

2 Ej. No. 8



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA  
DE MEXICO  
FACULTAD DE QUIMICA**



**EXAMENES PROFESIONALES  
FAC. DE QUIMICA**

**ANALISIS COLORIMETRICO DE UNA  
ALEACION ALUMINIO SILICIO**

**TESIS  
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE  
INGENIERO QUIMICO METALURGICO  
P R E S E N T A :  
CARLOS EDUARDO FIGUEROA VADILLO**

1 9 8 4



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.

## LISTA DE TABLAS

Tabla	Página
1. Designaciones ASTM utilizadas en esta tesis.	4
2. Rango de análisis químico cubierto por la designación E 34-72.	4
3. Composición química de la aleación de <u>al</u> minio denominada comercialmente 356.	5
4. Componentes ópticos de un espectrofotóme- tro.	18
5. Especificaciones del espectrofotómetro Bausch & Lomb.	22
6. Miligramos de cobre en función de la <u>trans</u> mitancia.	40
7. Cantidad de muestra en función de los ml. de alícuota tomados.	41
8. Porcentaje de cobre en función de la alí- cuota tomada.	42
9. Miligramos de fierro en función de la <u>trans</u> mitancia.	47
10. Cantidad de muestra en función de los ml. de alícuota tomados.	49
11. Porcentaje de fierro en función de la alí- cuota tomada.	50
12. Miligramos de magnesio en función de la transmitancia.	56
13. Cantidad de muestra en función de los ml. de alícuota tomados.	58
14. Porcentaje de magnesio encontrado en la <u>mues</u> tra.	59
15. Miligramos de silicio en función de la <u>trans</u> mitancia.	65

## LISTA DE FIGURAS

Figura	Página
1. Componentes de un fotómetro.	15
2. Espectrofotómetro Bausch & Lomb.	20
3. Sistema óptico del espectrofotómetro Bausch & Lomb.	23
4. Curva de calibración para el cobre.	33
5. Curva de calibración para el fierro.	34
6. Curva de calibración para el magnesio.	35
7. Curva de calibración para el silicio.	36

## CONTENIDO

	Página
AGRADECIMIENTOS .....	iv
LISTA DE TABLAS .....	v
LISTA DE FIGURAS .....	vi
Capítulo	
I. INTRODUCCION .....	1
Generalidades .....	1
Características del aluminio 356 .....	6
Reactivos y disoluciones .....	7
Aparatos .....	7
II. FUNDAMENTOS TEORICOS DEL ANALISIS QUIMICO FOTOCOLORIMETRICO .....	9
Consideraciones preliminares.....	9
Definiciones y símbolos.....	10
Leyes de espectrofotometría .....	11
Desviaciones de la ley de Beer .....	14
Fotómetros .....	14
Instrumentos comerciales .....	19
Espectrofotómetro Bausch & Lomb.....	21
Generalidades .....	21
Optica .....	21
Electrónica .....	24

III. CURVAS DE CALIBRACION .....	25
Introducción .....	25
Cobre .....	25
Aparatos .....	25
Reactivos y disolución patrón .....	26
Procedimiento .....	26
Fierro .....	27
Aparatos .....	27
Reactivos y disoluciones patrón .....	28
Procedimiento .....	28
Magnesio .....	29
Aparatos .....	29
Reactivos y disolución patrón .....	29
Procedimiento .....	30
Silicio .....	31
Aparatos .....	31
Reactivos y disolución patrón .....	31
Procedimiento .....	32
IV. METODOS ESTUDIADOS .....	37
Cobre por el método del clorhidrato de neocuproina .....	37
Principio .....	37
Rango de aplicación .....	38
Aparatos .....	38
Reactivos .....	38
Procedimiento .....	38
Cálculos .....	39
Fierro por el método 1,10 fenantrolina .....	44
Principio .....	44
Rango de aplicación .....	44
Aparatos .....	44
Reactivos .....	44

Procedimiento .....	45
Cálculos .....	46
Magnesio por el método del Amarillo de Titan..	46
Principio .....	46
Rango .....	46
Aparatos .....	46
Reactivos .....	54
Procedimiento .....	54
Cálculos .....	55
Silicio por el método del ácido molibdosilico.	55
Principio.....	55
Rango .....	55
Interferencias .....	62
Aparatos .....	62
Reactivos .....	62
Procedimiento .....	62
Cálculos .....	63

V. RESULTADOS Y CONCLUSIONES .....	68
------------------------------------	----

BIBLIOGRAFIA .....	70
--------------------	----

APENDICE I .....	72
------------------	----

## CAPITULO I

### INTRODUCCION

#### Generalidades

En virtud de la necesidad de un método analítico que permita a bajo costo y mayor rapidez resultados óptimos en el análisis químico de una aleación aluminio-silicio, se emprendió la elaboración de la presente tesis.

A través del tiempo se han desarrollado métodos de análisis químico instrumental como es la Fotometría, la Absorción Atómica, la Espectrofotometría de Emisión, etc., que han permitido a las industrias de transformación, obtener elevada calidad en la producción, reducción de costos y menor cantidad de rechazos por parte del consumidor.

La falta de equipo instrumental en un laboratorio químico hace que disminuya la calidad del producto terminado, debido al menor control de calidad en factorías que tienen alta producción.

Actualmente, algunas empresas no han instalado un laboratorio químico adecuado para el análisis de la materia prima y el producto terminado debido a la escases de conocimientos sobre control de calidad de los directivos de dichas empresas.

Esta tesis es básicamente experimental. El objetivo a lograr con este trabajo, es proveer y aplicar un método de análisis químico colorimétrico para aleaciones de aluminio-silicio que sea rápido, orientado a empresas de condición económica reducida, con necesidades de un control químico en la materia prima así como en el producto terminado, tomando co-



mo base el equipo que ha sido utilizado en análisis gravimétricos y volumétricos.

Los análisis químicos propuestos en este trabajo, que aunque son métodos no usados frecuentemente en la actualidad por haber sido sustituidos por otros más avanzados, son más rápidos para la obtención de resultados que los gravimétricos y volumétricos que fueron usados en el laboratorio donde se desarrolló esta tesis.

Actualmente la empresa Crouse Hinds Domex, S.A. de C.V., está adoptando el método de análisis químico propuesto en este estudio, habiendo logrado la reducción de tiempo y costo en la determinación de los elementos aleantes de la materia prima, así como del producto terminado.

Cuando el laboratorio de la empresa mencionada fue planeado, sus exigencias no alcanzaban más de diez análisis químicos completos diarios, entendiéndose por análisis completo, la determinación de cuatro elementos de la aleación de aluminio-silicio denominado comercialmente 356. Por esta razón se utilizaron los métodos volumétricos y gravimétricos que cubrían totalmente las exigencias del control del material.

A medida que las necesidades de producción requirieron un mayor control del material, el número de análisis químicos completos diarios aumentó, tanto de materia prima como de producto terminado, y como consecuencia la saturación del laboratorio que ascendió a dieciseis análisis completos diarios.

La urgente necesidad de obtener en el menor tiempo y costo el resultado de más de dieciseis análisis químicos completos diarios, y debido al escaso respaldo económico de la empresa para la adquisición de un equipo instrumental apropiado, motivó el estudio de un método de análisis químico, rápido y económico, con el que se pudiera trabajar con mayor capacidad y verificar que la materia prima y el producto terminado, que la compañía adquiría y vendía respectivamente, tuviera las características exigidas para que la calidad del producto no se afectara.

A continuación se darán a conocer las necesidades ele-

mentales de análisis químicos de la empresa: Análisis de cobre, fierro, magnesio y silicio, en la Aleación de aluminio denominada comercialmente aluminio 356. Para el logro de los análisis de estos elementos existen algunas especificaciones como son las establecidas en este país por la Dirección General de Normas, acordes a las extranjeras como las ASTM, SAE, DIN, etc., mismas que todo fabricante debe observar en la producción de un artículo para que éste pueda ser aceptado en el mercado.

Si el producto no cumple con las normas o especificaciones establecidas, deberá ser rechazado por el departamento de Control de Calidad.

Las especificaciones utilizadas en esta tesis para los análisis químicos de materia prima, así como de producto terminado de aluminio y aleaciones base aluminio, son las establecidas por la American Society for Testing and Materials (ASTM) mostradas en la TABLA 1 de esta tesis.

La designación E 34-72 (1) de la ASTM mencionada en la TABLA 1, solamente cubre algunos métodos de análisis y rangos de aplicación de dichos análisis y éstos son mostrados en la TABLA 2. La TABLA 2 solamente muestra los elementos que nos interesa analizar.

La composición química de la aleación de aluminio denominada comercialmente 356 es mostrada en la TABLA 3 (2), esta tabla solamente incluye a los elementos mostrados en la TABLA 2.

Es conveniente manifestar por razones obvias, que en la elaboración de la presente tesis, la aleación de aluminio-silicio denominada comercialmente 356, se le llamará en el curso de la misma aluminio 356.

Si comparamos la composición química del aluminio 356 mostrada en la TABLA 3 y los rangos cubiertos por la designación E 34-72 mostrados en la TABLA 2, concluiremos que: (a) solamente el cobre y el fierro están dentro de los rangos de

TABLA 1

Designaciones ASTM utilizadas en esta tesis

Designación	Nombre
E 34-72 <sup>a</sup>	Métodos patrón para análisis químico de aluminio y aleaciones base aluminio.
E 50	Aparatos, reactivos y precauciones para el análisis químico de metales.
E 60	Métodos fotométricos para análisis químico de metales.
E 88	Muestreo para la determinación de la composición química de metales y aleaciones no ferrosas en forma fundida.

TABLA 2

Rango de análisis químico cubierto por la designación E 34-72

Elemento	Rango (%)	Método de análisis químico
Cobre	0.01 a 1.20	Fotométrico
Fierro	0.01 a 3.00	Fotométrico
Magnesio	0.01 a 12.0	Gravimétrico
Silicio	0.05 a 1.00	Fotométrico

<sup>a</sup> Esta norma fue editada bajo la designación E 34; el número inmediato a esta indica el año en que fue editada, o en caso de revisión el año de ésta última.

TABLA 3

Composición química de la aleación de aluminio denominada comercialmente 356

Elemento	Lingote	Pieza colada
Cobre	0.25 max.	0.25 max.
Fierro	0.50 max.	0.60 max.
Magnesio	0.25-0.40	0.20-0.40
Silicio	6.5-7.5	6.5-7.5

análisis que reclaman nuestras necesidades; (b) el silicio tiene un porcentaje muy alto en la TABLA 3, y está fuera del rango cubierto por el método mostrado en la TABLA 2, y; (c) el porcentaje de magnesio está dentro del rango de aplicación del método pero la determinación es gravimétrica, y no está dentro de los objetivos de ésta tesis. Por lo tanto se tuvo que investigar un método el cual cumplirá con los objetivos de la tesis bajos los criterios que a continuación se detallarán.

Un punto a explicar sobre los métodos de análisis químicos es la cualidad esencial que exige un método de análisis químico en dar resultados similares con una misma probeta, cualquiera que sea el laboratorio que lo utilice.

La reproducibilidad de los resultados, depende ante todo de lo específico de la reacción o de la técnica elegida, designado a lo específico como la aptitud de un método para evitar la "interferencia" (3) de los demás elementos presentes simultáneamente.

La sensibilidad, es decir el porcentaje por debajo del cual resulta posible el análisis, es un factor que debe intervenir en la elección de un reactivo o de una técnica, por ejemplo, una sensibilidad demasiado grande puede limitar el

empleo de una técnica disminuyendo la precisión para los grandes porcentajes de algunos elementos, así como la sensibilidad débil puede impedir el empleo de un método para los porcentajes bajos o muy bajos.

En fin, la rapidez, factor de productividad, puede imponer una técnica, sobre todo cuando es posible sin otro perjuicio que el consentir algún sacrificio de la precisión.

Por lo tanto, generalmente estamos obligados a adoptar métodos diferentes, métodos para los altos y los bajos contenidos, así como debemos preferir los métodos rápidos, al menos para el control rutinario.

### Características del aluminio 356

Antes de continuar, se darán a conocer algunas características generales del aluminio 356 colado en arena.

#### a).- Composición química (2):

Elemento	Lingote	Pieza colada
Silicio	6.5-7.5	6.5-7.5
Fierro	0.50 max.	0.60 max.
Cobre	0.25 max.	0.25 max.
Manganeso	0.35 max.	0.35 max.
Magnesio	0.25-0.40	0.20-0.40
Zinc	0.35 max.	0.35 max.
Titanio	0.25 max.	0.25 max.
Otros	0.05 max.	0.05 max.

#### b).- Propiedades Físicas (4)

Resistencia a la tensión	21 000 psi
Tensión de cedencia	14 500 psi
Dureza Brinell (500 kg, 10 mm, 30 s.)	62 BHN
Contracción	5/32 in/ft
Densidad	0.092 lb/in <sup>3</sup>

Los análisis químicos colorimétricos presentados en ésta tesis, son aplicables a las siguientes designaciones clasificadas por The Aluminum Association: 356.0, 356.1 y 356.2; A 356.0 y A 356.2; A 444.0 y A 444.2 (2), las cuales se designan comercialmente como aleaciones 356, A 356 y A 344 respectivamente.

### Reactivos y disoluciones

Durante la realización de los análisis por los métodos que se mencionan a continuación se han empleado como reactivos sustancias del grado "R.A." sin especial purificación.

Las disoluciones de reactivos comercialmente sólidos se prepararon sobre base de peso/volumen de disolución. Las disoluciones de reactivos líquidos se prepararon sobre base de volumen de reactivo/volumen de disolución.

Se han procurado eliminar aquellas sustancias poco estables con el tiempo, substituyéndolas por otras de acción similar pero de mayor estabilidad.

Cada método presentado contiene la composición de los reactivos especiales que se emplearon en él. Los métodos mencionan las disoluciones necesarias para la construcción de las curvas de calibración, de tal suerte que en todos los puntos determinados las diluciones necesarias contengan una misma cantidad de sales, bases y ácidos, para que automáticamente se corrijan las lecturas por efectos salinos (5).

### Aparatos

Aparte del material usual de laboratorio (balanzas analíticas, material de vidrio, estufa, mufla, etc.), el único instrumento rutinariamente empleado en este tipo de trabajo es el espectrofotómetro. Su manejo es ampliamente conocido para insistir en él, únicamente se menciona la importancia de una calibración muy cuidadosa. Las diluciones presentadas en cada método, así como las concentraciones del elemento a determinar corresponden a lecturas muy adecuadas en aparatos del tipo más sencillo (Bausch & Lomb, Klett, Fisher, Leitz,

etc.) generalmente provistos de celdas fotosensibles de barrera, filtros de poca selectividad, y celdas con paso de luz de 1 cm aproximadamente. Si se dispone de equipo más sofisticado es posible extender el alcance de las curvas a mayores concentraciones sin perder exactitud.

## CAPITULO II

### FUNDAMENTOS TEORICOS DEL ANALISIS QUIMICO FOTOCOLORIMETRICO

#### Consideraciones preliminares

La colorimetría es la parte del análisis cuantitativo en que se determina la concentración de una substancia en una solución, por medición de la cantidad relativa de luz que absorbe la solución debido a la presencia de soluto (1). El término colorimetría también se usa para designar el estudio de las características de color de los diferentes cuerpos pero en esta tesis se considerará únicamente la primera acepción.

La forma clásica de la colorimetría, basada en la comparación visual de la intensidad de color, ha desaparecido casi por completo, ya que la forma actual reemplaza al ojo humano por celdas fotosensibles, pero el distinto número de designaciones hace necesaria una "normalización" (2) que evitaría algunas confusiones; hayamos, en efecto, la fotocolorimetría o fotometría colorimétrica, espectroabsorbiometría, espectrofotometría, fotometría, etc., para designar el mismo principio de métodos y diseño de aparatos. Estos últimos son los que permiten la evaluación precisa de las densidades ópticas sea por desviación o compensación eléctrica o compensación óptica. En ésta tesis la llamaremos únicamente fotocolorimetría.

El grupo de métodos fotocolorimétricos, ha llegado a ser uno de los más importantes en el análisis químico de metales ligeros, debido a que son de un empleo muy general por su selectividad, por el gran número de reacciones coloreadas que



se conocen actualmente y por la precisión de que son capaces, tanto para porcentaje elevados como débiles.

### Definiciones y símbolos

Conviene definir los diversos términos técnicos que se emplean en fotocolorimetría a fin de evitar confusiones. Por esta razón se presentan a continuación las siguientes definiciones y símbolos que han sido recomendadas por la Comisión de Nomenclatura (3); se indican los términos equivalentes a los fuera de uso, así como sus símbolos, relacionándolos con los más antiguos aparecidos en la literatura.

Absorbancia,  $A$ , es el logaritmo base 10 del recíproco de la transmitancia,  $T$ , en el que el disolvente puro es el material de referencia; esto es,  $A = \log_{10} 1/T = -\log_{10} T$ . Esta propiedad se llamaba antiguamente densidad óptica (D.O.), o algunas veces sólo densidad ( $D$ ), o extinción o extintancia ( $E$ ).

Absortividad,  $a$ , es la relación entre la absorbancia y el producto de la longitud de paso óptico,  $b$ , por la concentración,  $c$ ,. Es decir,  $a = A/bc$  o  $A = abc$ . La absorbancia específica es la absorbancia por unidad de paso óptico (normalmente en centímetros) y de concentración. Deben indicarse las unidades de concentración. Los términos antiguos para la absortividad son extinción específica, absorción específica, coeficiente de extinción e índice de absorbancia; el símbolo de éstos términos es la Kappa griega minúscula.

Absortividad molar,  $e$ , es la absortividad cuando la concentración se expresa en moles por litro y el paso de luz en centímetros. Tiene dimensiones de litro por mol y centímetro.

Poder de radiación,  $P$ ; algunas veces llamado flujo de radiación, es la cantidad de energía transportada por un haz de energía radiante y se mide con detectores, tales como fotoceldas, termopares y bolómetros. Este término fué primeramente designado por la letra  $I$ , de intensidad.

Transmitancia,  $T$ , es la relación entre el poder de radiación transmitido por una muestra ( $P$ ) y el poder de radiación que incide sobre la muestra ( $P_0$ ), medidos ambos en la misma posición del espectro y con la misma rendija,  $T = P/P_0$ . Se supone que el haz es de radiación paralela y que incide sobre las superficies planas y paralelas de la muestra, formando ángulos rectos.

### Leyes de espectrofotometría

A fin de determinar cuantitativamente la concentración de una solución por medio de la cantidad de luz que ésta transmite, son necesarias obviamente algunas relaciones matemáticas entre la concentración de la disolución y la transmisión de luz. La ley de Beer-Lambert, mejor conocida como la "Ley de Beer", provee tales relaciones. Esta ley es una modificación de una ley derivada por Lambert<sup>a</sup>, la cual se aplicaba a la transmisión de luz monocromática por sólidos homogéneos (4).

Lambert concluye que cada unidad de longitud del material a través del cual la luz pasa, absorbe la misma fracción de luz que entra. Si  $P$  representa la intensidad de luz transmitida y  $P_0$  representa la intensidad de luz incidente, entonces el cambio en  $P$  es proporcional a la intensidad de luz incidente multiplicada por el cambio en el espesor  $\ell$  del material a través del cual la luz pasa. Matemáticamente:

$$dP = -kP d\ell \quad I$$

la constante de proporcionalidad es  $k$  y el signo negativo se origina del hecho de que  $P$  tiende a disminuir conforme  $\ell$  tiende a aumentar.

Reacomodando e integrado I:

$$\frac{dP}{P} = -k d\ell \quad II$$

<sup>a</sup> Durante muchos años esta ley se llamó de Lambert (1760); pero después se supo que había sido enunciada por Pierre Bouguer 1729 (5)

$$\int_{P_0}^P dP/P = -k \int_0^{\ell} d\ell \quad \text{III}$$

por lo tanto:

$$\ln P/P_0 = -k\ell \quad \text{IV}$$

ó

$$\log P/P_0 = -k\ell/2.303 \quad \text{V}$$

Beer modificó la ley para aplicarla a las disoluciones. El encontró que duplicando la concentración de moléculas absorbentes de luz en una disolución, producía el mismo efecto que duplicando el espesor. La ley modificada (la ley de Beer-Lambert antes mencionada) se puede expresar matemáticamente así:

$$\log P/P_0 = -e\ell c \quad \text{VI}$$

en esta expresión, la concentración  $c$  de la solución está generalmente expresada en moles por litro, por convención;  $e$  es entonces llamada el coeficiente de extinción molar y es una constante (corresponde a  $k/2.303$  en la expresión V) característica de la substancia absorbente y de la longitud de onda particular de la luz usada. El espesor de celda  $\ell$  está expresado en centímetros y es esencialmente constante en trabajos de rutina.

Entonces el  $\log P/P_0$  es directamente proporcional a la concentración. Si el  $\log P/P_0$  es graficado contra la concentración para una disolución la cual obedece a la ley de Beer-Lambert, una línea recta es obtenida, cuya pendiente es  $-e\ell$ ,  $P/P_0$  es llamada transmitancia de la disolución.

Frecuentemente, en trabajos experimentales en que se manejan métodos ópticos de análisis, los términos por ciento de transmitancia ( $\% T = 100 P/P_0$ ) y absorbancia ( $A = -\log P/P_0 =$

2  $-\log \% T$ ) son usados.

Tanto el  $\log P/P_0$  como absorbancia y el  $\log \% T$  son directamente proporcionales a la concentración cuando una solución obedece la ley Beer-Lambert. Esto se puede demostrar modificando ligeramente la ecuación de Beer-Lambert dada anteriormente y se observará la proporcionalidad directa con la concentración. Para la absorbancia la ecuación deseada resulta de multiplicar por el factor (-1);

$$A = \epsilon l c$$

VII

Con los datos de  $\log \%$  transmitancia o absorbancia para los diferentes concentraciones de una serie patrón se constituye una curva de calibrado, con la cual se determinan las concentraciones de las muestras desconocidas. Las curvas son conocidas como las gráficas de la ley de Beer.

Aunque una línea recta demuestra que el sistema cumple la ley de Beer, no es necesario que la serie patrón dé lugar a una representación lineal para construir una curva de calibración válida en la determinación del problema.

Desafortunadamente, la condición de la luz monocromática sobre la cual está basada la ley de Beer-Lambert no se obtiene en el laboratorio. De esta manera más de una longitud de onda de luz pasa a través de una disolución en el mismo momento, y desviaciones de la ley son observadas sobre muchos de los espectros utilizados, y la no linealidad es observada en las gráficas de la ley de Beer. Una lectura de absorbancia en tal caso, indicaría la concentración, la cual puede ser diferente de la concentración real de la disolución. El objetivo por lo tanto, de muchos trabajos preliminares del laboratorio en análisis óptico, es encontrar una longitud de onda donde la desviación de la ley sea poca o despreciable. Y esto no está dentro de los objetivos de la tesis.

## Desviaciones de la Ley de Beer

Normalmente se emplea como comprobante de la "conformidad" (6) con la ley de Beer o como prueba de la "desviación" una gráfica de  $A$  o de  $\log \% T$  en función de la concentración, que sirve también como curva de la calibración para el análisis de disoluciones. En la literatura aparecen muchas citas acerca de las desviaciones de la ley de Beer, especialmente para disoluciones de concentración próxima al final del intervalo de aplicabilidad. La mayor parte de esas desviaciones son más aparentes que reales y son debidas a una de las siguientes causas (7):

1.- Carencia de monocromatismo de la luz incidente. Aparecen con frecuencia desviaciones aparentes de la absorbancia cuando se mide con un fotómetro de filtro, en el que la radiación incidente está incluida en una banda amplia de longitudes de onda, sobre todo si el centro de la banda no coincide con la longitud de onda para la que se mide el sistema con máximo de absorción.

2.- Cambios químicos en el sistema, de tal forma que las especies absorbentes no representan la totalidad de la concentración. Los cambios más frecuentes son la asociación, disociación, interacción con el disolvente, efectos de pH, etc.

## Fotómetros (8)

Algunos de los componentes básicos de los diversos tipos de fotómetros se muestran en la Fig. 1. El diagrama es esquemático y no trata de representar ningún aparato en particular.

En los aparatos fotoeléctricos más simples la fotocelda (receptor) está conectada directamente al galvanómetro. Un aparato más elaborado puede utilizar un divisor del haz luminoso, haciendo pasar una parte a través de la muestra hacia la fotocelda, y la otra a través del blanco o disolución de re-

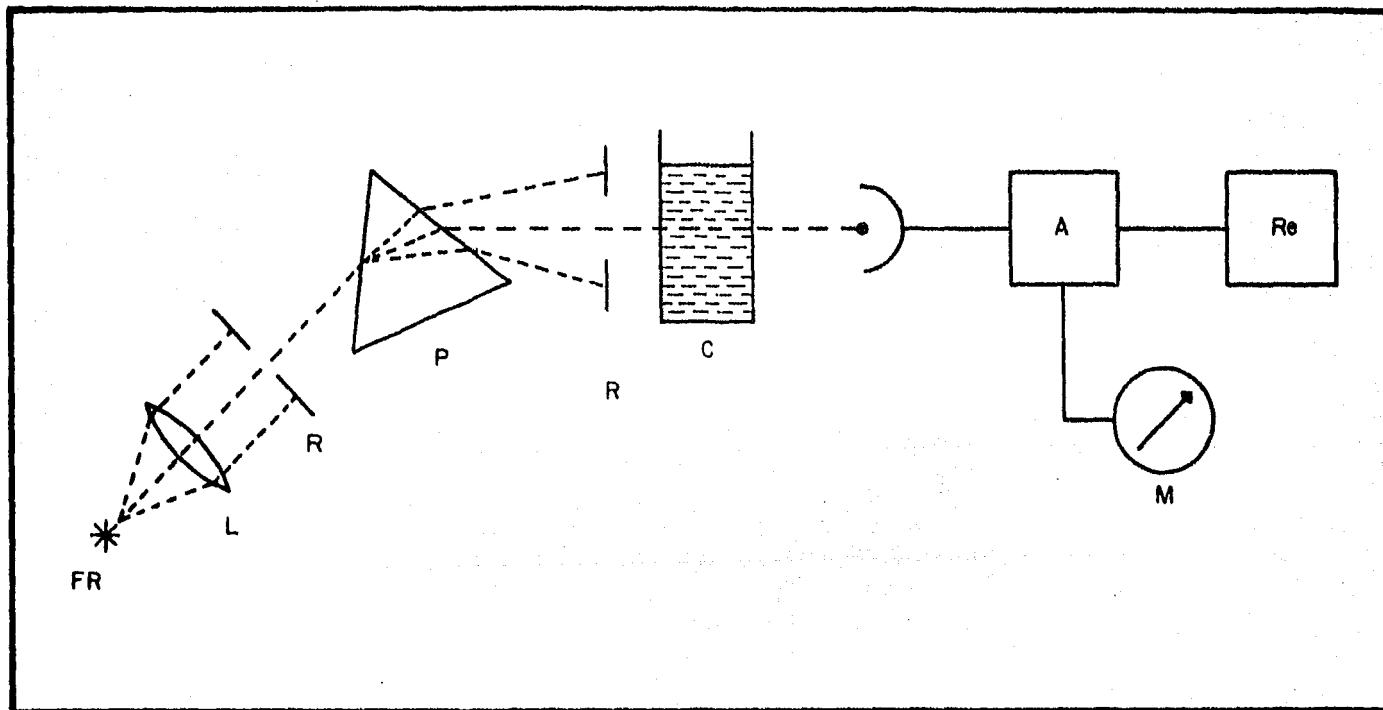


Fig. 1 Componentes de un fotómetro. FR, Fuente de radiación; L, lente; R, rendija; P, selector de longitud de onda (prisma); C, célula de absorción; F, fotocelda; A, amplificador; M, galvanómetro; Re, registrador.

ferencia hacia la segunda fotocelda. Se han empleado varios métodos para equilibrar respuestas de las fotoceldas y obtener una lectura en el aparato que sea proporcional a la transmitancia de la disolución de la muestra. Para conseguir mayor sensibilidad, mayores resoluciones y estabilidad, registro automático de los datos, etc., se construyen aparatos más complejos óptica y eléctricamente.

En los aparatos sencillos se utilizan filtros de vidrio para eliminar o disminuir la energía radiante de algunas longitudes de onda y dejar pasar las otras regiones seleccionadas. Un filtro adecuado para una determinada sustancia transmitirá bien en la región del espectro, donde el constituyente absorbe fuertemente. En los espectrofotómetros, el haz procedente de la fuente luminosa se dispersa en un espectro continuo al pasar a través de un prisma, o red de difracción. En otros instrumentos el haz que pasa a través del prisma puede reflejarse y dar dispersiones adicionales. Para este propósito, también puede utilizarse un prisma y una red de difracción. Los prismas y/o las redes de difracción, con sus accesorios, lentes, espejos y rendijas, se llaman monocromadores. De todas las longitudes de onda emitidas por la fuente luminosa, puede seleccionarse para su empleo en las medidas una sola longitud de onda  $\lambda$ , normalmente, una banda estrecha de longitudes de onda. Las distintas regiones del espectro requieren diferentes materiales de construcción, distintas fuentes de energía radiante y diferentes fotorreceptores. La TABLA 4 recoge ésta información para las regiones del ultravioleta y visible.

El fotorreceptor debe dar una respuesta tal que sea directamente proporcional a la energía radiante que llegue a él. Los fotómetros más baratos utilizan con frecuencia, fotoceldas de tipo lámina-pantalla; esas celdas muestran efectos de fatiga por un uso prolongado y se deterioran con el tiempo, el rendimiento de este tipo de celda no es adecuado para amplificación. Los aparatos más elaborados, por tanto, usan celdas fotoemisoras, fotoconductoras o fotomultiplicadoras, termopi-

las o bolómetros. Estos detectores no son fidedignos, pero permiten amplificación de su respuesta eléctrica antes de la medida o antes de dirigirla al registro gráfico.

Los medidores de los aparatos más baratos son, con frecuencia, miliamperímetros, que indican la respuesta en corriente de la fotocelda y estos medidores están normalmente graduados para leer directamente en términos de porcentaje de transmitancia o de absorbancia. En los aparatos más elaborados la respuesta amplificada del fotorreceptor actúa, normalmente, sobre el circuito de algún tipo de puente de Wheatstone, el cual actúa como equilibrador, indicando el equilibrio por una posición de cero (sin deflexión) sobre el medidor (galvanómetro). Los brazos equilibrados del circuito del puente están graduados para leer directamente el porcentaje en términos de transmitancia y/o de absorbancia.

La respuesta del fotorreceptor, después de amplificada, puede registrarse en una gráfica. Usualmente, hay una sincronización entre el registro gráfico y el elemento dispersante (prisma o red) con la función de transmitancia (o absorbancia) para dar lugar a una gráfica de transmitancia (o absorbancia) en función de la longitud de onda. Los espectrofotómetros con registro gráfico son muy adecuados para el desarrollo de métodos espectrofotométricos de análisis, para medidas espectrales con el fin de determinar la posición (longitud de onda) de los picos de absorción y para hallar el efecto de las diversas condiciones (pH, disolvente, exceso de reactivo, tiempo, etc.), sobre las características de absorción del sistema. Para aplicaciones industriales de control automático de un proceso puede utilizarse un tomador de muestras continuo de un producto fluido a través de la cubeta de absorción, usando la respuesta de la fotocelda para activar los relés que abren o cierran las válvulas o interruptores cuando la muestra no se ajuste a las condiciones prefijadas.



TABLA 4  
Componentes ópticos de un espectrofotómetro<sup>a</sup>

Componente	Región Ultravioleta	Región Visible
Fuente de radiación	Lámpara de descarga de hidrógeno o deuterio	Lámpara de filamento de tungsteno
Dispersión de longitudes de onda	Prisma de cuarzo, red de difracción	Prisma de vidrio, red de difracción, filtros
Lentes, celdas, espejos	Lentes de cuarzo, celdas, espejos de aluminio	Lentes de vidrio, celdas, espejos de plata o aluminio
Detector	Fotomultiplicador, fotoconductor	Fotomultiplicador, celdas fotoemisiva

<sup>a</sup>Fuente; Ayres H Gilbert. 1975. Análisis químico cuantitativo 473. HARLA.

### Instrumentos comerciales (9)

No se trata aquí de dar una descripción detallada o una lista completa de los muchos espectrofotómetros disponibles en el mercado. Se mencionarán brevemente algunos de los aparatos que han tenido una mayor difusión. Continúan apareciendo en el mercado modelos nuevos y más perfectos. Se puede consultar los folletos de las casas productoras para diseños específicos de construcción y operación.

Las siguientes casas comerciales suministran espectrofotómetros de filtros baratos (colorímetros fotoeléctricos): Photovolt Corp., el modelo Lumetron; Rubicon Co., el Evelyn; Klett Mfg. Co., el Klett-Summerson; Central Scientific Co., el Photelometer, y Fisher Scientific Co., el Electrophotomer.

El modelo Bausch & Lomb Spectronic 20 (Fig.2) utiliza una red de difracción duplicada, un circuito eléctrico con un código de colores y tubos de ensayo especiales para las cubetas de absorción. Tiene lectura directa en transmitancias y absorbancias. El bajo costo y el estrecho paso de la banda espectral le hacen especialmente adecuado para aplicaciones analíticas en trabajos de rutina.

El espectrofotómetro Beckman Modelo B, es un aparato de precio medio que cubre la zona de longitudes de onda comprendidas entre 325 y 1000 nm. Es un aparato de lectura directa con varias posiciones de expansión de escala del selector de sensibilidad para medidas de disoluciones de gran absorbancia. Se pueden acomodar cubetas de absorción hasta de 10 cm. de camino óptico.

El Beckman Modelo DB tiene óptica de cuarzo, el haz de energía que procede del monocromador pasa alternativamente a través de la muestra y de la disolución de referencia por medio de un espejo vibrador, obteniéndose así un efecto de "doble haz simultáneo" con lectura directa en transmitancia o absorbancia. Está provisto de conexiones para un accesorio de registro gráfico.

Los espectrofotómetros de registro gráfico más caros

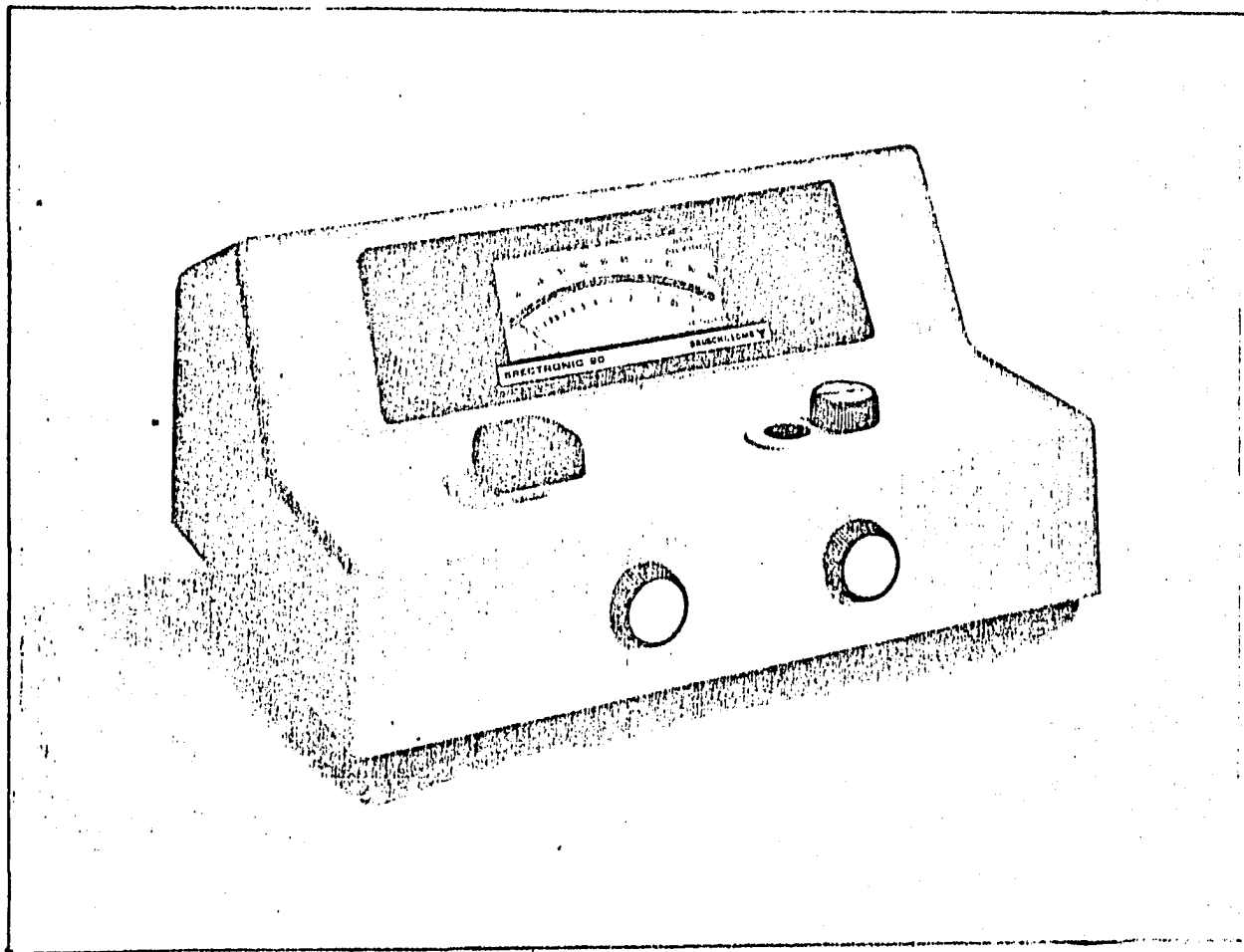


Fig. 2. Espectrofotómetro Bausch & Lomb.

son los Beckman, Modelos KD-1 y DK-2 y el Cary, Modelo 14. Estos aparatos cubren las regiones del ultravioleta visible e infrarrojo próximo, como alto poder de resolución. Son aparatos de gran versatilidad para registro gráfico de transmitancias y absorbancias, expansión de escala y velocidad variable de registro.

Se eligió el espectrofotómetro Spectronic 20 de la Bausch & Lomb para trabajar en esta tesis, por su bajo costo y fácil manejo, cumpliendo así con algunas de las necesidades planteadas en los objetivos de esta tesis. Sus especificaciones están mostradas en la TABLA 5.

### Espectrofotómetro Bausch & Lomb (10)

#### Generalidades.

El Spectronic 20 es un espectrofotómetro de un sólo haz de luz con un rango de longitud de onda de 340 nm. a 950 nm. La amplitud del espectro nominal es de 20 nm. y constante sobre todo el rango.

La escala de deflexión puede ser obtenida sobre el rango básico de longitud de onda de 340 nm. a 600 nm. Este rango puede ser extendido a 950 nm. La combinación de un fototubo especial y un filtro provee una operación continua de 400 nm. a 700 nm. sin cambio de tubo o fototubo.

#### Optica.

La operación del sistema óptico es mostrado en la Figura 3, la luz blanca de la lámpara de tungsteno pasa a través de la rejilla y es enfocada por el campo de lente, sobre el lente objetivo.

El lente objetivo, enfoca la imagen de la rejilla de entrada a la rejilla de salida, después de que la luz ha sido reflejada y dispersada por la rejilla de difracción.

Cuando se ajusta la longitud de onda, la posición de la rejilla deja que sólo la longitud de onda deseada pase a través de la rejilla de salida. Luz monocromática, la cual ha sido excitada, pasa a través de la muestra con una longitud

TABLA 5  
Especificaciones del espectrofotómetro Bausch & Lomb

---

Rango de longitud de onda	
Fototubo standard	430nm a 600nm
Fototubo accesorio	400nm a 950nm
Fototubo de amplio rango	400nm a 700nm
Ancho de la ranura espectral	20nm
Exactitud de la longitud de onda	2.5nm
Sensibilidad de la longitud de onda	1.0nm (división de 1/5)
Desviación de la luz	Menos de 0.5%T con un filtro adecuado para la desviación de la luz
Rango fotométrico	0% a 100%T 0 a 2.0A (escala no lineal)
Linealidad fotométrica	2.0%T (en el medidor) 1.0%T (en los accesos de salida)
Nivel de ruido fotométrico	0.5%T
Sensibilidad fotométrica	0.5%T
Estabilidad fotométrica	1.0%T/Horas
Accesorios de salida	OVDC a 1.OVDC
Requerimientos de energía	100, 115, 220, 240VAC, 50/60 Hz, 900VA
Tamaño	41.3cm L x 21.0cm H x 33.0cm A
Peso	7.9Kg (17.4 lb)

---

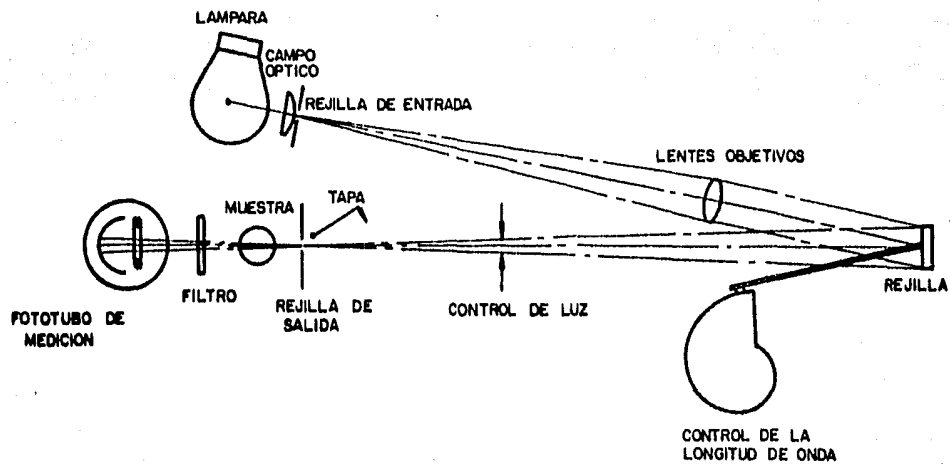


FIG. 3. SISTEMA OPTICO DEL FOTOMETRO BAUSCH & LOMB

de onda conocida, contenida en una celda colocada en la trayectoria de la luz. El haz de luz monocromático termina en el fototubo de medición, donde la energía luminosa es convertida a una señal eléctrica. Cuando la muestra es alejada del instrumento, una tapa automáticamente cae dentro de la trayectoria de la luz bloqueando toda la luz del fototubo. Entonces el operador puede ajustar electrónicamente el aparato para una medida de lectura de 0%T. Un control es proporcionado para ajustar el 100%T (0 de absorbancia) con una solución referencia en el portamuestra.

#### Electrónica.

El sistema electrónico está diseñado con componentes en estado sólido confiable para bajo mantenimiento y gran estabilidad.

El sistema electrónico completo (abastecedor de potencia, fuente de la lámpara, fototubos y amplificadores), tiene un alto nivel de regularización usando un diodo zener, un estabilizador de voltaje y un circuito cerrado de realimentación en la red del sistema. El instrumento puede tolerar fluctuaciones del voltaje de línea de  $\pm 10\%$  del nominal, con un máximo de error de  $\pm 1\%$ T.

## CAPITULO III

### CURVAS DE CALIBRACION

#### Introducción

Inicialmente se tuvo el propósito de no presentar el juego de curvas de calibración, tomando en cuenta que su uso sería útil únicamente para el laboratorio en el cual se desarrollo la tesis, sin embargo, se decidió presentarlas por las siguientes razones: las gráficas muestran una forma de trabajo ordenado y conciso, enseñan como debe construirse una curva de calibración y dan una noción de como se realiza un análisis químico colorimétrico al personal que no está familiarizado con éste tipo de trabajo.

A continuación se explican los procedimiento a seguir para la construcción de las curvas de calibración de cobre, fierro, magnesio y silicio. Al final de éste capítulo, se encuentran las gráficas de las curvas de calibración.

#### Cobre (1)

Aparatos.

Celdas de absorción con paso de luz de 1 cm.

Embudo de sepración 250 ml.

Espectrofotómetro.

Matraces volumétricos 50 ml.

Pipetas 10 ml.

Probetas 50 ml.



Probetas 50 ml.

#### Reactivos y disolución Patrón.

1. Acido cítrico (500 g/l). Disolver 500 g de ácido cítrico en agua y diluir a un litro.
2. Acido clorhídrico (1.185-1.192 g/ml).
3. Clorhidrato de hidroxilamina (100 g/l). Disolver 10 g de clorhidrato de hidroxilamina ( $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ ) en agua y diluir a 100 ml.
4. Clorhidrato de neocuproina (1 g/l). Disolver 50 mg. de clorhidrato de neocuproina (2,9-dimetil 1,10 fenantrolina hemihidratado) en 50 ml. de etanol absoluto. (Alcohol desnaturalizado N° 30 o etanol al 95% puede ser substituído por etanol absoluto).
5. Cloroformo, (1.471-1.474 g/ml)
6. Cobre, disolución Patrón (1 ml. = 0.01 mg. de Cu). Disolver 0.2000 g de cobre (pureza mínima 99.9 %) con 15 ml. de agua y 3 ml. de  $\text{HNO}_3$ . Cuando la disolución sea completa, ebullición para expeler los óxidos de nitrógeno. Enfriar y transferir a un matraz volumétrico de 1 litro y aforar. Transferir una alícuota de 50 ml. de esta disolución a un matraz de 1 litro, homogeneizar y aforar.
7. Hidróxido de amonio (1:1).
8. Nitrato de amonio (100 g/l). Disolver 10 g de nitrato de amonio ( $\text{NH}_4\text{NO}_3$ ) en agua y diluir a 100 ml.
9. Papel indicador Rojo Congo.

#### Procedimiento.

- a. Disoluciones calibradoras. Transferir 0.5, 1.0, 2.0 y 3.0 ml. de disolución Patrón de cobre (1 ml. = 0.01 mg. de Cu) a cuatro embudos de separación de 250 ml. Diluir aproximadamente a 40 ml. con agua y añadir HCl hasta que la solución esté ácida al papel indicador Rojo Congo y continuar como se indica en el inciso c.

b. Disolución referencia. Transferir 40 ml. de agua a un embudo de separación de 250 ml. y añadir HCl hasta que la solución este ácida al papel indicador Rojo Congo y continuar como se indica en el inciso c.

c. Desarrollo del color. Añadir 5 ml. de la disolución de clorhidrato de hidroxilamina y agitar. Añadir 5 ml. de la disolución de ácido cítrico y agitar. Neutralizar la solución con  $\text{NH}_4\text{OH}$  (1:1) hasta que ésta esté definitivamente alcalina al papel indicador Rojo Congo. Adicionar 5.0 ml. de la disolución de nitrato de amonio y agitar. Añadir 4 ml. de la disolución de neocuproina, agitar y dejar reposar por 5 minutos. Añadir 20 ml. de  $\text{CHCl}_3$ , agitar la mezcla y dejar que las fases se separen, filtrar la fase orgánica recibiendo en un matraz aforado seco de 50 ml. A la fase acuosa, añadirle 1 ml. de la disolución de neocuproina, agitar y extraer con 20 ml. de  $\text{CHCl}_3$ . Homogeneizar y aforar.

d. Fotometría. Transferir una porción representativa de la disolución referencia a una celda de absorción con paso de luz de 1 cm. y ajustar el fotómetro a 100% de transmitancia. Usando una banda de luz centrada en aproximadamente 455 nm. y tratando de mantener este ajuste, tomar las lecturas fotométricas de las disoluciones calibradoras.

e. Curvas de calibración. Graficar las lecturas fotométricas de las disoluciones calibradoras contra miligramos de cobre por 50 ml. de solución.

## Fierro (2)

### Aparatos.

Celdas de absorción con paso de luz de 1 cm.

Espectrofotómetro.

Matraces aforados 100 ml.

Pipetas 10 ml.

### Reactivos y disoluciones Patrón.

1. Acetato de Sodio-Acido Acético, disolución buffer. Disolver 272 g de acetato de sodio trihidratado en 500 ml de agua. Añadir 240 ml de ácido acético glacial y aforar al volumen.
2. Clorhidrato de hidroxilamina (100 g/l). Disolver 10 g de clorhidrato de hidroxilamina ( $\text{NH}_2\text{OH HCl}$ ) en agua y diluir a 100 ml.
3. Fierro, disolución Patrón A (1 ml = 0.10 mg de Fe). Disolver 0.1000 g de fierro metálico (con una pureza mínima de 99.8%) en 50 ml de agua, 25 ml de  $\text{HCl}$  y 1 ml de  $\text{HNO}_3$ . Calentar moderadamente para disolver el fierro y expeler humos café. Enfriar, transferir a un matraz aforado de 1 litro, aforar y homogeneizar.
4. Fierro, disolución Patrón B (1 ml = 0.02 mg de Fe). Transferir 100 ml de la disolución Patrón A de fierro a un matraz volumétrico de 500 ml. añadir 10 ml de  $\text{HCl}$ , aforar y homogeneizar.
5. Hidróxido de Sodio (200 g/l). Disolver 200 g de hidróxido de sodio ( $\text{NaOH}$ ) en agua y diluir a 1 litro. Depositarla en botella de plástico.
6. 1,10 Fenantrolina (2 g/l). Disolver 0.4 g de 1,10 fenantrolina monohidratada en metanol y diluir a 200 ml con metanol.

### Procedimiento.

- a. Disoluciones calibradoras. Transferir 1.0, 2.0, 4.0, 7.0, y 10.0 ml de solución Patrón B de fierro (1 ml = 0.02 mg de Fe) a 5 matraces volumétricos de 100 ml. Diluir a 60 ml y proceder como se indica en el inciso c.
- b. Disolución referencia. Transferir 60 ml de agua a un matraz volumétrico de 100 ml y proceder como se indica en el inciso c.
- c. Desarrollo de color. Adicionar sucesivamente agitando después de cada adición; 4 ml de la solución de clorhidrato de hidroxilamina, 10 ml de la disolución buffer, y 10 ml. de

la solución 1,10 fenantrolina. Diluir al volumen y homogeneizar. Dejar reposar por cinco minutos.

d. Fotometría. Transferir una porción representativa de la disolución referencia a una celda de absorción con paso de luz de 1 cm, ajustar el fotómetro a 100% de transmitancia usando una banda de luz centrada en 510 mμ y tratando de mantener este ajuste, tomar las lecturas fotométricas de cada una de las disoluciones calibradoras.

e. Curvas de calibración. Graficar las lecturas fotométricas de las disoluciones calibradoras contra miligramos de hierro en 100 ml de solución.

### Magnesio (3)

Aparatos.

Celdas de absorción con paso de luz de 1 cm.

Espectrofotómetro.

Matraces aforados 50 ml.

Pipetas 10 ml.

Reactivos y disolución Patrón.

1. Almidón (10 g/l). Disolver 1 g de almidón en 100 ml de agua y filtrar la disolución. Recién preparada.
2. Amarillo de Titan (1 g/l). Disolver 0.1 g de amarillo de Titan con agua en un matraz aforado de 100 ml, homogeneizar y aforar.
3. Cianuro de potasio (0.5 g/l). Disolver 0.05 g de KCN en 80 ml de agua, transferir a un matraz aforado de 100 ml homogeneizar y aforar.
4. Clorhidrato de hidroxilamina (50 g/l). Disolver 5 g de clorhidrato de hidroxilamina en agua. Transferir la disolución a un matraz de 100 ml homogeneizar y aforar.
6. Glicerol. Disolver 50 ml de glicerina en 50 ml de agua, homogeneizar.

7. Hidróxido de sodio (200 g/l). Disolver 200 g de NaOH en 800 ml de agua. Enfriar. Transferir a un matraz aforado de 1 litro, homogeneizar y aforar.

8. Magnesio, disolución Patrón (1 ml = 0.05 mg de Mg). Disolver 0.5 g de virutas de magnesio con 20 ml de HCl (1:1). Transferir a un matraz de 1 litro, homogeneizar y aforar.

#### Procedimiento.

a. Disoluciones calibradoras. Transferir 0.5, 1.0, 2.0, 2.5, 3.0, 3.5, y 4 ml de la disolución de magnesio (1 ml = 0.05 mg de Mg) a 7 matraces volumétricos de 50 ml y proseguir como se indica en el inciso c.

b. Disolución referencia. Transferir 5 ml de agua a un matraz volumétrico de 50 ml y proseguir como se indica en el inciso c.

c. Desarrollo de color. Añadir los siguientes reactivos, agitando después de cada adición: 1 ml de clorhidrato de hidróxido de amoníaco, 1 ml de cloruro de calcio, 2 ml de la disolución de almidón, 2 ml de glicerol; 5 ml de cianuro de potasio; 1 ml amarillo de Titan; mezclar y añadir hidróxido de sodio gota a gota hasta que el color verde pálido justamente empiece a tornarse naranja. Añadir 1 ml más de la disolución de hidróxido de sodio. Ajustar la temperatura a  $25 \pm 5^\circ\text{C}$  y diluir a 50 ml.

d. Fotometría. Transferir una porción representativa de la disolución referencia a una celda de absorción con paso de luz de 1 cm, ajustar el fotómetro a 100% de transmitancia usando una banda de luz centrada en 550 nm y tratando de mantener este ajuste, tomar las lecturas fotométricas de las disoluciones calibradoras.

e. Curva de calibración. Graficar las lecturas fotométricas de las disoluciones calibradoras contra miligramos de magnesio por 50 ml de solución.

Silicio (4)

## Aparatos.

Celdas de absorción con paso de luz de 1 cm.

Espectrofotómetro.

Matraces aforados 100 ml.

Pipetas 10 ml.

## Reactivos y disolución Patrón

1. Hidróxido de sodio (300 g/l). Disolver 300 g de NaOH en 600 ml de agua, usando un vaso de acero inoxidable. Enfriar y diluir a 1 litro. Depositar en un recipiente de plástico.
2. Molibdato de amonio (100 g/l). Disolver 100 g de molibdato de amonio tetrahidratado ( $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) en agua y diluir a 1 litro. Depositar en una botella de plástico. Filtrar antes de usar. Si se forma un precipitado, la disolución deberá ser descartada.
3. Nitrato de aluminio ( $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ ). Transferir 1.0 g de aluminio bajo en silicio a un vaso de precipitados de 250 ml. Añadir 100 ml de hidróxido de sodio al 30% y cubrir. Dejar reaccionar sin aplicar calor hasta que la reacción estabilice y entonces calentar despacio para completar la disolución. Enfriar y transferir a un vaso de 400 ml conteniendo 125 ml. de  $\text{HNO}_3$  (1:1). Cubrir y calentar despacio hasta que las sales se disuelvan y la solución empiece a clarear. Enfriar transferir a un matraz volumétrico de 250 ml aforar y homogeneizar.
4. Silicio, disolución Patrón (1 ml = 0.05 mg Si). Fundir 0.1070 g de  $\text{SiO}_2$  con 1.0 g de carbonato de sodio ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) en un crisol de platino con cubierta. Enfriar, disolver la mezcla completamente con agua en un vaso de acero inoxidable, cubrir y calentar en un baño de vapor de 1/2 a 1 hora. Enfriar, transferir a un matraz volumétrico de 1 litro, aforar y homogeneizar. Depositar la disolución en una botella de plástico.

### Procedimiento.

- a. Disoluciones calibradoras. Transferir 12.5 ml de la disolución de  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  y 1.0 ml de  $\text{NH}_4\text{OH}$  (1:1) a 7 vasos de precipitados de 100 ml. Transferir 1.0., 2.0, 4.0, 8.0, 12.0, 16.0 y 20.0 ml de la disolución Patrón de silicio (1 ml = 0.05 mg de silicio) a cada uno de los vasos de 100 ml. Diluir alrededor de 80 ml. Proseguir como se indica en el inciso c.
- b. Disolución Referencia. Transferir 12.5 ml de la disolución  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  y 1 ml de  $\text{HNO}_3$  (1:1) a un vaso de precipitados de 100 ml, diluir alrededor de 80 ml y homogeneizar proceder como se indica en el inciso c.
- c. Desarrollo de color. Usando un potenciómetro, checar el pH de la disolución. Si el pH no está dentro de 1.1 a 1.3, ajustar a este rango usando  $\text{NH}_4\text{OH}$  (1:1) o disolución de  $\text{NaOH}$ , según como sea requerido. Añadir 10 ml de la disolución de molibdato de amonio, transferir la disolución a un matraz volumétrico de 100 ml, diluir al volumen y homogeneizar. Dejar reposar por lo menos 5 minutos pero no más de 20 minutos antes de tomar las lecturas fotométricas.
- d. Fotometría. Transferir una porción representativa de la disolución referencia a una celda de absorción y ajustar el colorímetro a la lectura inicial usando una banda de luz centrada en 400 nm. Tratando de mantener este ajuste, tomar las lecturas fotométricas de las disoluciones calibradoras.
- e. Curva de calibración. Graficar las lecturas fotométricas de las disoluciones calibradoras contra miligramos de silicio por 100 ml. de solución.

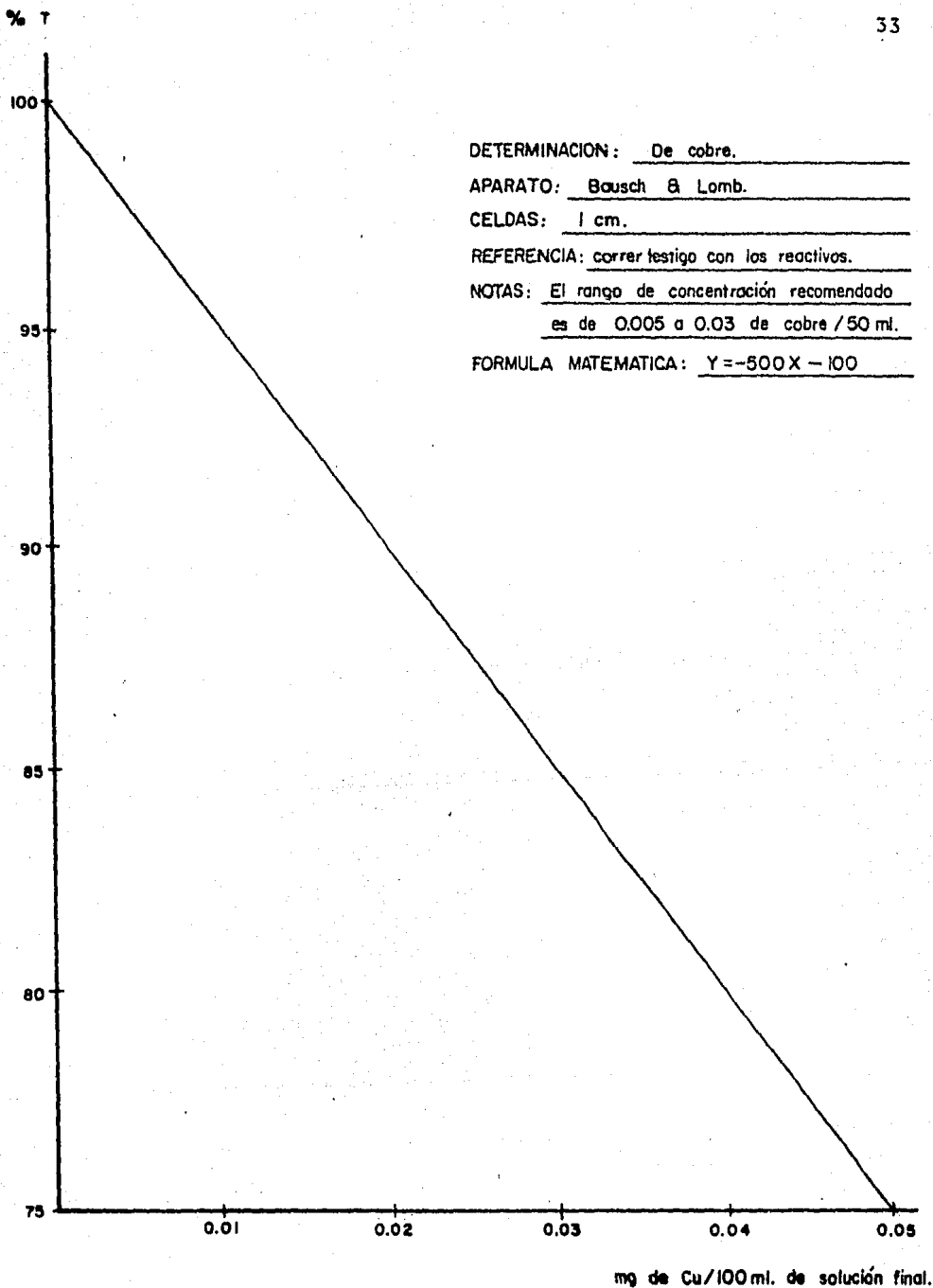


FIGURA No. 4



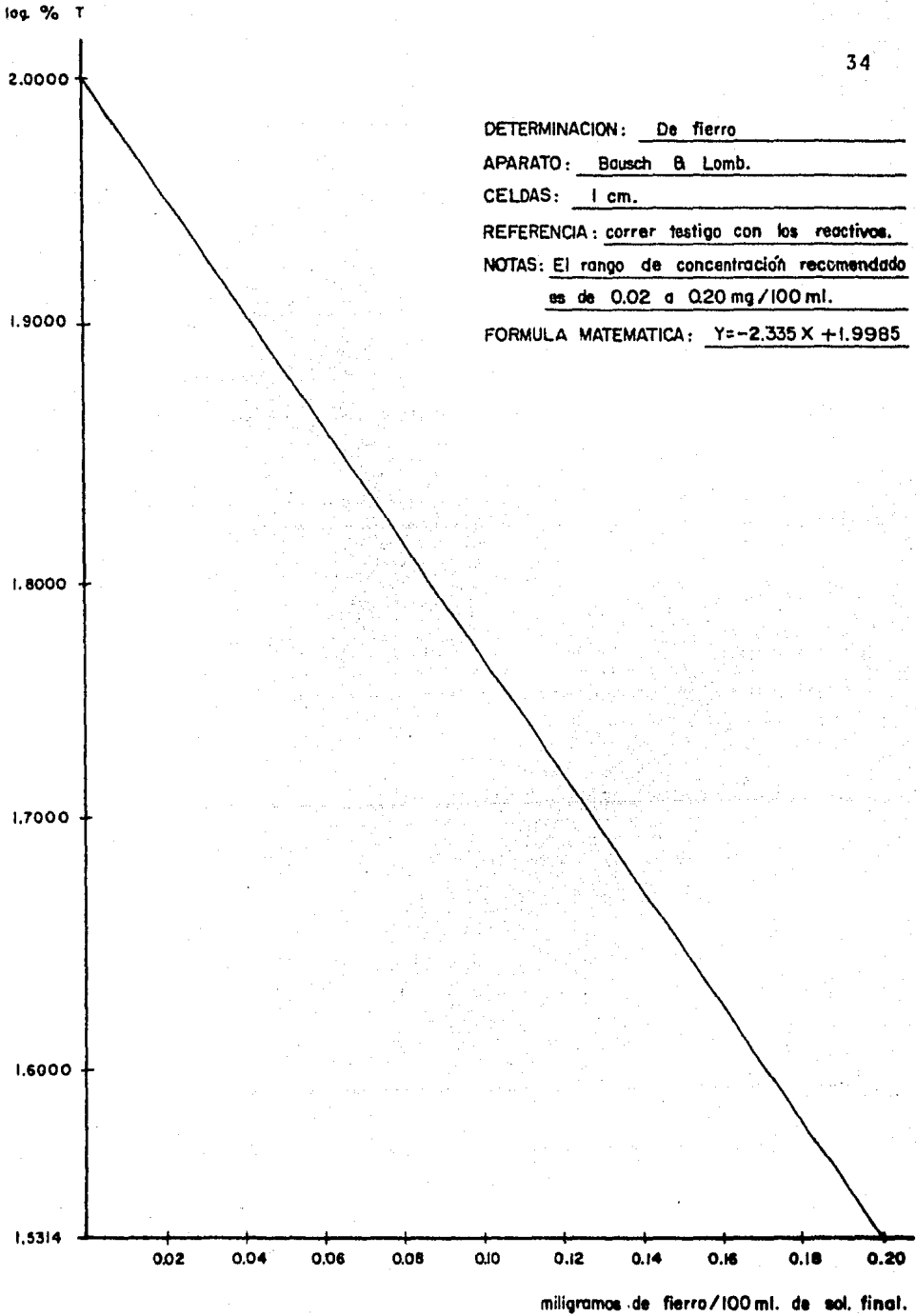


FIGURA No. 5

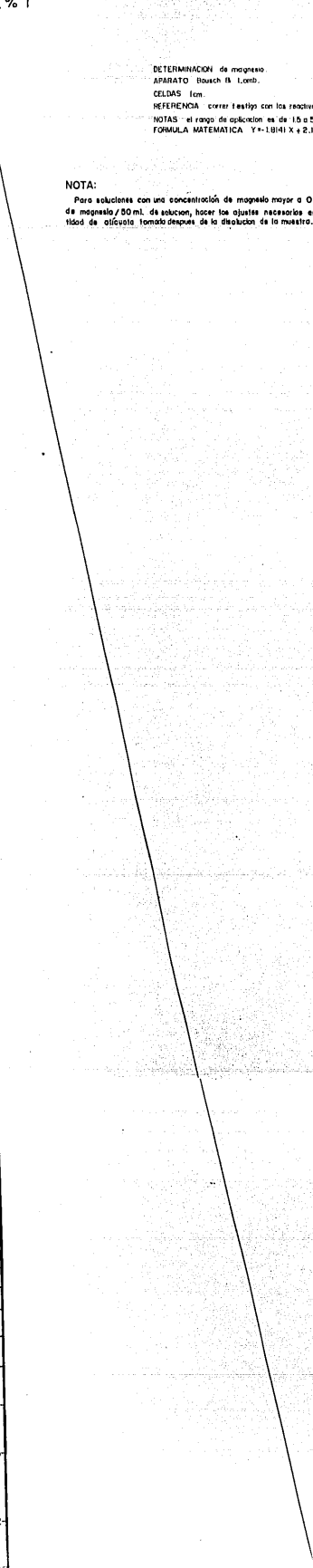
Log. % T

DETERMINACION de magnesio.  
 APARATO Bausch & Lomb.  
 CELDAS 1cm.  
 REFERENCIA correr a estipo con los reactivos.  
 NOTAS: el rango de aplicacion es de 15 a 5 PPM.  
 FORMULA MATEMATICA  $Y = 1.0341 X + 2.1174$

NOTA:

Para soluciones con una concentracion de magnesio mayor a 0.20 mg. de magnesio/50 ml. de solucion, hacer los ajustes necesarios en la cantidad de alícuota tomada despues de la disolucion de la muestra.

2.000  
 1.990  
 1.980  
 1.970  
 1.960  
 1.950  
 1.940  
 1.930  
 1.920  
 1.910  
 1.900  
 1.890  
 1.880  
 1.870  
 1.860  
 1.850  
 1.840  
 1.830  
 1.820  
 1.810  
 1.809  
 1.808  
 1.807  
 1.806  
 1.805  
 1.804  
 1.803  
 1.802  
 1.801  
 1.8009  
 1.8008  
 1.8007  
 1.8006  
 1.8005  
 1.8004  
 1.8003  
 1.8002



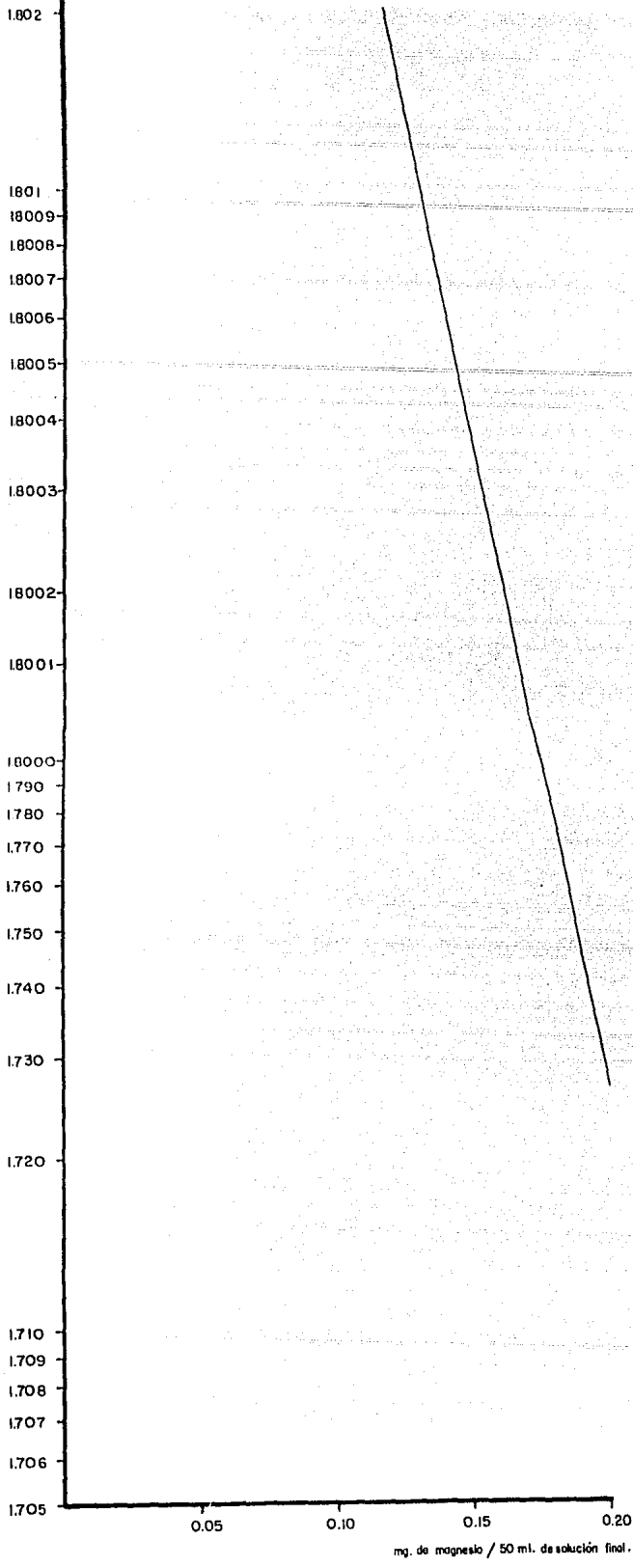
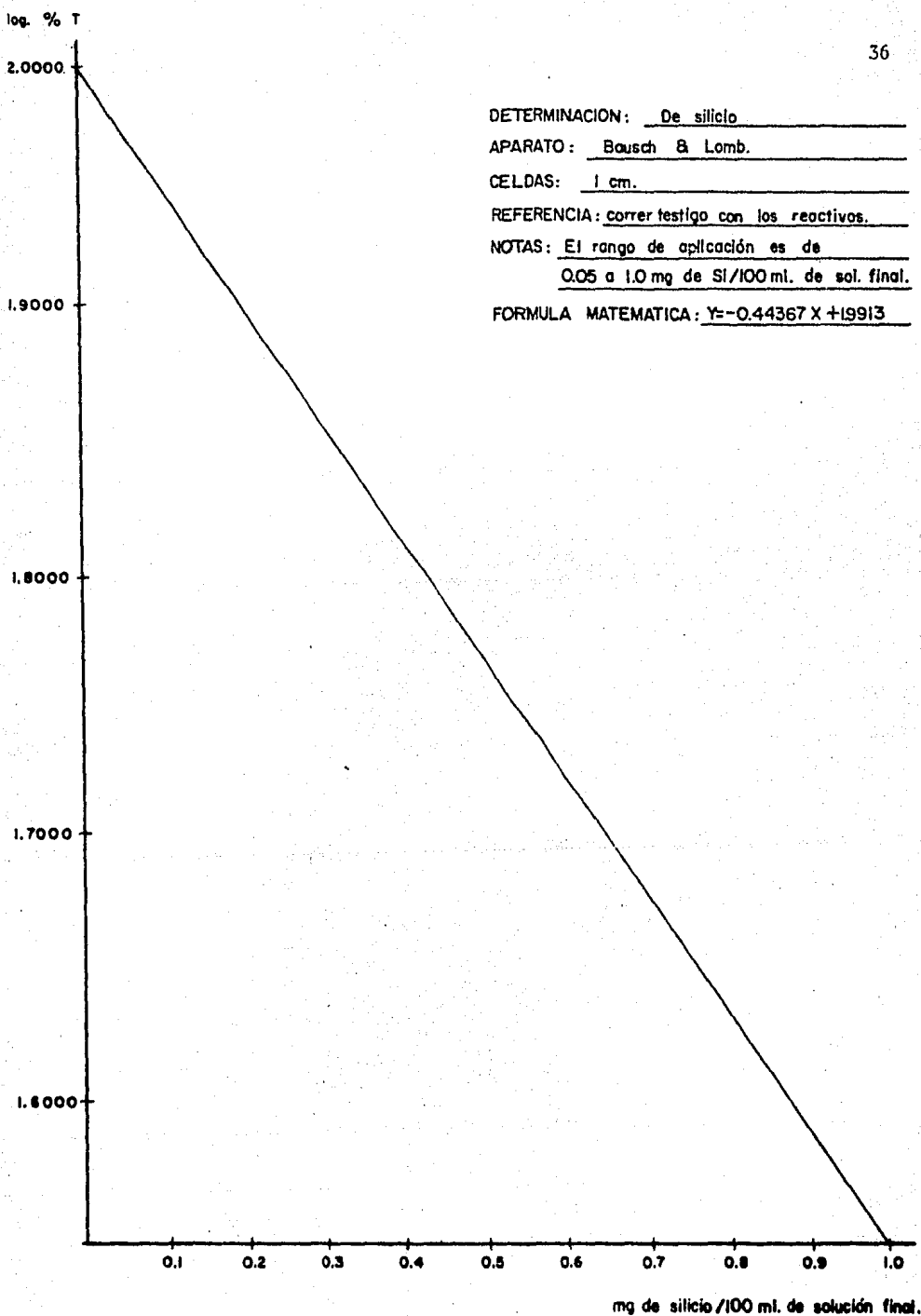


FIGURA No. 6



DETERMINACION: De silicio  
APARATO: Bausch & Lomb.  
CELIDAS: 1 cm.  
REFERENCIA: correr testigo con los reactivos.  
NOTAS: El rango de aplicación es de  
0.05 a 1.0 mg de Si/100 ml. de sol. final.  
FORMULA MATEMATICA:  $Y = -0.44367 X + 1.9913$

FIGURA No. 7

## CAPITULO IV

### METODOS ESTUDIADOS

La parte básica de la tesis es éste capítulo. Los métodos de análisis químicos presentados, han sido el resultado de una recopilación bibliográfica.

En el transcurso del capítulo, después de cada método presentado, se anexan unas tablas, las cuales darán la siguiente información: (a) miligramos del elemento buscado en función de la transmitancia; (b) cantidad de muestra en función de los ml de alícuota tomados y; (c) porcentaje del elemento buscado en función de la alícuota tomada en el análisis, para facilitar la obtención de resultados.

Con las tablas presentadas cualquier técnico laboratorista puede encontrar el porcentaje del elemento buscado en la muestra, sin tener que hacer cálculos complejos, facilitando así la determinación.

También se pueden consultar las curvas de calibración, obtenidas como resultados en ésta tesis y que son mostradas en el capítulo anterior, para aclarar cualquier duda que pudiera surgir.

#### Cobre por el método del clorhidrato de neocuproina (1)

##### Principio.

Cobre cuproso es separado de otros metales por la extracción del complejo formado por la neocuproina y éste con cloroformo. El color se desarrolla en un medio acuoso dentro de los primeros cinco minutos y dicho complejo es estable por lo menos una semana.

### Rango de aplicación.

Este método es aplicable para la determinación de cobre en concentraciones de 0.01 a 1.20%. El rango de concentración recomendado es de 0.005 a 0.03 mg. de cobre por 50 ml. de solución.

### Aparatos.

Celdas de absorción con paso de luz de 1 cm.

Embudo de separación 250 ml.

Espectrofotómetro.

Matraz volumétrico 500 ml.

Matraz volumétrico 1000 ml.

Papel Whatman #41 12.5 cm. de diámetro.

Pipeta 10 ml.

Vaso de precipitados 250 ml.

### Reactivos.

Acido cítrico, (500 g/l).

Acido clorhídrico, (1.185-1.192 g/ml.).

Acido fluorhídrico, (0.5%).

Acido nítrico, (1.416-1.424 g/ml.).

Clorhidrato de hidroxilamina, (100 g/l).

Clorhidrato de neocuproina, (1 g/l).

Cloroformo, (1.471-1.474 g/ml.).

Nitrato de amonio, (100 g/l).

Papel indicador Rojo Congo.

### Procedimiento.

Transferir exactamente 0.5000 g de muestra a un vaso de precipitados de 250 ml., adicionar 25 ml. de agua y 10 ml. de HCl (concentrado). Cuando toda la reacción aparente haya terminado, añadir 2 ml. de  $\text{HNO}_3$  y lavar hacia abajo la pared del vaso. Si hay partículas de silicio sin disolver, cauteloso-

samente añadir 3 ml. de HF (0.5%) y calentar. Si persiste la insolubilidad de las partículas de silicio, filtrar con papel Whatman 41. ebullición para expeler los óxidos de nitrógeno. Enfriar, transferir a un matraz volumétrico de 500 ml., aforar y homogeneizar. Transferir una alícuota conteniendo de 0.005 a 0.03 mg. de cobre a un embudo de separación de 250 ml. y ajustar el volumen aproximadamente a 40 ml. Añadir 5.0 ml. de la disolución de clorhidrato de hidroxilamina y agitar. Adicionar 5.0 ml. de la disolución de ácido cítrico y agitar. Neutralizar la disolución con  $\text{NH}_4\text{OH}$  (1:1) hasta que la disolución esté definitivamente alcalina al papel Rojo Congo. Añadir 5.0 ml. de la disolución de  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  y agitar. Adicionar 4.0 ml de solución de neocuproina, agitar y dejar reposar por lo menos cinco minutos. Añadir 20 ml. de cloroformo, agitar la mezcla y dejar que las fases se separen, filtrar la fase orgánica recibiendo en un matraz aforado seco de 50 ml. A la fase acuosa, añadirle 1 ml. de disolución de clorhidrato de neocuproina, agitar y reextraer con 20 ml. de cloroformo, aforar al volumen y homogeneizar.

Transferir  $\text{CHCl}_3$  a una celda de absorción de 1 cm. de paso óptico y ajustar el colorímetro a 100% de transmitancia. Usando una banda de luz centrada en 455 nm y tratando de mantener éste ajuste, tomar la lectura de la disolución prueba.

#### Cálculos.

Convertir la lectura fotométrica de la disolución prueba a miligramos de cobre por medio de la TABLA 6. Conociendo los mg. de cobre, buscar en la TABLA 8 que corresponde a ml. de alícuota contra % de Cu y obtener directamente el porcentaje de cobre existente en la muestra de acuerdo a la alícuota tomada para el análisis.

La TABLA 7 enseña la cantidad de muestra contenida en la solución en función de la alícuota tomada, después del aforo de 500 ml.

TABLA 6

Miligramos de cobre en función de la transmitancia

Transmitancia	Miligramos de cobre
100	0.000
99	0.002
98	0.004
97	0.006
96	0.008
95	0.010
94	0.012
93	0.014
92	0.016
91	0.018
90	0.020
89	0.022
88	0.024
87	0.026
86	0.028
85	0.030
84	0.032
83	0.034
82	0.036
81	0.038
80	0.040
79	0.042
78	0.044
77	0.046
76	0.048
75	0.050
74	0.052
73	0.054
72	0.056
71	0.058
70	0.060
69	0.062
68	0.064
67	0.066
66	0.068
65	0.070
64	0.072



TABLA 7

Cantidad de muestra en función de los ml. de alícuota tomados<sup>a</sup>

Mililitros de alícuota	Cantidad de muestra (g)
1	0.001
2	0.002
3	0.003
4	0.004
5	0.005
10	0.010
15	0.015
20	0.020
25	0.025
50	0.050
100	0.100
150	0.150

<sup>a</sup>Estas cantidades de muestra serían para una alícuota tomada después del aforo a 500 ml. siguiendo éste método, si se cambia el peso de muestra, para poder encontrar el porcentaje de cobre se hace de la siguiente manera:

$$\% \text{ de Cobre} = \frac{\text{mg. de Cu encontrados en 50 ml. de solución final}}{\text{Cantidad de muestra representada en 50 ml. de la solución final}} \times 10$$

TABLA 8

Porcentaje de cobre en función de la alicuota tomada

ml. de alicuota	Miligramos de cobre encontrados en 50 ml. de disolución final
1	0.0020 0.0040 0.0060 0.0080 0.0100 0.0120 0.0140 0.0160 0.0180 0.0200 0.0220 0.0240 0.0260 0.0280 0.0300 0.0320 0.0340 0.0360
2	0.2000 0.4000 0.6000 0.8000 1.0000 1.2000 1.4000 1.6000 1.8000 2.0000 2.2000 2.4000 2.6000 2.8000 3.0000 3.2000 3.4000 3.6000
3	0.1000 0.2000 0.3000 0.4000 0.5000 0.6000 0.7000 0.8000 0.9000 1.0000 1.1000 1.2000 1.3000 1.4000 1.5000 1.6000 1.7000 1.8000
4	0.0666 0.1333 0.1999 0.2666 0.3333 0.4000 0.4666 0.5333 0.6000 0.6666 0.7333 0.8000 0.8666 0.9333 1.0000 1.0666 1.1333 1.2000
5	0.0500 0.1000 0.1500 0.2000 0.2500 0.3000 0.3500 0.4000 0.4500 0.5000 0.5500 0.6000 0.6500 0.7000 0.7500 0.8000 0.8500 0.9000
10	0.0400 0.0800 0.1200 0.1600 0.2000 0.2400 0.2800 0.3200 0.3600 0.4000 0.4400 0.4800 0.5200 0.5600 0.6000 0.6400 0.6800 0.7200
15	0.0200 0.0400 0.0600 0.0800 0.1000 0.1200 0.1400 0.1600 0.1800 0.2000 0.2200 0.2400 0.2600 0.2800 0.3000 0.3200 0.3400 0.3600
20	0.0133 0.0266 0.0400 0.0533 0.0666 0.0800 0.0933 0.1066 0.1200 0.1333 0.1466 0.1600 0.1733 0.1866 0.2000 0.2133 0.2266 0.2400
25	0.0100 0.0200 0.0300 0.0400 0.0500 0.0600 0.0700 0.0800 0.0900 0.1000 0.1100 0.1200 0.1300 0.1400 0.1500 0.1600 0.1700 0.1800
50	0.0080 0.0160 0.0240 0.0320 0.0400 0.0480 0.0560 0.0640 0.0720 0.0800 0.0880 0.0960 0.1040 0.1120 0.1200 0.1280 0.1360 0.1440
100	0.0040 0.0080 0.0120 0.0160 0.0200 0.0240 0.0280 0.0320 0.0360 0.0400 0.0440 0.0480 0.0520 0.0560 0.0600 0.0640 0.0680 0.0720
150	0.0020 0.0040 0.0060 0.0080 0.0100 0.0120 0.0140 0.0160 0.0180 0.0200 0.0220 0.0240 0.0260 0.0280 0.0300 0.0320 0.0340 0.0360
150	0.0013 0.0026 0.0039 0.0052 0.0066 0.0079 0.0093 0.0106 0.0120 0.0133 0.0146 0.0160 0.0173 0.0186 0.0200 0.0213 0.0226 0.0240

TABLA 8 (continuación)

ml. de alícuota	Miligramos de cobre encontrados en 50 ml. de disolución final																		
1	0.0380	0.0400	0.0420	0.0440	0.0460	0.0480	0.0500	0.0520	0.0540	0.0560	0.0580	0.0600	0.0620	0.0640	0.0660	0.0680	0.0700	0.0720	
2	3.8000	4.0000	4.2000	4.4000	4.6000	4.8000	5.0000	5.2000	5.4000	5.6000	5.8000	6.0000	6.2000	6.4000	6.6000	6.8000	7.0000	7.2000	
3	1.9000	2.0000	2.1000	2.2000	2.3000	2.4000	2.5000	2.6000	2.7000	2.8000	2.9000	3.0000	3.1000	3.2000	3.3000	3.4000	3.5000	3.6000	
4	1.2666	1.3333	1.4000	1.4666	1.5333	1.6000	1.6666	1.7333	1.8000	1.8667	1.9334	2.0000	2.0668	2.1335	2.2002	2.2669	2.3336	2.4000	
5	0.9500	1.0000	1.0500	1.1000	1.1500	1.2000	1.2500	1.3000	1.3500	1.4000	1.4500	1.5000	1.5500	1.6000	1.6500	1.7000	1.7500	1.8000	
10	0.7600	0.8000	0.8400	0.8800	0.9200	0.9600	1.0000	1.0400	1.0800	1.1200	1.1600	1.2000	1.2400	1.2800	1.3200	1.3600	1.4000	1.4400	
15	0.3800	0.4000	0.4200	0.4400	0.4600	0.4800	0.5000	0.5200	0.5400	0.5600	0.5800	0.6000	0.6200	0.6400	0.6600	0.6800	0.7000	1.7200	
20	0.2533	0.2666	0.2800	0.2933	0.3066	0.3200	0.3333	0.3466	0.3599	0.3732	0.3865	0.4000	0.4133	0.4266	0.4400	0.4533	0.4666	0.4800	
25	0.1900	0.2000	0.2100	0.2200	0.2300	0.2400	0.2500	0.2600	0.2700	0.2800	0.2900	0.3000	0.3100	0.3200	0.3300	0.3400	0.3500	0.3600	
50	0.1520	0.1600	0.1680	0.1760	0.1840	0.1920	0.2000	0.2080	0.2160	0.2240	0.2320	0.2400	0.2480	0.2560	0.2640	0.2720	0.2800	0.2880	
100	0.0760	0.0800	0.0840	0.0880	0.0920	0.0960	0.1000	0.1040	0.1080	0.1120	0.1160	0.1200	0.1240	0.1280	0.1320	0.1360	0.1400	0.1440	
150	0.0380	0.0400	0.0420	0.0440	0.0460	0.0480	0.0500	0.0520	0.0540	0.0560	0.0580	0.0600	0.0620	0.0640	0.0660	0.0680	0.0700	0.0720	
150	0.0253	0.0266	0.0280	0.0293	0.0306	0.0320	0.0333	0.0346	0.0359	0.3733	0.0385	0.0400	0.4133	0.0426	0.0439	0.0453	0.0466	0.0479	

## Fierro por el método 1,10 fenantrolina (2)

### Principio.

Fierro ferroso, en una solución teniendo un pH de 5, forma un complejo rojo-naranja con 1,10 fenantrolina en presencia de clorhídrico de hidroxilamina como reductor.

### Rango de aplicación.

Este método es aplicable para la determinación de fierro en concentración de 0.01 a 10.0%. El rango de concentración recomendado es de 0.02 a 0.20 mg de fierro por 100 ml. de disolución, usando un paso óptico de 1 cm. El color desarrolla dentro de los primeros cinco minutos y es estable por lo menos 2 horas.

### Aparatos.

Celdas de absorción con paso de luz de 1 cm.

Espectrofotometro

Matraz volumétrico 100 ml.

Matraz volumétrico 250 ml.

Pipetas 10 ml.

Vaso de precipitados 150 ml.

Vaso de precipitados 250 ml.

Vaso de precipitados de acero inoxidable 250 ml.

### Reactivos.

Acetato de sodio-ácido acético, solución buffer.

Acido clorhídrico, (1.185-1.192 g/ml).

Clorhídrico de hidroxilamina, (100 g/l).

1,10 Fenantrolina, (2 g/l).

Hidróxido de sodio, (200 g/l).

Plomo finamente granulado.

### Procedimiento.

Hay que remover cuerpos extraños de la muestra como sigue: sumergir la muestra entera en HCl (1:9), de 5 a 10 segundos, decantar el ácido, lavar con agua, en seguida con acetona y secar. Transferir 0.5 g. de muestra a un vaso de precipitados de acero inoxidable de 250 ml. Cubrir el vaso con un vidrio de reloj y disolver la muestra con la adición en pequeños incrementos de 15 ml. de la disolución de hidróxido de sodio. Cuando la reacción haya cesado, lavar la cubierta y la pared del vaso y ebulir suavemente hasta que el silicio esté completamente disuelto. Enfriar, transferir a un vaso de precipitados de vidrio de 250 ml. conteniendo 25 ml. de HCl (1:1) y lavar con gendarme el vaso de níquel. Colocar el vaso conteniendo la disolución sobre una parrilla y ebulir hasta que las sales sean disueltas. Remover de la parrilla y adicionar unas gotas de  $H_2O_2$ . Dejar reaccionar sin aplicar calor hasta que toda la esponja metálica esté disuelta. Ebulir suavemente hasta que el  $H_2O_2$  sea descompuesto y el cloro removido. Enfriar, transferir a un matraz volumétrico de 250 ml., aforar y homogeneizar. Transferir una alícuota que contenga de 0.02 a 0.20 mg. de fierro a un vaso de precipitados de 150 ml., diluir aproximadamente a 30 ml. y adicionar de 1 a 2 g de prueba de plomo. Ebulir suavemente hasta que el fierro sea reducido a estado ferroso y el cobre sea desplazado completamente, aproximadamente de 5 a 8 minutos son requeridos. Enfriar, transferir la solución a un matraz volumétrico de 100 ml. y lavar el residuo por decantación. Adicionar sucesivamente, agitando después de cada adición: 4 ml. de solución de  $NH_2OH-HCl$ , 10 ml. de disolución buffer acetato de sodio - ácido acético y 10 ml. de la disolución 1,10 Fenantrolina. Aforar y homogeneizar. Dejar reposar por 5 minutos. Transferir una porción representativa de la disolución referencia a una celda de absorción de un centímetro de paso óptico y ajustar el fotómetro a la lectura inicial, usando una banda de luz centrada en aproximadamente 510 nm. Tratando de mantener éste ajuste, tomar la lectura fotométrica

de la disolución prueba.

#### Cálculos.

Convertir la lectura fotométrica de la disolución prueba a mg. de fierro por medio de la TABLA 9. Conociendo los mg. de fierro contenidos en la solución, buscar en la TABLA 11 ml. de alícuota contra % de fierro y obtener el porcentaje de fierro existente en la muestra de acuerdo con la alícuota tomada para el análisis en particular.

La TABLA 10 muestra la cantidad de muestra contenida en la solución final en función de la alícuota tomada para la determinación.

#### Magnesio por el método del Amarillo de Titán (3)

##### Principio.

El magnesio es determinado por la adición del sulfato de sodio dihidrotio-p-tolueno (amarillo de titan), obteniéndose una coloración roja tendiendo a naranja o ámbar. Cuando el complejo tiene arriba de 3.2 p.p.m. de magnesio llega a coagular después de diez minutos.

##### Rango.

Este método es aplicable para la determinación de magnesio en concentraciones de 0.05 a 0.2 mg. de magnesio en 50 ml. de disolución.

##### Aparatos.

Celdas de absorción con paso de luz de 1 cm.

Embudo (tallo largo) 8 cm.

Espectrofotometro

Frasco con gotero.

TABLA 9

Miligramos de fierro en función de la transmitancia

Transmitancia	Logaritmo	Mg. de fierro
100	2.0000	0.0000
99	1.9956	0.0010
98	1.9912	0.0031
97	1.9867	0.0050
96	1.9822	0.0069
95	1.9777	0.0089
94	1.9731	0.0108
93	1.9684	0.0128
92	1.9637	0.0149
91	1.9590	0.0169
90	1.9542	0.0189
89	1.9493	0.0210
88	1.9444	0.0231
87	1.9395	0.0252
86	1.9344	0.0274
85	1.9294	0.0295
84	1.9242	0.0318
83	1.9190	0.0340
82	1.9138	0.0362
81	1.9084	0.0385
80	1.9030	0.0408
79	1.8976	0.0432
78	1.8920	0.0456
77	1.8864	0.0480
76	1.8808	0.0504
75	1.8750	0.0528
74	1.8692	0.0553
73	1.8633	0.0579
72	1.8573	0.0604
71	1.8512	0.0630
70	1.8450	0.0657
69	1.8388	0.0683
68	1.8325	0.0710
67	1.8260	0.0738
66	1.8195	0.0766
65	1.8129	0.0794
64	1.8061	0.0823
63	1.7993	0.0853
62	1.7924	0.0882
61	1.7853	0.0913
60	1.7781	0.0943
59	1.7708	0.0975
58	1.7634	0.1006

TABLA 9 (continuación)  
 Miligramos de hierro en función de la transmitancia

Transmitancia	Logaritmo	Mg. de hierro
57	1.7558	0.1039
56	1.7482	0.1071
55	1.7403	0.1105
54	1.7324	0.1139
53	1.7242	0.1174
52	1.7160	0.1209
51	1.7075	0.1246
50	1.6989	0.1283
49	1.6901	0.1320
48	1.6812	0.1358
47	1.6720	0.1398
46	1.6627	0.1438
45	1.6532	0.1478
44	1.6434	0.1520
43	1.6334	0.1563
42	1.6232	0.1607
41	1.6127	0.1652
40	1.6020	0.1698
39	1.5910	0.1745
38	1.5797	0.1793
37	1.5682	0.1842
36	1.5563	0.1893
35	1.5440	0.1946
34	1.5314	0.2000



TABLA 10

Cantidad de muestra en función de los ml. de alícuota tomados<sup>a</sup>

Mililitros de alícuota	Cantidad de muestra (g)
1	0.002
2	0.004
3	0.006
4	0.008
5	0.010
10	0.020
15	0.030
20	0.040
25	0.050
50	0.100
100	0.200
150	0.300

<sup>a</sup>Estas cantidades de muestra serían para una alícuota tomada después del aforo a 250 ml., si se cambia el peso de la muestra, para poder encontrar el porcentaje de hierro se hace de la siguiente manera:

$$\% \text{ de Hierro} = \frac{\text{mg. de Fe encontrados en 100 ml. de solución final}}{\text{Cantidad de muestra representada en 100 ml. de la solución final}} \times 10$$

TABLA 11

Porcentaje de fierro en función de la alícuota tomada

ml. de alícuota	Miligramos de fierro encontrados en 100 ml. de disolución final																	
	0.0010	0.0031	0.0050	0.0069	0.0089	0.0108	0.0128	0.0149	0.0169	0.0189	0.0210	0.0231	0.0252	0.0274	0.0295	0.0318	0.0340	0.0362
1	0.1000	0.3100	0.5000	0.6900	0.8900	1.0800	1.2800	1.4900	1.6900	1.8900	2.1000	2.3100	2.5200	2.7400	2.9500	3.1800	3.4000	3.6200
2	0.0250	0.0775	0.1250	0.1725	0.2225	0.2700	0.3200	0.3725	0.4225	0.4725	0.5250	0.5775	0.6300	0.6850	0.7375	0.7950	0.8500	0.9050
3	0.0166	0.0516	0.0833	0.1150	0.1483	0.1800	0.2133	0.2483	0.2816	0.3150	0.3500	0.3850	0.4200	0.4566	0.4916	0.5300	0.5666	0.6033
4	0.0125	0.0387	0.0625	0.0862	0.1112	0.1550	0.1600	0.1862	0.2112	0.2362	0.2625	0.2887	0.3150	0.3425	0.3687	0.3975	0.4250	0.4525
5	0.0100	0.0310	0.0500	0.0690	0.0890	0.1080	0.1280	0.1490	0.1690	0.1890	0.2100	0.2310	0.2520	0.2740	0.2950	0.3180	0.3400	0.3620
10	0.0050	0.0155	0.0250	0.0345	0.0445	0.0540	0.0640	0.0745	0.0845	0.0945	0.1050	0.1155	0.1260	0.1370	0.1475	0.1590	0.1700	0.1810
15	0.0033	0.0103	0.0166	0.0230	0.0296	0.0360	0.0426	0.0496	0.0563	0.0630	0.0700	0.0770	0.0840	0.0913	0.0983	0.1060	0.1133	0.1206
20	0.0025	0.0077	0.0125	0.0172	0.0222	0.0270	0.0320	0.0372	0.0422	0.0472	0.0525	0.0577	0.0630	0.0685	0.0737	0.0795	0.0850	0.0905
25	0.0020	0.0062	0.0100	0.0138	0.0178	0.0216	0.0256	0.0298	0.0338	0.0378	0.0420	0.0462	0.0504	0.0548	0.0590	0.0636	0.0680	0.0724
50	0.0010	0.0031	0.0050	0.0069	0.0089	0.0108	0.0128	0.0149	0.0169	0.0189	0.0210	0.0231	0.0252	0.0274	0.0295	0.0318	0.0340	0.0362
100	0.0005	0.0015	0.0025	0.0034	0.0044	0.0054	0.0064	0.0074	0.0084	0.0094	0.0105	0.0115	0.0126	0.0137	0.0147	0.0159	0.0170	0.0181
150	0.0003	0.0010	0.0016	0.0023	0.0029	0.0036	0.0042	0.0049	0.0056	0.0063	0.0070	0.0077	0.0084	0.0091	0.0098	0.0106	0.0113	0.0120

TABLA 11 (continuación)

ml. de alícuota	Miligramos de fierro encontrados en 100 ml. de disolución final																	
	0.0385	0.0408	0.0432	0.0456	0.0480	0.0504	0.0528	0.0553	0.0579	0.0604	0.0630	0.0637	0.0683	0.0710	0.0738	0.0766	0.0794	0.0823
1	1.9525	2.0400	2.1600	2.2800	2.4000	2.5200	2.6400	2.7650	2.8950	3.0200	3.1500	3.1800	3.4150	3.5500	3.6900	3.8300	3.9700	4.1150
2	0.9625	1.0200	1.0800	1.1400	1.2000	1.2600	1.3200	1.3825	1.4475	1.5100	1.0575	1.5925	1.7075	1.7750	1.8450	1.9150	1.9850	2.0575
3	0.6416	0.6800	0.7200	0.7600	0.8000	0.8400	0.8800	0.9216	0.9650	0.1006	1.0500	0.0616	1.1383	1.1833	1.2300	1.2766	1.3233	1.3716
4	0.4812	0.0510	0.5400	0.5700	0.6000	0.6300	0.6600	0.6912	0.7237	0.7550	0.7875	0.7962	0.8537	0.8875	0.9225	0.9575	0.9925	1.0287
5	0.3850	0.0408	0.4320	0.4560	0.4800	0.5040	0.5280	0.5530	0.5790	0.6040	0.6300	0.6370	0.6830	0.7100	0.7380	0.7660	0.7940	0.8230
10	0.1925	0.2040	0.2160	0.0228	0.2400	0.2520	0.2640	0.2765	0.2895	0.3020	0.3150	0.3180	0.3415	0.3550	0.3690	0.3830	0.3970	0.4114
15	0.1283	0.1360	0.1440	0.1520	0.1600	0.1680	0.1760	0.1843	0.1930	0.2013	0.2100	0.2123	0.2276	0.2366	0.2460	0.2553	0.2646	0.2743
20	0.0962	0.0113	0.1080	0.1140	0.1200	0.1260	0.1320	0.1380	0.1447	0.1510	0.1575	0.1590	0.1707	0.1775	0.1845	0.1915	0.1985	0.2057
25	0.0770	0.0816	0.0864	0.0912	0.0960	0.1008	0.1056	0.1106	0.1158	0.1208	0.1260	0.1272	0.1366	0.1420	0.1476	0.1532	0.1588	0.1645
50	0.0385	0.0408	0.0432	0.0456	0.0480	0.0504	0.0528	0.0553	0.0579	0.0604	0.0630	0.0637	0.0683	0.0710	0.0738	0.0766	0.0794	0.0823
100	0.0192	0.0204	0.0216	0.0228	0.0240	0.0252	0.0264	0.0276	0.0289	0.3020	0.0315	0.0318	0.0341	0.0355	0.0369	0.0383	0.0397	0.0411
150	0.0128	0.0136	0.0144	0.0152	0.0160	0.0168	0.0176	0.0184	0.0192	0.0201	0.0210	0.0212	0.0227	0.0236	0.0246	0.0255	0.0264	0.0274

TABLA 11 (continuación)

ml. de alícuota	Miligramos de hierro encontrados en 100 ml. de disolución final																	
	0.0853	0.0882	0.0913	0.0943	0.0975	0.1006	0.1039	0.1071	0.1105	0.1139	0.1174	0.1209	0.1246	0.1283	0.1320	0.1358	0.1398	0.1438
1	4.2650	4.4100	4.5650	4.7150	4.8750	5.0300	5.1950	5.3550	5.5250	5.6950	5.8700	6.0450	6.2300	6.4150	6.6000	6.7900	6.9900	7.1900
2	2.1325	2.2050	2.2825	2.3575	2.4375	2.5150	2.5975	2.6775	2.7625	2.8475	2.9335	3.0225	3.1150	3.2075	3.3000	3.3950	3.4950	3.5950
3	1.4216	1.4700	1.5216	1.5716	1.6250	1.6766	1.7316	1.7850	1.8416	1.8983	1.9566	2.0150	2.0766	2.1383	2.2000	2.2633	2.3300	2.3966
4	1.0662	1.1025	1.1412	1.1787	1.2187	1.2575	1.2987	1.3387	1.3812	1.4237	1.4675	1.5112	1.5575	1.6037	1.6500	1.6975	1.7475	1.7975
5	0.8530	0.8820	0.9130	0.9430	0.9750	1.0006	1.0390	1.0710	1.1050	1.1390	1.1740	1.2090	1.2460	1.2830	1.3200	1.3580	1.3980	1.4380
10	0.4265	0.4410	0.4565	0.4715	0.4875	0.5030	0.5195	0.5377	0.5525	0.5695	0.5870	0.6045	0.6230	0.6415	0.6600	0.6790	0.6990	0.7190
15	0.2843	0.2940	0.3043	0.3143	0.3250	0.3353	0.3463	0.3570	0.3683	0.3796	0.3913	0.4030	0.4153	0.4276	0.4400	0.4526	0.4660	0.4793
20	0.2132	0.2205	0.2282	0.2357	0.2437	0.2515	0.2597	0.2677	0.2762	0.2847	0.2935	0.3022	0.3115	0.3207	0.3300	0.3395	0.3495	0.3595
25	0.1706	0.1764	0.1826	0.1886	0.1950	0.2012	0.2078	0.2142	0.2210	0.2278	0.2348	0.2418	0.2492	0.2566	0.2640	0.2716	0.2796	0.2876
50	0.0853	0.0882	0.0913	0.0943	0.0975	0.1006	0.1039	0.1071	0.1105	0.1139	0.1174	0.1209	0.1246	0.1283	0.1320	0.1358	0.1398	0.1438
100	0.0426	0.0441	0.0456	0.0471	0.0487	0.0503	0.0519	0.0535	0.0552	0.0569	0.0587	0.0604	0.0623	0.0641	0.0660	0.0679	0.0699	0.0719
150	0.0284	0.0294	0.0304	0.0314	0.0325	0.0335	0.0346	0.0357	0.0368	0.0379	0.0391	0.0403	0.0415	0.0427	0.0440	0.0452	0.0466	0.0479

TABLA 11 (continuacion)

ml de alcuota	Mililitros de fierro encontrados en 100 ml.de disolución final											
	0.1478	0.1520	0.1563	0.1607	0.1652	0.1698	0.1745	0.1793	0.1842	0.1893	0.1946	0.2000
1	7.3900	7.6000	7.0815	8.0350	8.2600	8.4900	8.7250	8.9650	9.2100	9.4650	9.7300	10.0000
2	3.6950	3.8000	3.9075	4.0175	4.1300	3.2450	4.3625	4.4825	4.6050	4.7325	4.8650	5.0000
3	2.4633	2.5333	2.6050	2.6783	2.7533	2.8300	2.9083	2.9883	3.0700	3.1550	3.2433	3.3333
4	1.8475	1.9000	1.9537	2.0087	2.0650	2.1225	2.1812	2.2412	2.3025	2.3662	2.4325	2.5000
5	1.4780	1.5200	1.5630	1.6070	1.6520	1.6980	1.7450	1.7930	1.8420	1.8930	1.9460	2.0000
10	0.7390	0.7600	0.7815	0.8035	0.8260	0.8490	0.8725	0.8965	0.0921	0.9465	0.9730	1.0000
15	0.4926	0.5066	0.5210	0.5356	0.5506	0.5660	0.5816	0.5976	0.6140	0.6310	0.6486	0.6666
20	0.3695	0.3800	0.3907	0.4017	0.4130	0.4245	0.4362	0.4482	0.4605	0.4732	0.4865	0.5000
25	0.2956	0.3040	0.3126	0.3214	0.3304	0.3396	0.3490	0.3586	0.3684	0.3786	0.3892	0.4000
50	0.1478	0.1520	0.1563	0.1607	0.1652	0.1698	0.1745	0.1793	0.1842	0.1893	0.1946	0.2000
100	0.0739	0.0760	0.0781	0.0803	0.0826	0.0849	0.0872	0.0896	0.0921	0.0946	0.0973	0.1000
150	0.0443	0.0506	0.0521	0.0535	0.0550	0.0566	0.0581	0.0597	0.0614	0.0631	0.0648	0.0666

Matraz aforado 50 ml.  
Matraz aforado 500 ml.  
Matraz volumétrico 500 ml.  
Papel Whatman #41 12.5 cm. de diámetro.  
Pipeta volumétrica 25 ml.  
Vaso de precipitados 250 ml.  
Vidrio de reloj 7 cm. de diámetro.

#### Reactivos.

Acido clorhídrico (1:1500).  
Acido sulfúrico (1:4).  
Almidón (10 g/e).  
Amarillo de titán (1g/1).  
Cianuro de potasio (0.05 g/l).  
Cloruro de calcio (5.5 g/l).  
Clorhidrato de hidroxilamina (50 g/l).  
Glicerina (1:1).  
Hidróxido de sodio (200 g/l).  
Hidróxido de sodio (lentejas).

#### Procedimiento.

Disolver 1 gramo de muestra con la adición de 8 gramos de hidróxido de sodio (lentejas) y 20 ml. de cianuro de potasio al 50%. Calentar suavemente hasta que la reacción establezca y entonces ebullición por 2 minutos. Añadir 60 ml. de agua y filtrar con papel Whatman #41. Disolver el precipitado previamente lavado con la mínima cantidad de  $H_2SO_4$  (1:4) caliente y recibirlo en un matraz aforado de 500 ml. Lavar el papel recibiendo los lavados en el matraz. Homogeneizar y aforar. Tomar una alícuota del matraz, conteniendo de 0.05 a 0.20 mg. de magnesio, añadirle los siguientes reactivos: (a) 1 ml. de clorhidrato de hidroxilamina al 5%, (b) 1 ml. de cloruro de calcio hexahidratado en ácido clorhídrico 1:1500; (c) 2 ml. de una disolución de almidón al 1% (recién preparada y filtrada);

(d) 2 ml. de glicerol al 50%; (e) 1 ml. de cianuro de potasio 0.05%; (f) 1 ml. de amarillo de titan al 0.1%. Mezclar y añadir hidróxido de sodio al 20% gota a gota, hasta que el color verde pálido empiece justamente a tornarse a naranja. Añadir 1 ml. más de la disolución de NaOH, ajustar la temperatura a  $25 \pm 5^\circ\text{C}$  y diluirla a 50 ml. Leer en 550 nm. ajustar el espectrofotómetro a 100%T con un reactivo en blanco.

#### Cálculos.

Convertir la lectura fotométrica (% transmitancia) de la disolución prueba a miligramos de magnesio por medio de la TABLA 12. Conociendo los miligramos de magnesio, buscar en la TABLA 14 que corresponde a ml. de alícuota contra % de Mg. y obtener directamente el porcentaje de magnesio existente en la muestra de acuerdo a la alícuota tomada después de la disolución de la muestra.

La TABLA 13 enseña las cantidades de muestra en función de los mililitros de alícuota tomada para el análisis.

#### Silicio por el método del ácido molibdosilícico (4)

##### Principio.

Acido silícico en una disolución verdadera (no coloidal) reacciona con molibdato de amonio para formar el ácido molibdosilícico de color amarillo. El máximo color desarrollado ocurre sobre un pH de 1.1 a 1.3. La lectura fotométrica se realiza aproximadamente a 400 nm. El color desarrolla en menos de 5 minutos y no palidece apreciablemente por lo menos en 20 minutos.

##### Rango.

Este método cubre la determinación de silicio de 0 a 10%. El rango de concentración recomendada es de 0.05 a 1.0 mg. de silicio por 100 ml. de solución usando una celda con paso de luz de 1 cm.

TABLA 12

Miligramos de magnesio en función de la transmitancia

Transmitancia	Logaritmo	Mg. de magnesio
100	2.0000	0.0000
99	1.9956	0.0068
98	1.9912	0.0101
97	1.9867	0.0134
96	1.9822	0.0167
95	1.9777	0.0200
94	1.9731	0.0233
93	1.9684	0.0268
92	1.9637	0.0302
91	1.9590	0.0336
90	1.9542	0.0372
89	1.9493	0.0408
88	1.9444	0.0443
87	1.9395	0.0479
86	1.9344	0.0517
85	1.9294	0.0553
84	1.9242	0.0591
83	1.9190	0.0630
82	1.9138	0.0668
81	1.9084	0.0707
80	1.9030	0.0747
79	1.8976	0.0786
78	1.8920	0.0827
77	1.8864	0.0909
76	1.8808	0.0915
75	1.8750	0.0952
74	1.8692	0.0994
73	1.8633	0.1038
72	1.8573	0.1082
71	1.8512	0.1126
70	1.8450	0.1172
69	1.8388	0.1217
68	1.8325	0.1263
67	1.8260	0.1311
66	1.8195	0.1358
65	1.8129	0.1407
64	1.8061	0.1457
63	1.7993	0.1506
62	1.7924	0.1557
61	1.7853	0.1609
60	1.7781	0.1662



TABLA 12 (continuación)

Transmitancia	Logaritmo	Mg. de magnesio
59	1.7708	0.1715
58	1.7634	0.1769
57	1.7558	0.1822
56	1.7482	0.1881
55	1.7403	0.1939
54	1.7324	0.1997
53	1.7242	0.2056

TABLA 13

Cantidad de muestra en función de los ml. de alícuota tomados<sup>a</sup>

Mililitros de alícuota	Cantidad de muestra (g)
1	0.002
2	0.004
3	0.006
4	0.008
5	0.010
10	0.020
15	0.030
20	0.040
25	0.050
50	0.100

<sup>a</sup>Estas cantidades de muestra son hasta la solución obtenida en el aforo de 500 ml., si se cambia el peso inicial de muestra, para encontrar el porcentaje de magnesio se calcula de la siguiente manera:

$$\% \text{ de magnesio} = \frac{\text{mg. de Mg encontrados en 50 ml. de solución final}}{\text{Cantidad de muestra representada en 50 ml. de la solución final}} \times 10$$

TABLA 14

Porcentaje de magnesio encontrado en la muestra

ml de alícuota	Miligramos de magnesio en función de la alícuota tomada																	
	0.0068	0.0101	0.0134	0.0167	0.0200	0.0233	0.0268	0.0302	0.0336	0.0372	0.0408	0.0443	0.0479	0.0517	0.0553	0.0591	0.0630	0.0668
1	0.3400	0.5050	0.6700	0.8350	1.0000	1.1650	1.3400	1.5100	1.6800	1.8600	2.0400	2.2150	2.3950	2.5850	2.7650	2.9550	3.1500	3.3400
2	0.1700	0.2525	0.3350	0.4175	0.5000	0.5825	0.6700	0.7550	0.8400	0.9300	1.0200	1.1075	1.1975	1.2925	1.3825	1.4775	1.5750	1.6700
3	0.1130	0.1683	0.2233	0.2783	0.3333	0.3883	0.4466	0.5033	0.5600	0.6200	0.6800	0.7383	0.7983	0.8616	0.9216	0.9850	1.0500	1.1130
4	0.0850	0.1262	0.1675	0.2087	0.2500	0.2912	0.3350	0.3775	0.4200	0.4650	0.5100	0.5537	0.5987	0.6462	0.6912	0.7387	0.7875	0.8350
5	0.0680	0.1010	0.1340	0.1670	0.2000	0.2330	0.2680	0.3020	0.3360	0.3720	0.4080	0.4430	0.4790	0.5170	0.5530	0.5910	0.6300	0.6680
10	0.0340	0.0505	0.0670	0.0835	0.1250	0.1456	0.1340	0.1510	0.1680	0.1860	0.2040	0.2215	0.2395	0.2585	0.2765	0.2955	0.3150	0.3340
15	0.0255	0.0378	0.0446	0.0556	0.0666	0.0893	0.1005	0.1006	0.1120	0.1240	0.1360	0.1476	0.1596	0.1723	0.1843	0.1970	0.2100	0.2226
20	0.0170	0.0252	0.0335	0.0417	0.0625	0.0728	0.0670	0.0755	0.0840	0.0930	0.1020	0.1107	0.1197	0.1292	0.1382	0.1477	0.1575	0.1670
25	0.0136	0.0202	0.0268	0.0375	0.0400	0.0466	0.0536	0.0604	0.0672	0.0744	0.0816	0.0886	0.0958	0.1034	0.1106	0.1182	0.1260	0.1336
50	0.0068	0.0101	0.0134	0.1670	0.0200	0.0233	0.0268	0.0302	0.0336	0.0372	0.0408	0.0443	0.0479	0.0517	0.0553	0.0591	0.0630	0.0668

TABLA 14 (continuacion)

ml. de alícuota	miligramos de magnesio en función de la alícuota tomada										
	0.1506	0.1557	0.1609	0.1662	0.1715	0.1769	0.1822	0.1881	0.1939	0.1997	0.2056
1	7.5300	7.7850	8.0450	8.3100	8.5750	8.8450	9.1100	9.4050	9.6950	9.9850	10.2800
2	3.7650	3.8925	4.0225	4.1550	4.2875	4.4225	4.4550	4.7025	4.8475	4.9925	5.1400
3	2.5100	2.5950	2.6916	2.7700	2.8582	2.9483	3.0366	3.1350	3.2316	3.3283	3.4266
4	1.8825	1.9462	2.0112	2.0775	2.1437	2.2112	2.2775	2.3512	2.4237	2.4962	2.5700
5	1.5060	1.5570	1.6090	1.6620	1.7150	1.7690	1.8220	1.8810	1.9390	1.9970	2.0560
10	0.7530	0.7785	0.8045	0.8310	0.8574	0.8845	0.9110	0.9405	0.9695	0.9985	1.0280
15	0.5020	0.5190	0.5363	0.5540	0.5716	0.5896	0.6073	0.6270	0.6463	0.6656	0.6853
20	0.3765	0.3892	0.4022	0.4155	0.4287	0.4422	0.4555	0.4702	0.4847	0.4992	0.5140
25	0.3012	0.3114	0.3218	0.3324	0.3429	0.3538	0.3644	0.3762	0.3878	0.3994	0.4112
50	0.1506	0.1557	0.1609	0.1662	0.1715	0.1769	0.1822	0.1881	0.1939	0.1997	0.2056

TABLA 14 (continuación)

ml de alícuota	miligramos de magnesio en función de la alícuota tomada																	
	0.0707	0.0747	0.0786	0.0827	0.0909	0.0915	0.0952	0.0994	0.1038	0.1082	0.1126	0.1172	0.1217	0.1263	0.1311	0.1358	0.1407	0.1457
1	3.5350	3.7350	3.9300	4.1350	4.5450	4.5750	4.7600	4.9700	5.1900	5.4100	5.6300	5.8600	6.0850	6.3150	6.5550	6.7900	7.0350	7.2850
2	1.7675	1.8675	1.9650	2.0675	2.2725	2.2875	2.3800	2.4850	3.5950	2.7050	2.8150	2.9300	3.0425	3.1575	3.2775	3.3950	3.5175	3.6425
3	1.1783	1.2450	1.3100	1.0337	1.5150	1.5250	1.5860	1.6566	1.7300	1.8033	1.8766	2.9533	2.0283	2.1050	2.1850	2.2633	2.3450	2.4283
4	0.8837	0.9337	0.9825	1.0337	1.1362	1.1437	1.1900	1.2425	1.2975	1.3525	1.4075	1.4650	1.5212	1.5787	1.6387	1.6975	1.7587	1.8212
5	0.7070	0.7470	0.7860	0.8270	0.9090	0.9150	0.9520	0.9940	1.0380	1.0820	1.1260	1.1720	1.2170	1.2630	1.3110	1.3580	1.4070	1.4570
10	0.3535	0.3735	0.3930	0.4135	0.4545	0.4575	0.4760	0.4970	0.5190	0.5410	0.5630	0.5860	0.6085	0.6315	0.6555	0.6790	0.7035	0.7285
15	0.2356	0.2490	0.2620	0.2067	0.3030	0.3050	0.3173	0.3313	0.3460	0.3606	0.3753	0.3906	0.4056	0.4210	0.4370	0.4526	0.4690	0.4856
20	0.1767	0.1867	0.1965	0.2067	0.2272	0.2287	0.2380	0.2485	0.2595	0.2705	0.2815	0.2930	0.3042	0.3157	0.3277	0.3395	0.3517	0.3642
25	0.1414	0.1494	0.1572	0.1654	0.1818	0.1830	0.1904	0.1988	0.2076	0.2164	0.2252	0.2344	0.2434	0.2526	0.2622	0.2716	0.2814	0.2914
50	0.0707	0.0747	0.0786	0.0827	0.0909	0.0915	0.0952	0.0994	0.1038	0.1082	0.1126	0.1172	0.1217	0.1263	0.1311	0.1358	0.1407	0.1457

### Interferencias.

Los elementos ordinariamente presentes en aluminio y aleaciones base aluminio no interfieren. Si se usan detergentes para lavar el material todas las trazas deberán ser removidas con HCl, seguidos por lavados continuos con agua. Muchos detergentes contienen compuestos de fósforo, los cuales también forman un color amarillo con molibdato de amonio y podrían causar interferencias si no son completamente removidos.

### Aparatos.

Celdas de absorción con paso de luz de 1 cm.

Crisol de níquel y cubierta 50 ml.

Depósitos de plástico (teflón, polipropileno o tetrafluoroetileno) 1000 ml.

Espectrofotometro.

Matraz volumétrico 100 ml.

Matraz volumétrico 250 ml.

Matraz volumétrico 1000 ml.

Pipetas 10 ml.

Potenciometro.

Probetas 50 ml.

Vaso de precipitados 150 ml.

Vaso de precipitados 250 ml.

Vaso de precipitados de níquel 400 ml.

Vaso de precipitados de vidrio 400 ml.

### Reactivos.

Hidróxido de sodio (300 g/l).

Molibdato de amonio (100 g/l).

Disolución de nitrato de aluminio.

### Procedimiento.

1.- Disolución prueba. Transferir 0.10 g. de muestra a un cri

sol de níquel de 50 ml., adicionar 10 ml. de la disolución de NaOH y cubrir. Dejar reaccionar sin aplicar calor hasta que la reacción cese, lavar hacia abajo la cubierta y los lados del crisol con la mínima cantidad de agua, y ebullición despacio hasta que la reacción sea completa y el silicio esté completamente oxidado (en ciertas aleaciones puede ser necesario evaporar la solución a sequedad a fin de completar la disolución del silicio. Precaución deberá tenerse para evitar pérdidas por salpicaduras). Enfriar, diluir aproximadamente a 30 ml. con agua, y transferir cuantitativamente a un vaso de 150 ml. conteniendo 12.5 ml. de  $\text{HNO}_3$  (1:1). Cubrir y calentar despacio hasta que la disolución empiece a clarear (oscurecimiento (gris) de la disolución usualmente indica disolución incompleta del silicio y otra porción de muestra deberá ser tomada. Prolongado calentamiento después del ataque con la disolución de NaOH podría probablemente corregir la dificultad. Sin embargo, un calentamiento excesivamente prolongado tenderá a causar precipitación del manganeso. Si la muestra tiene un alto contenido de manganeso, la disolución coloreará café-amarillo debido al dióxido de manganeso ( $\text{MnO}_2$ ). Para blanquear el color, adicionar una disolución saturada de sulfito de sodio ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ), gota a gota a la solución. Evitar cualquier exceso apreciable. Adicionar una disolución de permanganato de potasio (3.2 g/l) hasta que la disolución se pinte color rosado. Finalmente adicionar suficiente ácido oxálico (una solución de 10 g/l) para destruir el color rosado y transferir la solución a un matraz volumétrico de 100 ml., aforar y homogeneizar).

Transferir una alícuota de 50 ml. a un vaso de 100 ml., añadir 1.0 ml. de  $\text{HNO}_3$  (1:1), diluir aproximadamente a 80 ml. y homogeneizar.

Reactivo en blanco. Transferir 10.0 ml. de la solución de NaOH a un matraz volumétrico de 100 ml. conteniendo 11.5 ml. de  $\text{HNO}_3$  (1:1). Diluir aproximadamente a 50 ml., enfriar, aforar, y homogeneizar. Transferir una alícuota de 50 ml. a un vaso de 100 ml., adicionar 1 ml. de  $\text{HNO}_3$  (1:1), diluir a 80 ml.

y homogeneizar.

2.- A la porción remanente del reactivo en blanco añadirle 1 ml. de  $\text{HNO}_3$  (1:1), aforar y homogeneizar. Esta porción es usada como reactivo en blanco para la solución referencia.

3.- Desarrollo de color. Usando un potenciómetro, checar el pH de la solución. Si el pH no está dentro de 1.1 a 1.3, ajustarlo usando  $\text{HNO}_3$  (1:1) o la disolución de NaOH, según como sea requerido, añadir 10 ml. de la solución de molibdato de amonio, transferir la solución a un matraz volumétrico de 100 ml., aforar y homogeneizar. Dejar reposar por cinco minutos pero no más de veinte antes de tomar la lectura fotométrica.

Disolución referencia. A la porción remanente de la disolución prueba, añadirle 1 ml. de  $\text{HNO}_3$  (1:1), aforar y homogeneizar. Tomar la lectura fotométrica de la disolución referencia como sigue: transferir una porción representativa de la disolución referencia a una celda de absorción y ajustar el fotómetro a la lectura inicial usando una banda de luz centrada en 400 nm. usando el reactivo en blanco obtenido en 2 para el ajuste inicial del fotocolorímetro.

Nota: para trabajos de rutina, la corrección de la disolución referencia puede ser omitida a menos que la disolución prueba sea coloreada amarilla.

#### Cálculos.

Convertir la lectura fotométrica de las disoluciones prueba y referencia a miligramos de silicio por medio de la TABLA 15. Calcular el porcentaje de silicio como sigue:

$$\% \text{ de Silicio} = (A-B)/(C \times 10)$$

donde:

A = miligramos de silicio encontrados en 100 ml. de la solución final.



TABLA 15

Miligramos de silicio en función de la transmitancia

Transmitancia	Logaritmo	Mg. de silicio
100	2.0000	0.0000
99	1.9956	0.0000
98	1.9912	0.0002
97	1.9867	0.0103
96	1.9822	0.0205
95	1.9777	0.0306
94	1.9731	0.0410
93	1.9684	0.0516
92	1.9637	0.0622
91	1.9590	0.0728
90	1.9542	0.0836
89	1.9493	0.0946
88	1.9444	0.1057
87	1.9395	0.1167
86	1.9344	0.1282
85	1.9294	0.1395
84	1.9242	0.1512
83	1.9190	0.1629
82	1.9138	0.1746
81	1.9084	0.1868
80	1.9030	0.1990
79	1.8976	0.2111
78	1.8920	0.2238
77	1.8864	0.2364
76	1.8808	0.2490
75	1.8750	0.2621
74	1.8692	0.2752
73	1.8633	0.2885
72	1.8573	0.3020
71	1.8512	0.3152
70	1.8450	0.3297
69	1.8388	0.3437
68	1.8325	0.3579
67	1.8260	0.3725
66	1.8195	0.3872
65	1.8129	0.4021
64	1.8061	0.4174
63	1.7993	0.4327
62	1.7924	0.4483
61	1.7853	0.4643
60	1.7781	0.4805
59	1.7708	0.4969
58	1.7634	0.5136

TABLA 15 (continuación)

Transmitancia	Logaritmo	Mg. de silicio
57	1.7558	0.5307
56	1.7482	0.5479
55	1.7403	0.5657
54	1.7324	0.5835
53	1.7242	0.6020
52	1.7160	0.6205
51	1.7075	0.6396
50	1.6989	0.6590
49	1.6901	0.6788
48	1.6812	0.6989
47	1.6720	0.7196
46	1.6627	0.7406
45	1.6532	0.7620
44	1.6434	0.7841
43	1.6334	0.8066
42	1.6232	0.8296
41	1.6127	0.8533
40	1.6020	0.8774
39	1.5910	0.9022
38	1.5797	0.9277
37	1.5682	0.9536
36	1.5563	0.9804
35	1.5440	1.0081

- B = corrección de la disolución referencia, expresada como miligramos de silicio, y
- C = gramos de muestra representados en 100 ml. de la disolución final.

## CAPITULO V

### RESULTADOS Y CONCLUSIONES

El trabajo presentado se limita a la determinación de cuatro elementos de la aleación de aluminio, denominada comercialmente 356, pero ésta opción se puede ampliar para determinar los siguientes elementos: bismuto, boro, cromo, manganeso, níquel y titanio.

Los resultados que se obtuvieron al efectuar los análisis del patrón de la National Bureau of Standard 87a (APENDICE I) son mostrados a continuación. Las pruebas fueron efectuadas por duplicado y los resultados (expresados en % en peso) son mostrados en las columnas A y B, así como el promedio y la discrepancia absoluta de éste promedio con la columna 1 (que son los valores del standard utilizado).

ELEMENTO	1	A	B	PROMEDIO	DIFERENCIA
Cobre	0.30	0.32	0.31	0.315	+0.015
Fierro	0.61	0.62	0.60	0.610	0.000
Magnesio	0.26	0.28	0.27	0.275	+0.015
Silicio	6.24	6.20	6.21	6.205	+0.035

En trabajos como el que se presenta, en los cuales una cuidadosa manipulación puede ser decisiva para determinar la exactitud, precisión y confiabilidad de un método es evidente, que no es posible basarse en las investigaciones de un solo técnico para obtener conclusiones válidas.

El método de análisis químico fotocolorimétrico presentado en ésta tesis, representa para la persona que lo utilice, ya sea químico o laboratorista una mayor rapidez para analizar en serie una gran cantidad de muestras, así como un nivel de exactitud aceptable dentro de las normas y especifi-

caciones requeridas para dicho análisis.

Generalmente, el análisis fotocolorimétrico es muy rápido una vez que se ha establecido el método, a no ser que se requiera un tratamiento previo para eliminar interferencias. El método es por lo tanto, muy cómodo para medidas en forma repetida de un mismo constituyente, como sucede en los análisis de rutina para control de calidad. Además, el método es en general, aplicable a la determinación exacta de cantidades mucho menores, que por los métodos gravimétricos y volumétricos; por lo tanto, es muy adecuado para efectuar el análisis en el orden de trazas.

## BIBLIOGRAFIA

## CAPITULO I

- (1) Anual book of ASTM part 32, 1972, 112-141.
- (2) Metals Handbook, vol 5 1979 Forging and casting, 394.
- (3) Enciclopedia del Aluminio, Vol 2, 1968, URMO, 141.
- (4) Crouse-Hinds Engineering Standard, MS 1005 (A1), 1962  
# 5 Aluminum Alloy.
- (5) Obregón Pérez A. 1977. Análisis de rocas y materiales similares, 15. Facultad de Química, UNAM.

## CAPITULO 2

- (1) Gutiérrez Contreras Mario. 1968. Manual de análisis cuantitativo 380. IPN.
- (2) Enciclopedia del Aluminio. 1968. Volumen 2, 132. URMO.
- (3) Ayres H. Gilbert. 1975. Análisis químico cuantitativo 463-464. HARLA.
- (4) Bausch & Lomb 1976. Spectrometer Educational Manual 10-12.
- (5) Ayres H. Gilbert. 1975. Análisis químico cuantitativo 465. HARLA.
- (6) Ibid. 467.
- (7) Ibid. 468.
- (8) Ibid. 471.
- (9) Ibid. 473.
- (10) Bausch & Lomb. 1976. Operator's Manual Spectronic 20. 7-8. & Lomb Analytical Systems Division. Bousch.

## CAPITULO 3

- (1) ASTM; Designación E34-72. Standard Methods for Chemical Analysis of Aluminum and Aluminum-Base Alloys. 1972, 113-141.
- (2) *ibid.*
- (3) Snell Foster Dee. Analysis Colorimetric. 1959. Vol. II A, 528-547. D. Vannostrand Company.
- (4) Boltz D.F. Colorimetric Determination of Nonmetals. 1958. 47-74. Interscience Publishers Inc. New York.

## CAPITULO 4

- (1) ASTM; Designación E34-72. Standard Methods for Chemical Analysis of Aluminum and Aluminum-Base Alloys. 1972. 113-141.
- (2) *ibid.*
- (3) Snell Foster Dee. Analysis Colorimetric. 1959. Vol. II A, 528-547. D. Vannostrand Company.
- (4) Boltz D.F. Colorimetric Determination of Nonmetals. 1958. 47-74. Interscience Publisher Inc. New York.



# Certificate of Analysis

## STANDARD REFERENCE MATERIAL 87a

### Silicon-Aluminum Alloy

	<u>Percent</u>
Silicon .....	6.24
Iron .....	0.61
Nickel .....	.57
Magnesium .....	.37
Copper .....	.30
Manganese .....	.26
Titanium .....	.18
Zinc .....	.16
Chromium .....	.11
Lead .....	.10
Tin .....	.05
Gallium .....	.02
Vanadium .....	<.01

Washington, D. C. 20234  
November 24, 1959  
(reprinted November 17, 1969)

Edward Wichers, Chief  
Division of Chemistry