.$
Amalgama	Zn/Hg

Muestra	V Titulante	g. $Ti O_2$	Eficiencia
1	16.1 ml.	0.07737 g.	96.71%
2	16.3	0.07833	97.91
3	16.3	0.07833	97.91
4	16.5	0.07929	99.11
5	16.4	0.07881	98.51
6	16.3	0.07833	97.91
7	16.2	0.07785	97.31
8	15.3	0.07353	91.91
9	15.8	0.07593	94.91
10	16.0	0.07689	96.11
		Promedio	96.83%

## T A B L A VIII

Ilmenita (Fe O Ti O <sub>2</sub> )	Ti = 31.6% ~ Ti O <sub>2</sub> = 52.71%
Peso de muestra	0.1000 g.
Titulante	Fe <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) · (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0.06015 N
Factor	0.00480 g. Ti O <sub>2</sub> / ml.
Amalgana	Zn/Hg

Muestra	V Titulante	g. Ti O <sub>2</sub>	% Ti O <sub>2</sub>	% Ti	Eficiencia
1	10.2 ml.	0.04902	49.02	29.38	92.99
2	10.2	0.04902	49.02	29.38	92.99
3	10.9	0.05238	52.38	31.40	99.37
4	10.6	0.05094	50.94	30.53	96.64
5	10.1	0.04854	48.54	29.10	92.08
6	10.7	0.05142	51.42	30.82	97.55
7	10.1	0.04854	48.54	29.10	92.08
8	10.5	0.05046	50.46	30.25	95.73
9	10.6	0.05094	50.94	30.53	96.64
10	10.6	0.05094	50.94	30.53	96.64
				Promedio	95.27%

## T A B L A IX

Rutilo	$Ti O_2 = 100\% \sim Ti = 60\%$
Peso de muestra	0.1000 g.
Titulante	$Fe_2 (SO_4)_3 \cdot (NH_4)_2 SO_4$ 0.06015 N
Factor	0.004806 g. $Ti O_2$ / ml.
Amalgama	Zn/Hg

Muestra	V Titulante	g. $Ti O_2$	% $Ti O_2$	% Ti	Eficiencia
1	20.1 ml.	0.09660 g.	96.60	57.96	96.60%
2	20.2	0.09708	97.08	58.24	97.08
3	19.8	0.09515	95.15	57.09	95.15
4	19.2	0.09227	92.27	55.36	92.27
5	20.2	0.09708	97.08	58.24	97.08
6	20.2	0.09708	97.08	58.24	97.08
7	20.2	0.09708	97.08	58.24	97.08
8	20.1	0.09660	96.60	57.96	96.60
9	20.1	0.09660	96.60	57.96	96.60
10	19.9	0.09563	95.63	57.37	95.63
				Promedio	96.11%

T A B L A X

Wulfenita  $\text{MoO}_3 = 31.2\%$   $\text{WO}_3 = 7.4\%$   
 Peso de muestra 0.1000 g.  
 Titulante  $\text{K Mn O}_4$  0.1000 N  
 Factor 0.007728 g.  $\text{WO}_3 / \text{ml.}$  ;  $\text{Mo O}_3 / \text{ml.}$   
 Amalgama Pb/Hg , Cd/Hg

Muestra	$V_1$ K Mn $\text{O}_4$ ( $\text{Mo O}_3 + \text{WO}_3$ )	$V_2$ K Mn $\text{O}_4$ ( $\text{WO}_3$ )	g. $\text{W O}_3$	% $\text{W O}_3$	Eficiencia $\text{WO}_3$	$V_1 - V_2$ K Mn $\text{O}_4$ ( $\text{Mo O}_3$ )	g. $\text{Mo O}_3$	$\text{Mo O}_3$	Eficiencia % $\text{Mo O}_3$	Eficiencia Total
1	7.20	0.90 ml.	0.00695	6.95	93.91%	6.3 ml.	0.03022	30.22	96.85	95.38
2	7.20	0.90	0.00695	6.95	93.91	6.3	0.03022	30.22	96.85	95.38
3	6.90	0.90	0.00695	6.95	93.91	6.0	0.02878	28.78	92.84	93.07
4	7.05	0.95	0.00734	7.34	99.18	6.1	0.02926	29.26	93.78	96.48
5	7.10	0.90	0.00695	6.95	93.91	6.2	0.02974	29.74	95.32	94.61
6	7.35	0.95	0.00734	7.34	99.18	6.4	0.03070	30.70	98.39	98.78
7	7.30	0.90	0.00695	6.95	93.91	6.4	0.03070	30.70	98.39	96.15
8	7.20	0.90	0.00695	6.95	93.91	6.3	0.03022	30.22	96.85	95.38
9	7.25	0.95	0.00734	7.34	99.18	6.3	0.03022	30.22	96.85	98.01
10	7.25	0.95	0.00734	7.34	99.18	6.3	0.03022	30.22	96.85	98.01
					Promedio 96.01%			Promedio	96.23%	96.12%

T A B L A XI

Scheelita  $WO_3 = 67.0\%$   $MoO_3 = 9.0\%$   
 Peso de muestra 0.1000 g.  
 Titulante  $KMnO_4$  0.1000 N  
 Factor 0.004798 g.  $MoO_3 / ml.$  ,  $WO_3 / ml.$   
 Amalgama Pb/Hg , Cd/Hg

Muestra	$V_1$ $KMnO_4$ ( $WO_3 + MoO_3$ )	$V_2$ $KMnO_4$ ( $WO_3$ )	g. $WO_3$	% $WO_3$	Eficiencia $WO_3$	$V_1 - V_2$ $KMnO_4$ ( $MoO_3$ )	g. $MoO_3$	$MoO_3$	Eficiencia % $MoO_3$	Eficiencia Total
1	10.15 ml.	8.4 ml.	0.06491	64.91	96.88%	1.75 ml.	0.008396	8.39	93.22	95.05
2	9.8	8.0	0.06182	61.82	92.26	1.80	0.008636	8.63	95.88	94.07
3	10.10	8.3	0.06414	64.14	95.73	1.80	0.008636	8.63	95.88	95.80
4	10.10	8.3	0.06414	64.14	95.73	1.80	0.008636	8.63	95.88	95.80
5	10.00	8.2	0.06636	63.36	94.58	1.80	0.008636	8.63	95.88	95.22
6	10.25	8.5	0.06568	54.68	98.02	1.75	0.008396	8.39	93.22	95.62
7	10.00	8.2	0.06336	63.36	94.56	1.80	0.008636	8.63	95.88	95.22
8	10.15	8.4	0.06491	64.91	96.88	1.75	0.008396	8.39	93.22	95.05
9	10.15	8.3	0.06414	64.14	95.73	1.85	0.008876	8.87	98.55	97.14
10	9.95	8.2	0.06336	63.36	94.76	1.75	0.008396	8.39	93.22	93.89
					Promedio 95.49%			Promedio	95.08%	95.28%

C O N C L U S I O N E S

Del presente trabajo, se pueden concluir - las siguientes ventajas:

- a) Que es un método exacto, rápido y fácil de efectuar.
- b) Puede ser realizado por una persona.
- c) La elaboración de los análisis no requiere de equipo costoso o bien, de personas altamente capacitadas para efectuarlos.
- d) El tiempo requerido para cada análisis es - de 30 minutos.
- e) Las amalgamas ya preparadas pueden ser empleadas repetidas veces, sin que disminuya su capacidad reductora.
- f) Los reactivos empleados en las determinaciones, son accesibles y de uso común en cualquier laboratorio.
- g) Los resultados obtenidos son altamente satisfactorios y se hace notar la conveniencia de seguir investigando el uso de este método.
- h) La elaboración del análisis no presenta ningún peligro para las personas que lo efectúan.
- i) Los elementos estudiados fueron fácilmente llevados al estado de oxidación definido.

j) El costo del mercurio y de los metales necesarios para preparar las amalgamas, queda compensado ya que éstos son reutilizables durante un número considerable de determinaciones.

Los inconvenientes del método son los siguientes:

- a) Como no se ha investigado ampliamente el método, es necesario determinar la eficiencia de cada amalgama para cada elemento en particular.
- b) Puede hacerse notar la necesidad de investigar más a fondo la interferencia que puedan presentar algunos elementos, así como la eliminación de dichos elementos interferentes.

B I B L I O G R A F I A

- I Hillebrand, W.F., and Lundell, G.E.F.  
*Applied Inorganic Analysis with reference  
to the Analysis of Metals, Minerals and  
Rocks.*  
2a. Edición.  
John Wiley & Sons, Inc.  
New York (1955)  
p.p. 108-117
- II Latimer, W.M.  
*The Oxidation States of the Elements and  
their Potentials in Aqueous Solutions.*  
Second Edition.  
Prentice - Hall, Inc.  
Englewood Cliffs, N.J. (1959)  
p.p. 220-228, 234-241, 250-257, 266-269
- III Latimer, W.M., and Hildebrand, J.H.  
*Referencia Book of Inorganic Chemistry*  
3a. Edición.  
The Macmillan Co.  
New York (1959)  
p.p. 335-338, 378-385
- IV Reilley, C.N., and Sawyer, D.T.  
*Experiment for Instrumental Methods.*  
Mc. Graw - Hill Book, Co., Inc.  
New York (1961)  
p.p. 399-402

- V Vogel, A.I.  
A Text-book of Quantitative Inorganic  
Analysis  
2a. Edición.  
Longmans.  
New York (1951)  
p.p. 287-293, 337-342
- VI Kano, N., Sci. Reps. Tohoku Imp. Univ.,  
1927, 16, 701, 713, 723.
- VII Kikuchi, S., Sci. Reps. Tohoku Imp. Univ.,  
1927, 16, 694, 707.
- VIII Nakazono, T., Sci. Reps. Tohoku Imp. Univ.,  
1925, 14, 109, 687.
- IX Smith, G.F., and Wilcox, C.S., Ind. Eng.  
Chem., Anal. Ed., 1937, 9, 419-420.
- X Smith, G.F., and Kurtz, L.T., Ind. Eng.  
Chem., Anal. Ed., 1942, 14, 854-855.
- XI Someya, K., Sci. Reps. Tohoku Imp. Univ.,  
1925, 14, 47, 235, 568.
- XII Idem, *ibid.*, 1926, 15, 399, 417, 421.

- XIII Idem, *ibid.*, 1927, 16, 397, 515, 521.
- XIV Idem, *ibid.*, 1928, 17, 131, 1289.
- XV Stephen, W.I., *Ind. Chem.*, 1953, Feb., 78, 81.
- XVI Idem, *ibid.*, 1953, Mar., 128-130.
- XVII Idem, *ibid.*, 1953, Apr., 169-171.

TESIS CRUZ  
Perú Núm. 115 Acc. 1  
México 1, D. F.  
Tel. 5-26-89-23