

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
FACULTAD DE QUIMICA



1
109

METODOS DE ANALISIS DE ALEACIONES DE
ALUMINIO POR ESPECTROFOTOMETRIA

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE
INGENIERO QUIMICO
P R E S E N T A

LUIS ANGEL DURAN MIRAMONTES



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.

TESIS 1979
N.º 108
FECHA
PROC



JURADO ASIGNADO ORIGINALMENTE
SEGUN EL TEMA

PRESIDENTE: PROF. CARLOS ROMO MEDRANO
VOCAL: PROF. JORGE A. CAMPOS ROBLES
SECRETARIO: PROF. PEDRO VILLANUEVA GONZALEZ
1er. SUPLENTE: PROF. ROBERTO CONTRERAS REYES
2o. SUPLENTE: PROF. BENJAMIN ORTIZ MENDOZA

SITIO DONDE SE DESARROLLO EL TEMA:

CURTIN DE MEXICO SMC INTERNACIONAL, S. A.

NOMBRE COMPLETO Y FIRMA DEL SUSTENTANTE;

LUIS ANGEL DURAN MIRAMONTES _____

NOMBRE COMPLETO Y FIRMA DEL ASESOR DEL TEMA:

QUIM. CARLOS ROMO MEDRANC _____

A MIS PADRES:

SR. ANGEL DURAN MAYER (q.e.p.d.)

SRA. VELIA MIRAMONTES TERRAZAS

CON ETERNO CARIÑO Y PROFUNDA ADMIRACION

A QUIENES DEBO LO QUE AHORA SOY

PUES DE ELLOS HE RECIBIDO TODO.

A MI ESPOSA:

MA. DE JESUS VERGARA DE DURAN
POR SU CONFIANZA Y APOYO
CON TODO MI AMOR

A MI QUERIDA HIJITA:

VALKIRIA MARIA

A MIS HERMANOS:

CARLOS GUILLERMO

VELIA ISABEL

HECTOR ALFREDO

LIDIA MARIA

JORGE

ROSALIA MAYELA

MARIO JOSE

A MI ABUELITA:

SRA. JUANITA T. VDA. DE MIRAMONTES

A TODOS MIS FAMILIARES

A LA FACULTAD DE QUIMICA

A LOS DISTINGUIDOS MIEMBROS DEL JURADO

A MIS MAESTROS

A MIS COMPAÑEROS Y AMIGOS

C O N T E N I D O

- Capítulo I.- Introducción
- Capítulo II.- Generalidades:
 1) Aluminio y sus aleaciones
 2) La espectrofotometria
- Capítulo III.- Métodos de análisis
- Capítulo IV.- Datos y gráficas de calibración
- Capítulo V.- Conclusiones
- Capítulo VI.- Bibliografía

C A P I T U L O I

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

Los métodos que se describen en este trabajo cubren los procedimientos para el análisis, por espectrofotometría, de las aleaciones de aluminio, de las cuales es importante saber el contenido de los metales que están en combinación con dicho aluminio como son: manganeso, fierro, cromo, bismuto, cobre, níquel, boro, titanio, etc.; y así poder darle una mejor aplicación industrial, es decir, al conocer con exactitud la composición de las aleaciones de aluminio sabremos como han variado las propiedades tanto físicas como químicas y por lo tanto podremos manejar más adecuadamente al aluminio en forma industrial.

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

- 1).- Aluminio y sus aleaciones:
 - a) Historia del aluminio.
 - b) Aleaciones metálicas.
 - c) Aleaciones de aluminio.
 - d) Propiedades del aluminio y de las aleaciones del aluminio.

- 2).- La espectrofotometría:
 - a) Principios básicos de la luz.
 - b) Ley de Beer
 - c) Fuentes de error en espectrofotometría.
 - d) Sistema para verificar el funcionamiento de un espectrofotómetro fotoeléctrico en su rango visible.
 - e) Instrumento utilizado.

1).- Aluminio y sus aleaciones.

a) Historia del aluminio:

Aún cuando el aluminio es un elemento muy difundido en la naturaleza, es el más reciente de todos los que el hombre ha podido obtener en gran escala para sus fines industriales. - La primera vez que se aisló el aluminio fué en el año de - - 1845 cuando Wöhler pudo obtenerlo descomponiendo el cloruro de aluminio por el potasio, este procedimiento fué perfeccionado en 1854 por Sainteclair Deville, que substituyó el potasio por el sodio y mejoró el procedimiento, consiguiendo rebajar considerablemente el precio de obtención del aluminio, lo que le permitió presentar bloques de dicho metal con el nombre de plata de arcilla, en la Exposición Universal de París en 1855, a un precio de costo que oscilaba alrededor de 200 francos oro el kilogramo. En aquel mismo año fundó dicho químico una fábrica para obtener industrialmente el aluminio a partir del cloruro de aluminio y sodio, y simultaneamente Rose en Berlín y Percy en Londres, consiguieron obtener el aluminio, reduciendo por el sodio la creolita ó fluoruro doble de aluminio y sodio, mientras que Bunsen y el mismo Sainteclair Deville intentaban, aunque sin éxito industrial la descomposición de dicho producto por medio de la corriente eléctrica. A medida que las instalaciones eléctricas se difundían, abaratando el costo del fluido, numerosos químicos intentaron la obtención del aluminio por vía electrolítica, quedando finalmente resuelto el problema por Hall en América, Minet y Heroult en Francia y Killiani en Alemania; todos pudieron obtener el aluminio en ventajosas condiciones a partir de la creolita y la alumina mezclada con otros fluoruros ó cloruros. Desde entonces la obtención del aluminio ha ido mejorando considerablemente y en la actualidad ha entrado de lleno en la economía doméstica y en numerosas aplicaciones industriales, cotizandose a precios que compiten con los de cualquier otro metal.

El aluminio no existe libre en la naturaleza, pero en sus diversas combinaciones llega a constituir el 7.8% de la corteza sólida terrestre, distribuido no solamente en abundantísimos minerales, formando el elemento positivo principal de la capa de silicatos, sino también en diversas aguas y en las células vegetales y animales.

b) Aleaciones metálicas:

[Se llaman aleaciones metálicas a las mezclas formadas por diversos elementos de carácter metálico en número y proporciones cualesquiera; no siguen pues, las leyes de las combinaciones químicas y según el número de elementos que entran a formar parte de las mismas, reciben el nombre de binarias, tercerarias, cuaternarias, etc. Esta definición debe sujetarse además a la condición de que los compuestos han de ser completamente solubles entre sí en estado líquido y al solidificarse presenten la homogeneidad necesaria para el objeto a que se destinan. Cuando uno de los elementos que forman parte de la mezcla es el mercurio, la aleación recibe el nombre de amalgama.]

Las aleaciones no deben considerarse como simples aleaciones mecánicas, pues aunque sus componentes no se hayan combinado sino que solo se hayan unido mediante la fusión, no pueden separarse por procedimientos físicos; deben pues compararse con las disoluciones y considerarse como verdaderas disoluciones sólidas, que al fundirse adquieren el aspecto ordinario de las disoluciones líquidas.

Las leyes que regulan la posibilidad de formar aleaciones dependen de la mayor o menor miscibilidad o solubilidad de los elementos que las constituyen nó solo en estado líquido, sino también al solidificarse. Suponiendo que los elementos que las componen sean perfectamente miscibles en estado líquido, como ocurre en las aleaciones verdaderamente prácticas desde el punto de vista industrial, sus propiedades de--

penderón de la manera como se comporten dichos elementos en estado sólido y los fenómenos que se verifiquen en su recíproca solubilidad.

c) Aleaciones de aluminio:

Reciben también el nombre de aleaciones ligeras a causa de su escasa densidad, que las hace especialmente aplicables en multitud de casos en que se precisan metales resistentes y ligeros.

Fundiendo aluminio y magnesio, bajo una capa de cloruro de sodio, pueden obtenerse aleaciones muy ligeras, conocidas con el nombre de Magnalio, susceptibles de bello pulimentado y con una proporción de magnesio comprendida entre 6 y 30%; cuando la cantidad de este elemento no excede del 10%, están dotados de gran ductibilidad y resistencia a la rotura, pero en cambio no son muy resistentes a los agentes de corrosión. El metal llamado Electrón contiene 90% de magnesio y 10% de aluminio, zinc y cobre, es muy ligero y resistente.

De las distintas aleaciones que el aluminio puede formar con el cobre, solamente tiene importancia aquella cuyo contenido de aluminio no pasa del 20%. Cuando el aluminio no pasa la proporción del 12%, las aleaciones reciben el nombre de bronce de aluminio. Del 12 al 16% de aluminio, se forma además una segunda clase de cristales y calentando este tipo de aleación por encima de los 500°C se forman cristales que por enfriamiento rápido, pueden fijarse y provocan un fuerte endurecimiento, a semejanza de lo que ocurre con las aleaciones hierro-carbono, cuando la proporción de aluminio oscila alrededor del 12%.

El color del bronce de aluminio depende de la cantidad de este elemento, y varia entre el rojo de oro y amarillo y luego el blanco, con proporciones de aluminio que oscilan entre el 3 y el 20%; con el 5% de aluminio se obtiene un bronce de hermoso color amarillo de oro, cuya producción es entorpeci-

da por la presencia del silicio. Pasando del 11% de aluminio estas aleaciones se vuelven frágiles en frío y en caliente; - con menor proporción que la indicada, adquieren tenacidad, y entre 5 y 7% son extraordinariamente dúctiles y muy resistentes a los agentes atmosféricos y corrosivos, siendo muy poco atacables por los ácidos. Con el nombre de Duraluminio se conoce un bronce de aluminio particularmente ligero y muy resistente a los agentes químicos, que contiene de 3.5 a 5.5% de cobre, 0.5% de magnesio y de 0.5 a 0.8% de manganeso.

La adición de algunos metales raros como el molibdeno, zirconio, y cerio, en cantidades que no pasen del 1% aumenta la resistencia de la aleación a los efectos corrosivos del agua de mar. Todavía es mucho más duro el Silunun que consta de 86% de aluminio y 14% de silicio, ésta aleación es muy resistente a los ácidos, excepto al nítrico y puede servir para fabricar recipientes y aparatos para la industria química.

Existen también latones de aluminio que contiene una cantidad de este variable entre 0.3 y 3%, para proporciones de zinc - comprendidas respectivamente entre 40 y 27%, sirven para construir piezas destinadas a los buques, sobre todo para hélices tornillos, planchas, etc., que se caracterizan por su elevada resistencia a los agentes corrosivos.

d) Propiedades del aluminio y de las aleaciones del aluminio. Aluminio de muy alta pureza es un metal blando, claro y dúctil, teniendo alta conductividad térmica y eléctrica y excelente resistencia a la corrosión. Estas son las propiedades básicas del metal, de las cuales las aleaciones de aluminio son obtenidas. Ciertas propiedades podrían ser expresadas en términos matemáticos por comparación con otros metales, pero a esto deberán agregarse otras consideraciones, como una agradable apariencia y la capacidad para ser fácilmente coloreadas, formadas, unidas y generalmente fabricadas.

Mientras que las propiedades de las aleaciones de aluminio son muchas y muy variadas, en general el uso de una aleación en alguna aplicación esta gobernada por esta capacidad para proveer dos ó más propiedades particulares. Para satisfacer tales combinaciones un extenso rango de aleaciones ha sido desarrollado. En las aleaciones de aluminio, ciertas propiedades de este son alteradas en un grado considerable, por ejemplo: La fuerza es grandemente mejorada. Algunas propiedades restantes practicamente no cambian. De estas la más extraordinaria es la propiedad de ligereza; con pocas excepciones el incremento en gravedad específica de las aleaciones de aluminio sobre el aluminio puro no excede del 3%, mientras que varias aleaciones son insignificante-mente más ligeras que el metal puro. Por otro lado, la conductividad eléctrica es reducida a un grado apreciable, excepto en aquellas aleaciones usadas en aplicaciones eléctricas.

Entre las ventajas más sobresalientes de las aleaciones de aluminio están sus propiedades químicas. La resistencia del aluminio a ser atacado por una variedad de sustancias químicas, a la vez con el hecho de que sus sales no tienen efecto nocivo sobre el sistema humano y son incoloras, tiene -- ventaja el uso de las aleaciones de aluminio en las indus--trias alimenticia y química.

Entre los muchos productos químicos almacenados ó expedidos en equipo fabricado de aleaciones de aluminio, están: ácido nítrico concentrado, ácido acético, peróxido de hidrógeno y compuestos de azufre. Todas las aleaciones de aluminio, sin embargo no son igualmente resistentes al ataque de la corrosión y en algunas aleaciones esta propiedad puede reducirse considerablemente por técnicas de tratamiento térmico inadecuado. Mientras que la superficie normal de las aleaciones de aluminio ofrece suficiente protección para más aplicaciones, una mejor y uniforme protección podrá ofrecerse por -- tratamientos químicos y electroquímicos para incrementar la consistencia de la protección natural de la capa de óxido.

2).- La espectrofotometría.

a) Principios básicos de la luz.

La luz es una forma de energía radiante que tiene propiedades de onda y de partícula, generalmente se describe en términos de color.

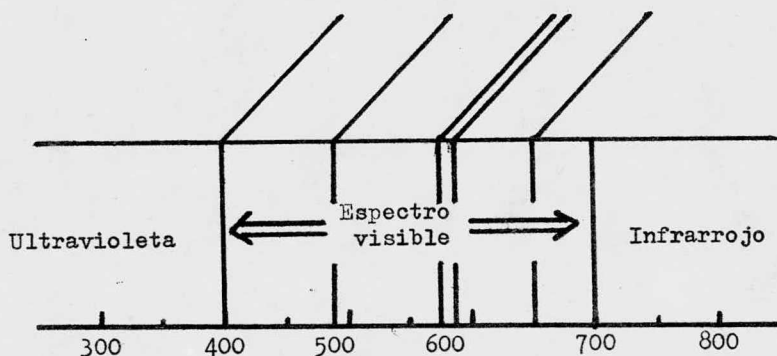
La luz como energía radiante viaja en forma de ondas. La distancia entre dos crestas sucesivas se define como longitud de onda.

La unidad de longitud de onda, el milimicrón (μ) es la millonésima parte de un milímetro, también puede designarse como nanómetro (nm).

Las longitudes de onda correspondientes al rango visible son:

Azul	400	-	490 nm.
Verde	490	-	575 nm.
Amarillo	575	-	585 nm.
Anaranjado	585	-	650 nm.
Rojo	650	-	700 nm.

El espectro de la luz se divide en 3 regiones distintas: la región ultravioleta (200-399 nm), la región visible (400 a 700 nm) y la región infrarroja (700 a 2,000 nm).



LONGITUD DE ONDA DE LA ENERGIA RADIANTE

El color puede ser producido por varias formas:

- 1.- Por un proceso de adición.- es el caso de la luz blanca que resulta cuando todos los colores del espectro visible - se juntan en iguales proporciones. La luz blanca se puede - producir por la suma de tres colores: rojo, azul y verde.
- 2.- Por absorción selectiva.- cuando sobre un objeto no luminoso se dirige un rayo de luz, parte de esta luz es reflejada, parte transmitida y parte absorbida y el color del objeto es el resultante.

Debido a que cada color tiene la capacidad de absorber determinada longitud de onda del espectro, esto se ha aplicado en química para determinar a que longitud de onda se debe leer determinada prueba. Esto se conoce como una curva - de transmitancia espectral porque relaciona el color del espectro con la transmitancia de la energía radiante.

La propiedad de absorber selectivamente ciertas longitudes de onda de luz, mientras transmite otras, está determinada por la estructura molecular y atómica de la sustancia. El grado al cual una sustancia absorbe determinadas longitudes de onda de luz depende de la concentración. Es decir, al aumentar la concentración de la sustancia aumenta la velocidad de absorción y disminuye la cantidad de luz transmitida. Aunque se habla generalmente de transmisión de luz de una sustancia, lo que realmente nos interesa es la absorción de luz por esa sustancia, la cual es directamente proporcional a su concentración.

En análisis espectrofotométrico el interés está en medir el efecto de sustancias específicas sobre la energía radiante. Cada sustancia absorbe energía radiante a determinadas longitudes de onda en cantidades diferentes, produciéndose una curva característica en una gráfica de longitud de onda contra absorbancia.

Transmisión se define en términos de la habilidad de una sustancia para permitir el paso de la energía radiante a través de ella.

La transmisión se calcula como sigue:

$$\% \text{ de transmisión} = \frac{\text{luz salida}}{\text{luz entrada}} \times 100$$

Sin embargo el porcentaje de transmisión no se usa debido a que es necesario tener un estándar absorbente para calibrar el instrumento, se usa la unidad de transmitancia.

La transmitancia se define como la relación de la transmisión de una muestra con la transmisión de un estándar.

Los valores de transmitancia no son directamente proporcionales a la concentración de la sustancia, cuando se usa el valor de la transmitancia para curvas de calibración, hay necesidad de representarlas en papel semilogarítmico.

Los sistemas se relacionan así:

$$\text{Absorbancia} = \log \frac{1}{\text{transmitancia}}$$

$$A = \log \frac{1}{T}$$

$$A = - \log T$$

La absorbancia es directamente proporcional a la concentración cuando la sustancia sigue la ley de Beer.

b) Ley de Beer.

Las leyes de Lambert-Bouguer-Bunsen-Roscoe y Beer son esenciales para comprender y usar de una manera adecuada los métodos de absorción espectrofotométrica.

Esta combinación de leyes se conoce como la ley de Beer, la cual se define como: "Todo material que tiene un espesor -- constante absorberá una fracción constante de la energía luminosa que incide en él."

Si tenemos que:

P = energía transmitida.

P₀ = energía incidente.

La relación P/P₀ representa la transmitancia (T) de la sustancia que absorbe; si la sustancia no absorbe nada P y P₀ serán iguales y entonces:

$$\frac{P}{P_0} = T = 1$$

$$T = 1 \text{ de donde } \% T = 100$$

De acuerdo a la ley de Beer el porcentaje de transmitancia:

$$\% T = 10^{2-abc}$$

donde:

a = índice de absorción de la muestra (absortividad), varia con la longitud de onda.

b = espesor de la muestra.

c = concentración de la muestra.

La absorbancia se define como el producto de estos tres factores, es decir:

$$A = abc$$

se puede entonces escribir la ley de Beer como:

$$\% T = 10^{2-A}$$

sacando logaritmo a ambos lados de la ecuación se obtiene:

$$\log \% T = 2 - A$$

despejando la absorbancia se logra:

$$A = 2 - \log \% T = abc$$

c) Fuentes de error en espectrofotometría.

Todas las mediciones, no importa que tan precisas o exactas sean, están sujetas a error.

Hay 4 principales fuentes de error espectrofotométrico:

- 1.- El espectrofotómetro mismo.
- 2.- La lectura que el operador haga en el instrumento.
- 3.- Las cubetas donde se hacen las mediciones.
- 4.- La solución que se está analizando.

Esto último puede dar error de diferente manera; el más importante puede deberse a que la concentración de la solución caiga en un rango en el cual no se siga la ley de Beer se puede prevenir esta desviación haciendo diluciones apropiadas de la solución. La manera más fácil para comprobar -

la desviación de la ley de Beer es hacer una gráfica con datos obtenidos de la absorbancia de la solución contra con-centración de la misma. Si se sigue la ley de Beer se debe obtener una línea recta partiendo del origen de las coor-denadas. Esto mismo puede hacerse en papel semilogarítmico u-sando porcentaje de transmitancia contra con-centración, en este caso se obtiene una línea recta partiendo del 100%.

Una segunda causa de error de la solución es la pre-sen-cia de turbidez; las partículas suspendidas reflejan la luz, au-mentando por lo consiguiente la absorción aparente de luz -por la solución.

La turbidez puede eliminarse cent-rifugando, filtrando o añ-adiendo estabilizadores a la solución.

Una tercera fuente de error puede ser el no someterse a -- tiempo preciso de desarrollo de color, puesto que dicho co-lor cambia después del tiempo máximo de desarrollo de color ya sea aumentando o disminuyendo. Si la temperatura no se -mantiene constante se puede tener error debido a que la ve-locidad en formación de color es dependiente de la tem-peratura.

Variaciones en el voltaje pueden introducir errores muy gra-ves en los resultados; esto puede solucionarse usando un -- transformador de voltaje constante.

Otra fuente de error en el instrumento es la "luz extraña", esta luz contiene radiaciones de diferentes longitudes de -onda, se origina por:

- 1.- Reflexiones de la luz por partículas de polvo o rayaduras sobre las superficies ópticas del instrumento.
- 2.- Reflexiones del tubo.
- 3.- Producción de otros espectros, esto sucede en algunos -instrumentos con dispersador.
- 4.- Por una amplitud de abertura que sea muy grande. El e--rror producido por "luz extraña" es mayor en los extremos -del rango de longitudes de onda.

Las maneras de eliminar la "luz extraña" son:

- 1.- Protección de las partes ópticas del instrumento de radiaduras y polvo.
- 2.- Adición de un filtro que intercepte el rayo de luz y -- permita solamente el paso del rango espectral deseado.
- 3.- El uso de un segundo monocromador en serie con el que -- se está usando.

Otra fuente de error se presenta por el uso de una amplitud de abertura muy ancha, pues una de las condiciones para que se siga la ley de Beer, es que la luz que incide sobre el -- objeto que absorbe color sea monocromática.

Las fotoceldas o fototubos también pueden producir error, -- ya que cada una de ellas es sensible en determinada región del espectro y fuera de este rango dan malos resultados.

El mal ajuste o mal funcionamiento del galvanómetro puede -- contribuir a la presencia de error, por lo que el rango de operación más preciso es entre 15 y 80% T.

También deben tomarse en cuenta los errores de paralaje al hacer la lectura.

En general hay muchas fuentes de error, unas evitables más que otras, por ejemplo: procedimientos tales como la pipeteada, pesada o dilución, que pueden introducir error si no se hacen con precaución.

d) Sistema para verificar el funcionamiento de un espectrofotómetro fotoeléctrico en su rango visible.

Para obtener medidas espectrofotométricas exactas, se debe tener mucho cuidado para calibrar adecuadamente el instrumento; esto incluye el uso de estándares y procedimientos -- de calibración para los ajustes de 0 y 100% T y para verificar las escalas fotométricas y la de longitud de onda.

El método más común de calibración de la longitud de onda -- en espectrofotómetros con aberturas amplias, es el uso de -- filtros de absorción calibrados.

Los filtros estándar con bandas agudas de absorción consisten principalmente de soluciones de sales de metales alcalinos raros ó las mismas sales disueltas en vidrio. Entre los filtros que más se han usado están: óxido de holmiun, en solución y en vidrio; didymium en vidrio; samarium y neodymium en solución. De todos el más usado es el de didymium el cual tiene varias transmitancias mínimas a lo largo del espectro visible, las cuales pueden ser usadas para verificar la calibración de onda. Generalmente los filtros vienen calibrados para dar determinada lectura de transmitancia con relación a determinada longitud de onda.

El método de calibración de la longitud usando estos filtros tiene ventajas y desventajas. Entre las desventajas están:

1.- Varios picos mínimos están compuestos de absorciones múltiples y por ésto los puntos de calibración dependen grandemente de la amplitud de la abertura.

2.- Debido a que las bandas de absorción son generalmente asimétricas, los puntos de transmitancia mínima son dependientes de la asimetría de la distribución de la abertura.

Las ventajas pueden resumirse en lo siguiente:

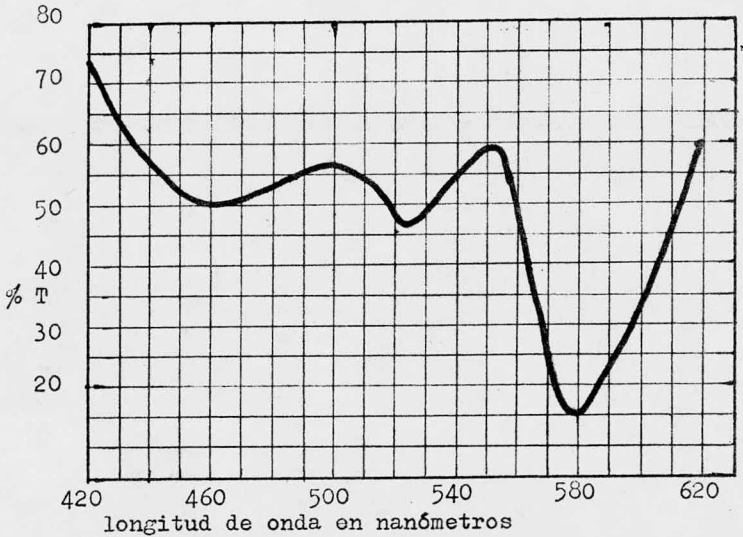
1.- El método no es costoso.

2.- La calibración puede hacerse rápidamente de la misma manera que se miden las muestras.

3.- Los resultados no son muy dependientes de la temperatura ni de la posición del filtro en el espectrofotómetro.

4.- Se puede tener una idea de la amplitud de la abertura por la apariencia de ciertos puntos de la curva.

5.- De acuerdo a las lecturas se puede tener una apreciación bastante exacta de la calibración de la longitud de onda del instrumento.



Curva de transmitancia espectral del filtro de didymium.

Hay otros parámetros importantes de controlar en todo espectrofotómetro. Estos son:

- a.- Linearidad fotométrica (proporcionalidad).
- b.- Luz extraña.
- c.- Amplitud de banda.

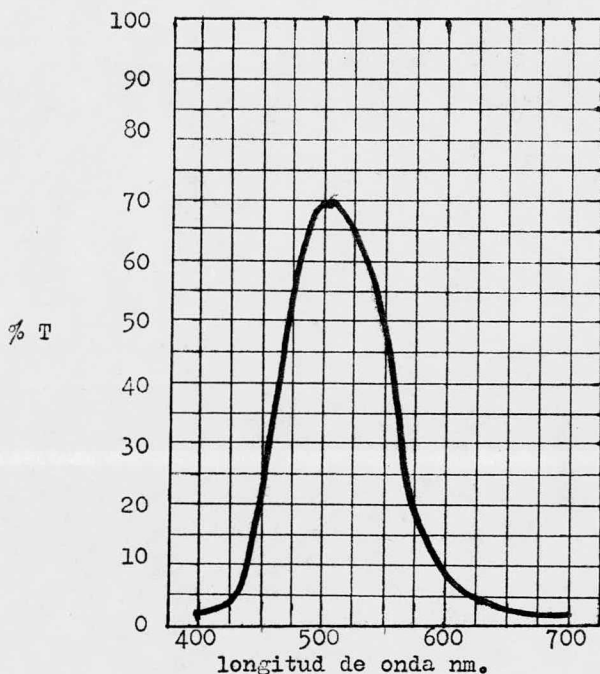
La amplitud de banda es una medida del rango de longitudes de onda que están incluidas en el rayo de la luz monocromática. Cualquier alteración en la amplitud de banda, altera también las lecturas.

La linealidad fotométrica es una medida de la precisión con la cual un espectrofotómetro reporta relaciones de intensidades de luz; es decir, la proporcionalidad que hay entre la luz que llega a la fotocelda y la energía que sale de ella.

La luz extraña se puede definir como la luz que llega a la

solución a una longitud de onda diferente a la que pasa a través de la lectura del monocromador.

Una solución acuosa de sulfato de níquel produce una curva de transmitancia espectral en forma de campana con una transmitancia máxima a una longitud de onda de 510 nanómetros.



Curva de transmitancia espectral de la solución de sulfato de níquel.

Diferentes lecturas de la transmitancia de una solución de sulfato de níquel nos dan una buena orientación del buen funcionamiento del instrumento. Para esto se requiere el uso de filtro de didymium y una solución estandarizada del sulfato de níquel que puede conseguirse comercialmente ó se puede preparar en el laboratorio de la siguiente manera:

a.- Limpiar y secar cuidadosamente un par de cubetas que se adapten al instrumento.

b.- Disolver 10 grs. de sulfato de níquel hexahidratado, grado reactivo en agua destilada. Agregar 0.5 ml de ácido clorhídrico concentrado y diluir la mezcla en un matraz volumétrico hasta 50 ml, filtrar la cantidad suficiente de esta solución en una de las cubetas y taparla inmediatamente con una tapa de plástico, la cual se sella con parafina.

c.- Solución de referencia ó blanco. En un matraz volumétrico de 50 ml., colocar 0.5 ml de ácido clorhídrico concentrado y diluir a 50 ml con agua destilada. Colocar en la cubeta cantidad suficiente de esta solución y tapar la cubeta como se hizo con el sulfato de níquel.

d.- Marcar las cubetas para que cada vez que se usen se coloquen en la misma posición.

Las soluciones, si las cubetas están bien selladas, pueden permanecer claras y estables por mucho tiempo. Su valor permanente como estándar dependerá grandemente del cuidado con que se mantengan las superficies ópticas. Mantenerlas en posición vertical y a temperatura entre 25 y 30°C.

Procedimiento:

- 1.- Permitir que el instrumento se caliente por un período de 30 minutos y luego ajustar a 0% T.
- 2.- Verificar la longitud de onda utilizando un filtro de absorción como en el didymium.
- 3.- Usando el blanco para ajustar a 100% T, leer el estándar del sulfato de níquel en las siguientes longitudes de onda: 400, 460, 510, 550 y 700. Anotar las lecturas encontradas y construir la curva de transmitancia espectral.

Tener cuidado de ajustar a 100% T con el blanco cada vez que varíe la longitud de onda.

Un registro diario de estos datos partiendo de un resultado

inicial permite conocer que cambios se presentan con el -- tiempo en el instrumento.

Significado de los resultados:

La importancia de los datos obtenidos depende casi completamente de los cambios que se suceden con el tiempo.

1.- Las lecturas a 400 y 700 nanómetros sirven para detectar "luz extraña". Un aumento por encima del 3% T en cualquiera de las 2 longitudes de onda demanda corrección del instrumento.

Causas:

- a.- Lámpara excitadora vieja, oscurecida u opaca.
- b.- Polvo en los lentes de salida del sistema óptico.
- c.- Dispersador de difracción ó lentes internos deteriorados.

Remedio:

- a.- Limpiar ó reemplazar la lámpara y checar nuevamente la calibración.
- b.- Limpiar los lentes.
- c.- Necesita servicio profesional.

2.- La lectura a 510 nanómetros sirve para detectar cambios en la amplitud de banda. Disminución en la lectura indica aumento en la amplitud de banda. Una disminución del 3% T con respecto al valor original demanda servicio. La longitud de onda de 510 nanómetros es el pico mínimo de absorción para el sulfato de níquel.

Causas:

- a.- Torsión ó curva del filamento de la lámpara excitadora.
- b.- Abertura de salida dañada (en el orificio de la cubeta).
- c.- Dispersador de difracción dañado.

Remedio:

- a.- Cambiar la lámpara y checar nuevamente la calibración.
- b.- Necesita servicio profesional.
- c.- Necesita servicio profesional.

3.- Las lecturas a 460 y 550 nanómetros están relacionadas entre sí y se usan principalmente para verificar la calibración de la longitud de onda. Un cambio en la precisión con la cual el selector de las longitudes de onda indica la longitud de onda promedio del rayo de luz, produce cambios en las lecturas del sulfato de níquel. Los valores de transmisión a estas longitudes de onda y los cambios presentados están siempre en direcciones opuestas. El error que se presenta es por alteración en la relación entre la localización del filamento de la lámpara excitadora en el sistema óptico y la del selector de longitudes de onda.

La relación de las absorbancias a estas longitudes de onda es una aproximación de la linealidad del instrumento y debe estar en relación 2:1. Por ejemplo: a 460 nanómetros da una lectura de 0.602 y a 550 nanómetros de 0.301, es decir, que hay una relación de 2:1.

Es muy importante determinar la relación original para posteriormente detectar si se presentan cambios en la relación, los cuales pueden ser indicativos de problemas serios en el instrumento.

4.- Aunque la sensibilidad del instrumento, en general no es un parámetro básico de las mediciones espectrofotométricas, hay circunstancias bajo las cuales la sensibilidad puede reducirse a tal punto que interfiera con las mediciones normales.

La primera evidencia de la disminución de la respuesta del instrumento se presenta en los extremos del rango de longitudes de onda, donde la energía espectral es normalmente mínima. Llega a ser crítica cuando la rotación completa en dirección de las agujas del reloj del botón de ajuste grueso del galvanómetro no lleva rápidamente el indicador fuera de escala hacia la derecha, aunque el orificio de la cubeta este vacío.

Causas:

- a.- Mala calibración de longitud de onda.
- b.- Lámpara excitadora vieja, ennegrecida u opaca.
- c.- suciedad en la ventana de la fotocelda.
- d.- Lámpara, lentes ó abertura de salida sucios.
- e.- Falla parcial de la fuente de poder.
- f.- Falla en la fotocelda.
- g.- Dispersador ó lentes internos deteriorados.

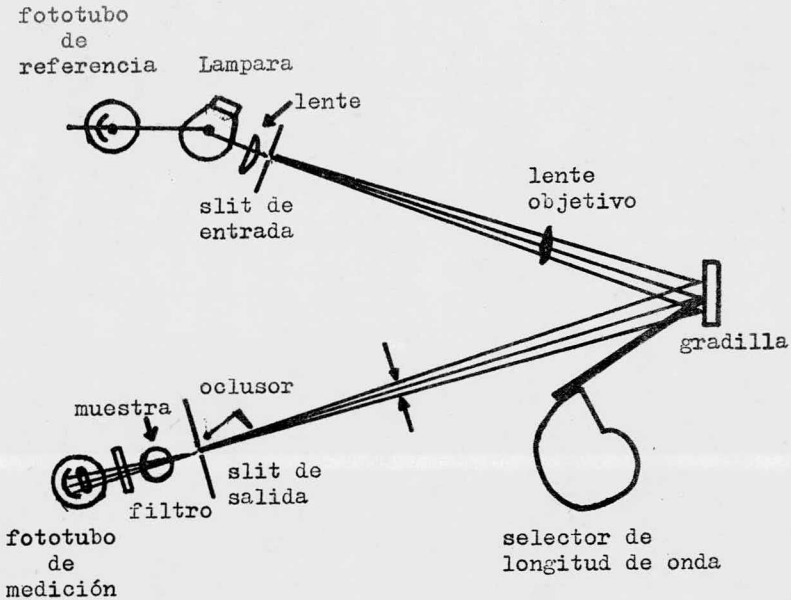
Remedio:

- a.- Calibrar adecuadamente.
- b.- Cambiar la lámpara.
- c.- Limpiar la ventana.
- d.- Limpiarlos.
- e.- Cambiar la fuente de poder.
- f.- Reemplazar la fotocelda.
- g.- Necesita servicio profesional.

e).- Instrumento utilizado.

Para analizar las diferentes aleaciones de aluminio se utilizó un Espectrofotómetro Bauch & Lomb modelo Spectronic 20.

Diagrama óptico



Manejo del Instrumento:

- 1.- Encender el instrumento y dejar que se caliente durante 5 min.
- 2.- Seleccionar la longitud de onda a la cual se va a trabajar.
- 3.- Ajustar la lectura a cero. No deberá haber tubo de muestra en el instrumento y el porta-tubos deberá estar cerrado.
- 4.- Llenar un tubo de muestra con agua destilada ó con el blanco.

Colocar dicho tubo de muestra en el porta-tubos y cerrar.

Ajustar a 100% T.

5.- Reemplazar el agua destilada ó blanco por una muestra - problema.

El porciento de transmitancia de la muestra se lee directamente.

Esta calibración de 0 y 100% se debe hacer cada vez que se seleccione diferente longitud de onda.

Se usaron reactivos analíticos y agua destilada para efectuar los análisis.

CAPITULO III

METODOS DE ANALISIS

- A).- Determinación de manganeso. ✓
- B).- Determinación de cobre. ✓
- C).- Determinación de níquel.
- D).- Determinación de cromo. ✓
- E).- Determinación de fierro.
- F).- Determinación de bismuto.
- G).- Determinación de titánio.
- H).- Determinación de boro.

DETERMINACION DE MANGANESO EN ALUMINIO
(método del persulfato)

Principio:

El persulfato de amonio oxida el ión manganeso a ión permanganato. La oxidación es llevada a cabo a temperaturas abajo del punto de ebullición de la solución, en presencia de una pequeña cantidad de nitrato de plata.

Rango:

El rango de concentración recomendada es de 0.05 a 2.0% de manganeso.

Reactivos:

Mezcla de ácidos compuesta de:

400 ml de ácido sulfúrico concentrado, grado reactivo.

400 ml de ácido nítrico concentrado, grado reactivo.

200 ml de agua destilada.

(almacenar la mezcla en un frasco de vidrio).

Nitrato de plata.- Disolver 3 gr. de nitrato de plata, grado reactivo, en un litro de agua destilada y almacenar en un frasco ambar para evitar su descomposición.

Persulfato de amonio, grado reactivo en cristales.

Solución estándar de manganeso.- Disolver 0.6153 gr. de sulfato de manganeso monohidratado, grado reactivo en un litro de agua destilada.

(1 ml de sol.=0.2 mgr Mn)

Procedimiento:

a).- Preparación de la curva de calibración.

Una serie de estándares son preparados para cubrir el rango de 0.002 a 0.020 mgr Mn/ml. Por medio de pipetas transfe-

rir 2, 5, 10, 15 y 20 ml de la solución estándar de manganeso a matraces volumétricos de 200 ml. Esto representa respectivamente 0.002, 0.005, 0.010, 0.015 y 0.020 mgr Mn/ml. También preparar un matraz sin agregar el estándar de manganeso, esto es para la solución blanca ó de referencia.

A las soluciones estándar pipeteadas y al matraz para la solución blanca ó de referencia, agregar 10 ml. de la mezcla de ácidos, después adicionar 10 ml. de la solución de nitrato de plata y 50 ml. de agua destilada caliente conteniendo un gramo de persulfato de amonio, mezclar completamente las soluciones, calentar ligeramente para desarrollar el color pero evitar que hierva, esto requiere de 1 a 10 minutos. Enfriar a temperatura ambiente y diluir hasta el aforo con agua destilada, mezclar.

Trasferir 5 ml. de cada una de las soluciones estándar a los tubos de muestra ó cubetas de un espectrofotómetro, seleccionando una longitud de onda de 535 nanómetros; calibrar el instrumento, colocando 100% de transmitancia con la solución blanca o de referencia; leer el porcentaje de transmitancia de cada solución estándar preparada. Usando papel semilogarítmico trazar una gráfica teniendo porcentaje de concentración de manganeso en mgr Mn/ml. contra porcentaje de transmitancia.

b).- Preparación de las muestras.

Para manganeso arriba de 2% usar un gramo de muestra; para manganeso de 0.2 a 2% usar 0.2 gramos de muestra.

Colocar la muestra en un matraz erlenmeyer de 250 ml., adicionando 20 ml. de la mezcla de ácidos (30 si se usa un gramo de muestra), y calentar hasta que la muestra se disuelva completamente, enfriar y agregar 10 ml. de la solución de nitrato de plata y 50 ml de agua caliente conteniendo un gramo de persulfato de amonio.

Hacer el mismo procedimiento para el blanco o de referencia, pero usando solo 10 ml. de la mezcla de ácidos. Calentar ligeramente para desarrollar el color pero evitando que hierva; enfriar a temperatura ambiente y de ser necesario filtrar la solución colocandola en un matraz de 200 ml., lavar el precipitado dos veces con agua destilada, diluir hasta el aforo y mezclar.

Transferir 5 ml. de la solución problema a un tubo de muestra ó cubeta de un espectrofotómetro, seleccionando una longitud de onda de 535 nanómetros; calibrar el instrumento a 100% de transmitancia con el blanco ó de referencia, reemplazar el blanco con la solución problema y leer el porcentaje de transmitancia, llevar dicha lectura a la gráfica de calibración y determinar la concentración de manganeso.

Observaciones:

- 1).- La solución de permanganato oxidada es estable menos de 24 horas a temperatura ambiente.
- 2).- El ión cloruro no deberá estar presente.

DETERMINACION DE COBRE EN ALUMINIO
(método del dietil-ditiocarbamato)

Principio:

El dietil-ditiocarbamato de sodio en soluciones muy diluidas, produce una suspensión coloidal color amarillo-café, - cuando se agrega a una solución amoniacal de una sal cúprica. El carbamato de cobre es soluble en tetracloruro de carbono y de este modo puede usarse para trabajos espectrofotométricos.

Rango:

El rango de concentración recomendado es de 0.1 a 3% de cobre.

Reactivos:

Mezcla de ácidos compuesta de:

475 ml de agua destilada.

125 ml de ácido sulfúrico concentrado, grado reactivo.

200 ml de ácido nítrico concentrado, grado reactivo.

200 ml de ácido clorhídrico concentrado, grado reactivo.

(almacenar la mezcla en un frasco de vidrio).

Acido cítrico.- (10%): Disolver 100 gr. de ácido cítrico en un litro de agua destilada.

Hidróxido de amonio (1:3): Mezclar 250 ml. de hidróxido de amonio concentrado en 750 ml. de agua destilada.

Dimetilglioxima: Disolver 1 gr. de dimetilglioxima en 100 ml. de hidróxido de amonio concentrado. - filtrar en caso de ser necesario.

Tetracloruro de carbono, grado reactivo.

Dietil-ditiocarbamato de sodio: Disolver 1 gr. de dietil-ditiocarbamato de sodio en un litro de agua destilada. (la solución debe ser almacenada en un frasco ambar y no guardarse más de una semana).

Procedimiento:

a).- Preparación de la curva de calibración.

Para preparar la curva de calibración se seleccionan un número determinado de aleaciones estándar de aluminio para cubrir el rango de concentración de 0.1 a 8% de cobre.

Tomar 0.1, 0.2, 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0, 7.0, y 8.0% de la aleación colocandolas por separado en vasos de precipitados de 250 ml., agregando 15 ml. de la mezcla de ácidos; colocar sobre una parrilla de calentamiento y calentar cuidadosamente por los vapores de ácido sulfúrico que se desprenden. El resultado no cambiará si la solución es llevada a sequedad por evaporación. Quitar las soluciones de la parrilla de calentamiento y enfriar, adicionar 60 ml. de agua destilada caliente y calentar hasta que los residuos se disuelvan, la presencia de sílica deshidratada puede hacer que las soluciones aparezcan turbias, sin embargo, esto no interfiere durante las operaciones subsecuentes; enfriar las soluciones en un baño de agua y transferir a un matraz volumétrico de 250 ml. diluyendo hasta el aforo con agua destilada.

Pipetear 5 ml. de las soluciones que contengan menos de 1% de la aleación de aluminio y 25 ml. de las soluciones que contengan más de 1%; llevar cada una a un vaso de precipitados de 250 ml. y agregar lo siguiente: 10 ml. de ácido cítrico (10%), 5 gotas de dimetilglioxima, 10 ml. de hidróxido de amonio (1:3), mezclar las soluciones después de cada adición y dejar reposar 3 minutos, después de la adición del

hidróxido de amonio; filtrar las soluciones, enjuagar los vasos de precipitados y lavar los precipitados con un mínimo de agua caliente, transferir los filtrados a embudos de separación de 250 ml. y enjuagar el vaso dos veces con pequeñas porciones de agua destilada adicionando los lavados a los embudos de separación respectivos, después agregar 20 ml. de dietil-ditiocarbamato de sodio y mezclar.

Extraer con dos porciones de 20 ml. de tetracloruro de carbono. El dietil-ditiocarbamato de cobre se disuelve en tetracloruro de carbono para formar una solución amarillo-café; vaciar la capa del fondo del tetracloruro de carbono a un matraz volumétrico seco de 50 ml. y diluir hasta el aforo con tetracloruro de carbono. (El tetracloruro de carbono es extremadamente tóxico, por lo que deberá trabajarse en una campana de extracción).

También preparar una solución con el mismo procedimiento anterior pero sin agregar la aleación estándar de aluminio, a la que se denominará blanco ó referencia.

Colocar por separado 5 ml. de cada solución en los tubos de muestra ó cubetas de un espectrofotómetro, seleccionando una longitud de onda de 440 nanómetros, calibrar el instrumento a 100% de transmitancia con el blanco ó referencia, y después leer el por ciento de cada solución estándar. Usando papel semilogarítmico trazar una gráfica teniendo por ciento de concentración de cobre contra por ciento de transmitancia.

b).- Preparación de la muestra.

Para el rango de concentración de cobre de 0.1 a 1% , usar 0.2 gr. de muestra.

Para el rango de concentración de 1 a 8% usar 0.1 gr. de muestra.

Tomar 0.1 gr. de la aleación problema (0.2 gr. si la concen-

tración de cobre es de 1.0% ó menos), y llevarla a un vaso de precipitados de 250 ml., agregar 15 ml. de la mezcla de ácidos, colocar sobre una parrilla de calentamiento y calentar cuidadosamente por los vapores de ácido sulfúrico que se desprenden, el resultado no cambiará si la solución es llevada a sequedad. Quitar la muestra de la parrilla de calentamiento y dejar enfriar, agregar 60 ml. de agua destilada caliente y calentar hasta que los residuos se disuelvan, la presencia de sílica deshidratada puede hacer que la solución se enturbie pero esto no hace variar los resultados. Enfriar la solución problema en un baño de agua y transferir a un matraz volumétrico de 250 ml. diluyendo hasta el aforo con agua destilada.

Pipetear 5 ml. de la solución problema (en caso de contener menos de 1% de cobre) ó 25 ml. (en caso de contener más de 1% de cobre), llevar a un vaso de precipitados de 250 ml. y adicionar lo siguiente: 10 ml. de ácido cítrico (10%), 5 gotas de dimetilgloxima, y 10 ml. (1:3) de hidróxido de amonio; mezclar la solución problema después de cada adición y dejarla reposar durante 3 minutos, filtrar, enjuagar el vaso de precipitados y lavar el precipitado con un mínimo de agua caliente, pasar el filtrado a un embudo de separación de 250 ml. y enjuagar el vaso dos veces con pequeñas porciones de agua destilada adicionando los lavados al embudo de separación a esta solución agregar 20 ml. de dietil-ditiocarbamato de sodio y mezclar.

Extraer con dos porciones de 20 ml. de tetracloruro de carbono. El dietil-ditiocarbamato se disuelve en tetracloruro de carbono para formar una solución café amarillenta. Vaciar la capa del fondo a un matraz volumétrico de 50 ml. y diluir hasta el aforo con tetracloruro de carbono.

Tomar 5 ml. de la solución problema y llevarla a un tubo de muestra ó cubeta de un espectrofotómetro, seleccionando una

longitud de onda de 440 nanómetros, calibrar el instrumento a 100% de transmitancia con el blanco ó referencia; colocar el tubo con la solución problema y hacer la lectura de porcentaje de transmitancia. Referir dicha lectura a la gráfica de calibración para determinar la concentración de cobre.

Observación:

La condición óptima para la formación y extracción del - - complejo de cobre es tener pH de 9 a 9.3, por lo tanto es - necesario que los reactivos requeridos en este método se usen en las cantidades indicadas.

DETERMINACION DE NIQUEL EN ALUMINIO

(método de la dimetilglioxima)

Principio:

La dimetilglioxima reacciona con el ión níquel, oxidándolo, para formar un complejo de color rojo vino. Este se lleva a cabo en una solución básica en presencia de bromo activo como oxidante.

Rango:

El rango de concentración recomendado es de 0.01 a 2.5% de níquel.

Reactivos:

Acido sulfúrico concentrado, grado reactivo.

Acido nítrico concentrado, grado reactivo.

Hidróxido de amonio (28-30%), grado reactivo.

Agua de bromo saturada.

-Acido cítrico (50%).- Disolver 150 gr, de ácido cítrico grado reactivo, en 300 ml. de agua destilada.

Dimetilglioxima (solución al 1% en alcohol etílico). Disolver un gramo de dimetilglioxima, grado reactivo en 100 ml. de alcohol etílico al 95%. Filtrar en caso de ser necesario.

Solución estandar de níquel.- Disolver 3.365 gr. de sulfato de níquel amoniacal, grado reactivo, en 100 ml. de agua destilada caliente, diluir hasta 500 ml. en un matraz volumétrico. (1 ml. = 1 mgr. Ni).

Procedimiento:

a).- Preparación de la curva de calibración.

Una serie de estándares se preparan para cubrir el rango de 0.2 a 5 ppm. ó 0.0002 a 0.005 mgr.Ni/ml.

Solución # 1.- Pipetear 10 ml. de la solución estándar de níquel y colocarla en un matraz volumétrico de 500 ml., diluyendo hasta el aforo con agua destilada. Esto representa 20 ppm. ó 1 ml. = 0.02 mgr. Ni.

Por medio de pipetas transferir 25, 20, 15, 10, 5 y 1 ml. de la solución # 1 a matraces volumétricos de 100 ml., esto representa respectivamente 5, 4, 3, 2, 1 y 0.2 ppm. ó 0.005, 0.004, 0.003, 0.002, 0.001 y 0.0002 mgr. Ni/ml.

También tener otro matraz listo para preparar el blanco ó referencia.

Adicionar 25 ml. de agua destilada a cada matraz y después agregar en orden lo siguiente:

10 ml. de mezcla de ácidos (5 ml. de ácido sulfúrico y
5 ml. de ácido nítrico).

5 ml. de ácido cítrico al 50 %.

5 ml. de agua de bromo saturada.

mezclar las soluciones después de cada adición.

Neutralizar las soluciones con hidróxido de amonio para destruir el color del bromo y entonces agregar de 3 a 5 ml. en exceso, enfriar a temperatura ambiente y agregar 5 ml. de la solución de dimetilglioxima; diluir hasta el aforo con agua destilada.

Transferir 5 ml. de cada solución estándar a los tubos de muestra ó cubetas de un espectrofotómetro, seleccionando una longitud de onda de 445 nanómetros y calibrar el instrumento a 100% de transmitancia con el blanco ó referencia; leer el porciento de transmitancia de cada solución preparada, después de 5 minutos de haberse formado el color.

Usando papel semilogarítmico trazar una gráfica colocando en la escala lineal mgr. Ni/ml. ó porcentaje de concentración de níquel y en la escala logarítmica el porcentaje de transmitancia.

b).- Preparación de las muestras.

Para el rango de concentración de níquel de 0.3 a 2.5% usar 0.1 gr. de muestra.

Para el rango de concentración de níquel de 0.01 a 0.3% — usar 0.3 gr. de muestra.

Colocar en un matraz erlenmeyer de 250 ml. y disolver con una mezcla de ácidos de 10 ml. de ácido sulfúrico concentrado y 10 ml. de ácido nítrico concentrado, dejar reposar 10 minutos y enfriar, adicionando 50 ml. de agua destilada y condensar hasta que se disuelvan las sales; enfriar y transferir a un matraz volumétrico de 100 ml. llenando hasta el aforo, mezclar y filtrar una porción de la solución; pipetear 20 ml. del filtrado si la muestra usada fué de 1 gr. ó 50 ml. si la muestra usada fué de 0.3 gr. Colocar en un matraz volumétrico de 100 ml. agregando en orden lo siguiente:

5 ml. de ácido cítrico (50%).

5 ml. de agua de bromo.

Mezclar después de cada adición; neutralizar con hidróxido de amonio concentrado hasta que desaparezca el color del bromo, entonces agregar de 3 a 5 ml. en exceso; adicionar 5 ml de dimetilglioxima y diluir hasta el aforo con agua destilada.

Hacer el mismo procedimiento para el blanco ó referencia usando 10 ml. de mezcla de ácidos .

Cinco minutos después de la adición de la dimetilglioxima — tomar 5 ml. de la solución y colocarla en un tubo de muestra ó cubeta de un espectrofotómetro, seleccionando una longi—

tud de onda de 445 nanómetros; calibrando el instrumento con el blanco ó referencia a 100% de transmitancia. Reemplazar el blanco por la muestra y leer el porciento de transmitancia; llevar la lectura a la curva de calibración y determinar la concentración de níquel.

Observaciones:

- 1.- Cobre y cobalto dan color con la dimetilglicoxima, pero - estos metales no interfieren si sus concentraciones son menores ó iguales que la concentración de níquel.
- 2 .-El color es inestable y cambia con el tiempo, por lo tan to, todas las lecturas deberán hacerse 5 minutos después de la adición del reactivo de color.

DETERMINACION DE CROMO EN ALUMINIO
(métodos de cromatos)

Principio:

El peróxido de hidrógeno en medio alcalino oxida el ión cromo a la forma de ión cromato de color amarillo.

Rango:

El rango de concentración recomendado es de 0.05 a 0.35% de cromo.

Reactivos:

Hidróxido de sodio, grado reactivo, en lentejas.

Hidróxido de sodio (10%).- Disolver 50 gr. de hidróxido de sodio en 500 ml. de agua destilada.

Peróxido de hidrógeno (30%).- grado reactivo.

Procedimiento:

a).- Preparación de la curva de calibración.

Por el hecho de que la coloración amarilla del ión cromato, aumenta cuando la muestra contiene fierro y sílica, la curva de calibración es establecida usando muestras de aluminio con contenido de cromo conocido. En la preparación de la curva de calibración es preferible que las aleaciones de aluminio estándar sean del mismo tipo de la aleación que se va analizar.

Tomar 0.3 gr. de las aleaciones estándar de aluminio y colocar cada una en un matraz erlenmeyer de 250 ml., añadiendo 4 ml. de agua destilada y 5 gr. de hidróxido de sodio, calentar hasta que se disuelva completamente, cuando dejen de aparecer las burbujas del hidrógeno desprendido, agregar cuidadosamente gota a gota peróxido de hidrógeno al 30% para completar la oxidación del cromo (se requieren aproximadamen

te de 3 a 4 ml. de peróxido de hidrógeno); es mejor inclinar el matraz y dejar que las gotas del peróxido lleguen hasta la solución resbalando por las paredes del matraz, después de la oxidación filtrar la solución caliente a través de un crisol gooch que contenga una capa de asbesto y lavar 4 veces con hidróxido de sodio al 10% (usar de 10 a 15 ml. para cada lavado). Transferir el filtrado a un matraz volumétrico de 100 ml. y diluir hasta el aforo con hidróxido de sodio al 10 %.

Hacer lo mismo para una muestra que no contenga la aleación de aluminio y tomarla como blanco ó referencia.

Tomar 5 ml. de las soluciones estándar y colocarlas en los tubos de muestra ó cubetas de un espectrofotómetro, seleccionando una longitud de onda de 370 nanómetros; calibrando el instrumento a 100% de transmitancia con el blanco ó referencia y después leer el porciento de transmitancia de cada una de las soluciones estándar. Usando papel semilogarítmico graficar el porciento de concentración de cromo en la coordenada lineal y el porciento de transmitancia en la coordenada logarítmica.

b).- Preparación de las muestras.

Tomar 0.3 gr. de muestra y llevarlo a un matraz erlenmeyer de 250 ml. añadiendo 4 ml. de agua destilada y 5 gr. de hidróxido de sodio, calentando hasta disolución completa; ha dejar de aparecer las burbujas del hidrógeno desprendido, agregar cuidadosamente gota a gota, peróxido de hidrógeno al 30% hasta completar la oxidación del cromo. (se requieren de 3 a 4 ml. de peróxido de hidrógeno)., después filtrar la solución caliente a través de un crisol gooch que contenga una capa de asbesto y lavar 4 veces con hidróxido de sodio al 10%, — usar solo de 10 a 15 ml. para cada lavado. Transferir el filtrado a un matraz volumétrico de 100 ml. y diluir hasta el aforo con hidróxido de sodio al 10%.

Tomar 5 ml. de la solución problema y colocarla en un tubo de muestra ó cubeta de un espectrofotómetro, seleccionando una longitud de onda de 370 nanómetros, calibrar el instrumento a 100% de transmitancia con el blanco ó referencia y después hacer la lectura de la muestra; llevar dicha lectura a la curva de calibración y determinar la concentración de cromo.

Observaciones:

- 1.- La oxidación de cromo es difícil y se llegan a obtener resultados bajos, por lo que se recomienda seguir correctamente el procedimiento.
- 2.- Fierro y sílica mejoran el color amarillo del ión cromato, por lo tanto, se obtienen mejores resultados cuando muestras y estandares son compuestos de la misma aleación.
- 3.- El cobre da coloración azul pálido a la solución. A longitud de onda de 370 nanómetros este color tiene pequeño efecto y puede ser pasado por alto.
- 4.- Soluciones fuertes de hidróxido de sodio atacan los tubos de muestra ó cubetas; por lo tanto las soluciones no deberán guardarse en ellas más que el tiempo necesario para la lectura.

DETERMINACION DE FIERRO EN ALUMINIO
(método de la orto-fenantrolina)



Principio:

La orto-fenantrolina reacciona con el ión ferroso para formar un complejo de color naranja, esto se realiza en una solución ácido de pH 4, en presencia de cloruro de hidroxilamina, el cuál actúa como un reductor.

Rango:

El rango de concentración recomendada es de 0.05 a 1.5% de fierro.

Reactivos:

Acido clorhídrico, grado reactivo.

Cloruro de hidroxilamina (10%).- Disolver 10 gr. de cloruro de hidroxilamina en 100 ml. de agua destilada (almacenar en refrigeración, no usar si la solución esta descolorida).

Orto-fenantrolina (0.25%).- Disolver 0.5 gr. de orto-fenantrolina monohidratada en 150 ml. de agua destilada hirviendo, enfriar y transferir la solución a un matraz volumétrico de 200 ml. diluyendo hasta el aforo con agua destilada (almacenar en refrigeración, no usar si la solución esta descolorida).

Acetato de sodio.- Disolver 85 gr. de acetato de sodio anhidro en 500 ml. de agua destilada.

Solución estándar de hierro.- Disolver 0.5 gr. de alambre - de hierro puro en 25 ml. de ácido clorhídrico concentrado. Grado reactivo, transferir a un matraz volumétrico de 500 ml. y diluir hasta el aforo con agua destilada.
(1 ml. = 1 mgr. Fe).

Procedimiento:

a).- Preparación de la curva de calibración.

Una serie de estándares se preparan para cubrir el rango de concentración de 0.0001 a 0.5 mgr. de Fe/ml.

Solución # 1.- Pipetear 10 ml. de la solución estándar de hierro y colocarlos en un matraz volumétrico de 500 ml., diluyendo hasta el aforo con agua destilada. (1 ml. = 0.02 mgr. Fe).

Por medio de pipetas transferir 5, 10, 15, 20 y 25 ml. de la solución # 1 a matraces volumétricos de 100 ml., esto representa respectivamente 0.001, 0.002, 0.003, 0.004 y 0.005 mgr. Fe/ml.

Solución # 2.- Pipetear 1 ml. de la solución estándar de hierro, colocarlo en un matraz volumétrico de 500 ml. y diluir hasta el aforo con agua destilada. (1 ml. = 0.002 mgr. Fe).

Por medio de pipetas transferir 10, 25, 40 y 50 ml. de la solución # 2 a matraces volumétricos de 100 ml.; esto representa respectivamente 0.0002, 0.0005, 0.0008 y 0.001 mgr. - Fe/ml.

A las soluciones pipeteadas agregar 1 ml. de cloruro de hidroxilamina (10%) y mezclar, adicionar agua destilada hasta 80 ml. aproximadamente, entonces agregar 10 ml. de ortofe-

nantrolina (0.25%) y mezclar, diluyendo a la marca con agua destilada, mezclar cuidadosamente y dejar reposar 15 minutos.

Transferir 5 ml. de las soluciones estándar a los tubos de muestras ó cubetas de un espectrofotómetro, seleccionando una longitud de onda de 510 nanómetros, calibrando a 100% de transmitancia con agua destilada y después hacer la lectura de cada solución. Usando papel semilogaritmico graficar mgr Fe/ml. y/o porciento de concentración de fierro sobre la coordenada lineal y el porciento de transmitancia sobre las coordinadas logaritmicas del papel.

b).- Preparación de las muestras.

Disolver 0.5 gr. de muestra en 30 ml. de ácido clorhídrico (1:1), usando un vaso de precipitados de 250 ml. y calentar en caso de ser necesario, filtrar y llevar a un matraz volumétrico de 200 ml., lavar el filtro 5 veces con agua destilada caliente, enfriar y diluir al aforo con agua destilada, pipetear 20 ml. de la solución y colocarlos en un matraz volumétrico de 100 ml., si la muestra contiene arriba de 1.0% de fierro; pipetear 10 ml.; en el caso de que la solución contenga menos de 1% de fierro. Agregar 1 ml. de cloruro de hidroxilamina (10%) y mezclar, adicionando 10 ml. de la solución de acetato de sodio y 50 ml. de agua destilada, mezclar y agregar 10 ml. de orto-fenantrolina (0.25%), mezclar cuidadosamente y dejar reposar durante 15 minutos.

Transferir 5 ml. de la solución a un tubo de muestra ó cubeta de un espectrofotómetro, seleccionando una longitud de onda de 510 nanómetros, calibrar a 100% de transmitancia con agua destilada y después hacer la lectura del porciento de transmitancia de la muestra, llevar dicha lectura a la gráfica de calibración y determinar la concentración de fierro.

Observaciones:

1.- Si el color no desarrolla casi inmediatamente después -

de agregada la orto-fenantrolina, es debido a un pH bajo. Para mejores resultados es necesario que los reactivos requeridos sean usados en las cantidades exactas.

2.- El color de la reacción es estable por cerca de 48 horas.

DETERMINACION DE BISMUTO EN ALUMINIO
(método de la tiourea)

Principio:

El bismuto en una solución ácida diluida forma con la tiourea un complejo de color amarillo.

Rango:

El rango de concentración recomendado es de 0.1 a 0.5% de bismuto.

Reactivos:

Acido clorhídrico (1:2), grado reactivo.

Acido nítrico (1:4), grado reactivo.

Solución de ácido bórico.- (saturada) Disolver 80 gr. de ácido bórico, grado reactivo, en un litro de agua destilada caliente y enfriar.

Solución de tiourea (5%).- Disolver 10 gr. de tiourea, grado reactivo, en 200 ml. de agua destilada y filtrar (esta solución debe estar preparándose recientemente).

Aluminio (bajo en bismuto).- Conteniendo menos de 0.001% de bismuto.

Solución estándar de bismuto.- Transferir 0.25 gr. de bismuto a un vaso de precipitados de 150 ml. y agregar 20 ml. de ácido nítrico (1:3), calentar a fuego lento para disolver y dejar expeler humos café, enfriar y diluir a un litro con ácido nítrico(1:9)

en un matraz volumétrico.

(1 ml. = 0.25 mgr. Bi).

Procedimiento:

a).- Preparación de la curva de calibración.

Una serie de estadares son preparados para cubrir el rango de concentración de 0.5 a 2.5 mgr. Bi/100 ml. ó 0.1 a 0.5% de bismuto.

Por medio de pipetas transferir 4, 8, 12, 16 y 20 ml. de la solución estándar de bismuto a vasos de precipitados de 250 ml. y evaporar cuidadosamente hasta sequedad, pero no dejar que se quemé. Esto representa en la dilución final 0.50, 1.0, 1.5, 2.0, y 2.5 mgr. Bi/100 ml. respectivamente. A cada vaso se agrega un gramo de aluminio bajo en bismuto, seguido de 30 ml. de ácido clorhídrico (1:2) y cubrir cuando la reacción se efectúe; adicionar 20 ml. de ácido nítrico (1:4) y hervir hasta que se produzcan humos café, enfriar y transferir a matraces volumétricos de 100 ml., diluyendo hasta el aforo con agua destilada, mezclar, filtrar en caso de no estar claras las soluciones; transferir 50 ml de los filtrados claros a matraces volumétricos de 100 ml., a cada matraz agregar 10 ml. de ácido bórico y 20 ml. de la solución de tiourea, diluir al aforo con agua destilada y mezclar; llevar también el blanco ó referencia a través de cada paso del procedimiento.

Transferir 5 ml. de las soluciones coloreadas a tubos de muestra ó cubetas de un espectrofotómetro, seleccionando una longitud de onda de 385 nanómetros, calibrar el instrumento a 100% de transmitancia con el blanco ó referencia y después hacer las lecturas del por ciento de transmitancia de cada solución. Usando papel Semilogarítmico graficar mgr Bi/100 ml. y/o por ciento de concentración de bismuto sobre la coordenada lineal contra las lecturas de por ciento de transmitancia sobre la coordenada logarítmica.

b).- Preparación de las muestras.

Tomar 1.0 gr. de la aleación y colocarla en un vaso de precipitados de 250 ml., cubierto, agregando 30 ml. de ácido clorhídrico (1:2), cuando la reacción se efectúa adicionar 20 ml. de ácido nítrico (1:4) y hervir hasta que se produzcan humos café; enfriar y transferir a un matraz volumétrico de 100 ml. diluyendo hasta el aforo con agua destilada, mezclar filtrar en caso de ser necesario (turbia la solución), y entonces transferir 50 ml. a un matraz volumétrico de 100 ml., agregando 10 ml. de ácido bórico y 20 ml. de solución de tiourea, diluir hasta el aforo con agua destilada y mezclar.

Tomar 5 ml. de la solución problema y colocarla en un tubo de muestra ó cubeta de un espectrofotómetro, seleccionando una longitud de onda de 385 nanómetros; calibrar el instrumento a 100% de transmitancia con el blanco ó referencia y después hacer la lectura del porciento de transmitancia de la muestra, llevar dicha lectura a la gráfica de calibración y determinar la concentración de bismuto.

Observaciones:

- 1.- Cada porciento de cobre en las aleaciones, baja el valor de bismuto en 0.001%.
- 2.- El color del bismuto-tiourea varía con el aumento de ácido clorhídrico presente, por lo tanto, es importante que éste reactivo sea usado en las cantidades exactas. - - También es importante que la ebullición no sea indebidamente prolongada.

DETERMINACION DE TITANIO EN ALUMINIO
(método del peróxido de hidrógeno)

Principio:

El titanio forma un complejo soluble, de color amarillo, con el peróxido de hidrógeno en una solución ácida.

Rango:

El rango de concentración recomendada es de 0.15 a 3 mgr. de titanio en 100 ml. de solución.

Reactivos:

Solución estándar de titanio.- Recristalizar dos veces fluoruro de titanio y potasio monohidratado con agua caliente en una capsula de platino secar a temperatura ambiente y guardar en un frasco de vidrio cerrado. Disolver 2.7 gr de la sal en 100 ml. de ácido sulfúrico (1:1) en una capsula de platino grande y evaporar hasta obtener humos blancos, repetir la operación para asegurar la eliminación completa de fluor, enfriar y agregar de 300 a 500 ml. de agua destilada, agitar y transferir a un matraz volumétrico de un litro, enjuagar la capsula de platino con ácido sulfúrico (1:9) y diluir la solución a un litro con agua destilada.

Solución de hidróxido de sodio.- Disolver 200 gr. de hidróxido de sodio en agua destilada y diluir en un matraz volumétrico a un litro.

Mezcla de ácidos.- Adicionar 50 ml. de ácido nítrico a 600 ml. de agua, entonces agregar 350 ml. de ácido sulfúrico lentamente mientras se agita enfriar.

Peróxido de hidrógeno (30%).

Procedimiento:

a).- Preparación de la curva de calibración.

Soluciones de calibración.- Transferir 1, 2, 5, 10, 15, y 20 ml. de la solución de titanio (1 ml. = 0.15 mgr Ti), a 6 matraces volumétricos de 100 ml.; diluir aproximadamente a 80 ml. con ácido sulfúrico (1:9), agregar dos gotas de peróxido de hidrógeno, diluir hasta el aforo con ácido sulfúrico (1:9) y mezclar.

Para preparar la solución blanca ó referencia transferir aproximadamente 80 ml. de ácido sulfúrico (1:9) a un matraz volumétrico de 100 ml. y agregar dos gotas de peróxido de hidrógeno, diluyendo hasta el aforo con ácido sulfúrico y mezclar.

Transferir 5 ml. de la solución blanca ó de referencia a un tubo de muestra ó cubeta (2 cm. de paso de luz), de un espectrofotómetro seleccionando una longitud de onda de 410 nanómetros y calibrar el instrumento a 100% de transmitancia y entonces hacer la lectura de las soluciones estándar. Usando papel semilogarítmico graficar por ciento de transmitancia colocandolo en la escala logarítmica contra mgr Ti/100 ml. que se colocan en la escala lineal.

b).- Preparación de la muestra.

Transferir un gramo de la muestra a un vaso de precipitados

de 400 ml., cubrirlo y adicionar en pequeños incrementos 30 ml. de hidróxido de sodio en solución. Una vez que se ha efectuado la reacción lavar la tapa y las paredes del vaso, hervir para completar la reacción y enfriar, agregando 50 ml. de la mezcla de ácidos, hervir para disolver las sales hasta que se desprendan humos café, dejar enfriar. Transferir a un matraz volumétrico de 100 ml., diluir hasta el aforo, mezclar, y filtrar, desechando los primeros 5 ml. del filtrado. (guardar 25 ml. de esta solución para usarla como blanco ó referencia), agregar dos gotas de peróxido de hidrógeno y mezclar.

Tomar 5 ml. de la solución y llevarlos a un tubo de muestra ó cubeta (2 cm. de paso de luz) de un espectrofotómetro, seleccionando una longitud de onda de 410 nanómetros, calibrando el aparato a 100% de transmitancia con la solución blanca ó de referencia, entonces hacer la lectura de la solución problema, llevando dicha lectura a la curva de calibración para obtener la cantidad de titanio en la muestra.

Observación:

Los elementos que ordinariamente están presentes en las aleaciones de aluminio no interfieren. Vanadio y molibdeno es tán ausentes.

DETERMINACION DE BORO EN ALUMINIO

(método del ácido carmínico)

Principio:

Este método cubre la determinación de boro en aleaciones de aluminio en el rango de 0.005 a 0.063%.

El boro en la forma de ácido bórico reacciona con el carmín en una solución de ácido sulfúrico concentrado, para producir un color violeta.

Rango:

El rango de concentración recomendada es de 0.002 a 0.025 mgr. de boro por 22 ml. de solución.

Reactivos:

Solución estándar de boro.- Disolver 0.2857 gr. de ácido bórico en agua tibia (no más de 40°C) transferir a un matraz volumétrico de 1000 ml., diluir hasta el aforo y mezclar.
(1 ml. = 0.05 mgr. B).

Agua de bromo saturada.

Solución carmín.- Transferir 0.092 gr. a un matraz volumétrico seco de 250 ml., adicionar 100 ml. de ácido sulfúrico concentrado, tapar y agitar hasta que el carmín esté completamente disuelto. Esta solución debe prepararse diario ó cada vez que se vaya a usar.

Carbonato de sodio anhidro.

Procedimiento:

a).- Preparación de la curva de calibración.

Soluciones de calibración.- A una serie de matraces volumétricos de 50 ml. agregar respectivamente: 1, 2, 4, 6, 8, 10 y 12 ml. de la solución de boro, adicionar 10 ml. de ácido sulfúrico (1:1), diluir a 40 ml., mezclar y enfriar a temperatura ambiente, diluir hasta el aforo y mezclar.

Aunque el efecto del aluminio sobre la absorbancia es despreciable, por la alta precisión es recomendable tomar en cuenta lo siguiente:

Preparar una solución del metal aluminio de alta pureza, di solviendo 10 gr. del metal en 200 ml. de ácido clorhídrico (1:1), calentando y usando pequeñas porciones de peróxido de hidrógeno al 30% para apresurar la disolución, hervir pa ra eliminar el exceso de peróxido de hidrógeno, enfriar y transferir a un matraz volumétrico de 250 ml., diluyendo hasta el aforo con agua destilada. Usar una alicuota de 25 ml. en cada calibración y en la solución de referencia.

Solución de referencia.- Transferir 10 ml. de ácido sulfúrico (1:1) a un matraz volumétrico de 50 ml., diluir hasta 40 ml., mezclar, enfriar a temperatura ambiente y diluir hasta el aforo.

Para desarrollar el color transferir alicuotas de 2 ml. de la solución de referencia y las soluciones de calibración a matraces erlenmeyer secos de 50 ml., adicionando 10 ml. de ácido sulfúrico, mezclar y enfriar a temperatura ambiente, adicionar 10 ml. de solución carmín, tapar, mezclar y colocarlo en algún lugar donde no le de luz, durante 45 minutos.

Transferir 5 ml. de la solución de referencia a un tubo de muestra ó cubeta (2cm de paso de luz), de un espectrofotómetro y calibrar el instrumento a 100% de transmitancia, seleccionando una longitud de onda de 585 nanómetros, después hacer la lectura de las soluciones de calibración; Usando papel semilogarítmico graficar porcentaje de transmitancia contra mgr. de boro ó porcentaje de concentración.

b).- Preparación de la muestra.

Colocar 1 gr. de muestra en un matraz erlenmeyer de 250 ml. agregar 15 ml. de agua de bromo y 10 ml. de ácido clorhídrico, si se produce efervescencia enfriar hasta que se modere la reacción; si la reacción es muy lenta calentar ligeramente la solución; cuando se ha disuelto todo el metal se calienta a ebullición para eliminar el bromo.

Filtrar la solución a través de un papel de cenizas bajas - en un matraz volumétrico de 50 ml., lavar el papel y el matraz 3 ó 4 veces con agua caliente, teniendo cuidado de que el volumen del filtrado no sea mayor de 40 ml.

Proteger algún residuo con 0.25 gr. de carbonato de sodio anhidro y transferir a un crisol de platino, secar el papel y carbonizar a fuego lento, gradualmente aumentar la temperatura hasta que el papel esté completamente oxidado y el metal fundido. Fundir hasta que el metal esté claro (cerca de 10 minutos). Enfriar a temperatura ambiente, disolver el metal con 5 ml. de agua caliente y agregar ácido sulfúrico (1:) gota a gota, hasta que la efervescencia cese. Transferir esta solución al filtrado principal en el matraz volumétrico de 50 ml., enfriar y diluir hasta el aforo.

Para la solución de referencia ó blanco hacer el mismo procedimiento anterior pero sin colocar el gramo de muestra.

Para desarrollar el color transferir una alícuota de 2 ml. de la solución a un matraz erlenmeyer seco de 50 ml., agregando 10 ml. de ácido sulfúrico (1:1), mezclar y enfriar a temperatura ambiente, agregar 10 ml. de la solución de carmín, tapar, mezclar y colocarlo en un lugar en donde no le de la luz durante 45 minutos.

Tomar 5 ml. de la solución problema y colocarlos en un tubo de muestra ó cubeta (2 cm de paso de luz) de un espectrofotómetro, calibrando a 100% de transmitancia con la solución

blanca ó de referencia, seleccionando una longitud de onda - de 585 nanómetros, entonces se hace la lectura del porcentaje de transmitancia de la muestra y se lleva dicha lectura a la curva de calibración y se obtiene la concentración ó porciento de boro en la muestra.

Observaciones:

El color se desarrolla lentamente, se completa la reacción hasta después de 45 minutos y de ahí en adelante la velocidad de incremento de absorción es insignificante.

Fórmula para encontrar el porcentaje de la muestra analizada:

$$\text{Porcentaje} = \frac{A - B}{C} \times 10$$

A = Miligramos de metal encontrados.

B = Miligramos de metal analizado en la solución blanca ó de referencia.

C = Gramos de muestra usados.

CAPITULO IV

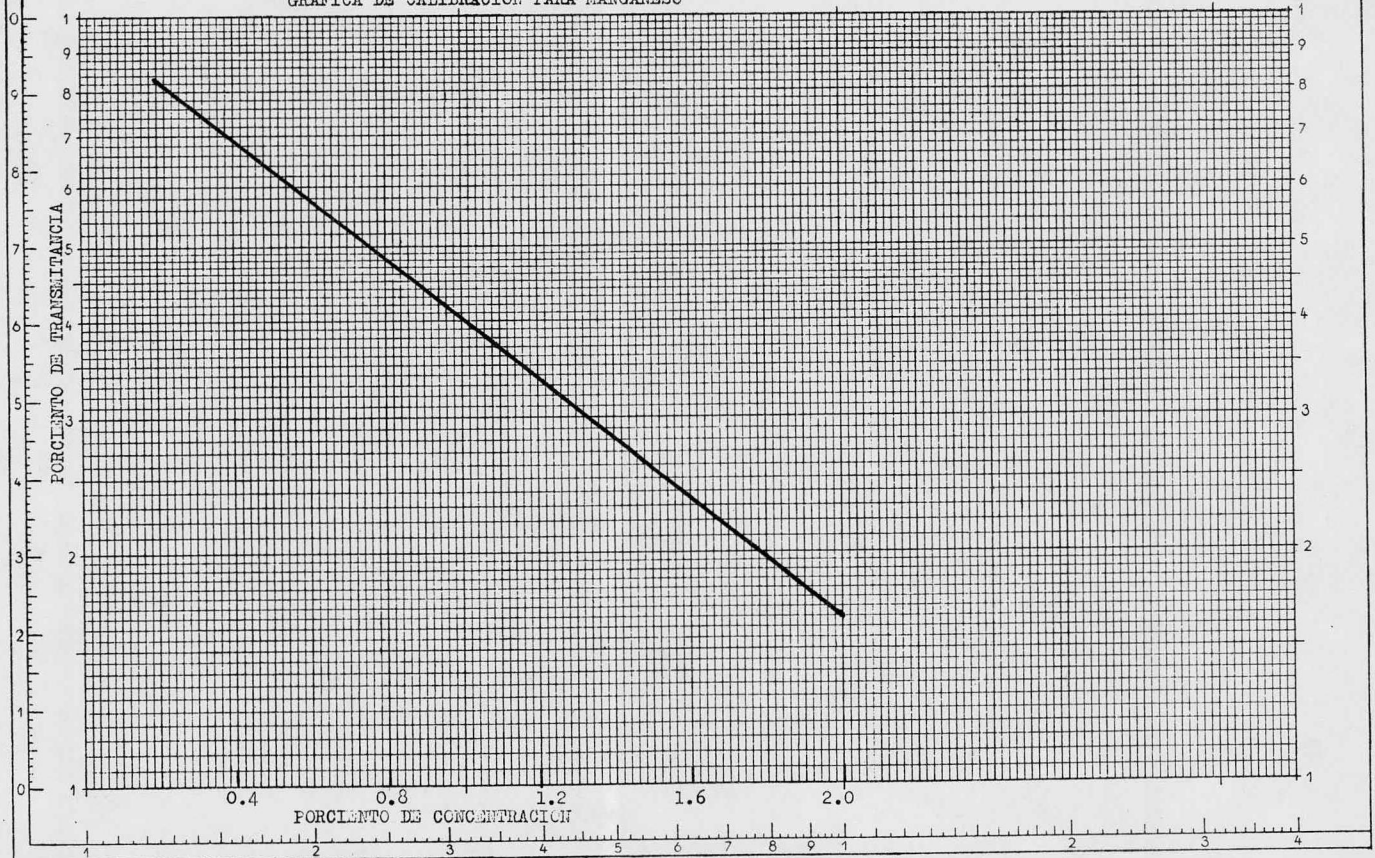
DATOS
Y
GRAFICAS
DE
CALIBRACION

Datos para construir la curva de calibración para la determinación de Manganeso en aleaciones de aluminio por el método del persulfato:

Cantidad de Mn	p.p.m.	lectura en % T
0.002 mgr Mn/ml.	2	83.1
0.005 mgr Mn/ml.	5	58.4
0.010 mgr Mn/ml.	10	38.2
0.015 mgr Mn/ml.	15	24.8
0.020 mgr Mn/ml.	20	12.9

507
DIN-A4
N° 8922
11 x 109
09/04/50

GRAFICA DE CALIBRACION PARA MANGANESO



Se efectuaron tres análisis de aleaciones de aluminio encontrándose los siguientes resultados:

- 1).- Cantidad de muestra analizada: 1.0271 gr.
Lectura en porcentaje de transmitancia: 38.5
Porcentaje de concentración obtenido en la gráfica:
1.022.
- 2).- Cantidad de muestra analizada: 0.2613 gr.
Lectura en porcentaje de transmitancia: 63.7
Porcentaje de concentración obtenido en la gráfica:
0.46.
- 3.- Cantidad de muestra analizada: 0.9865 gr.
Lectura en porcentaje de transmitancia: 42.6
Porcentaje de concentración obtenido en la gráfica:
0.92

Porcentaje de concentración de cada muestra utilizada para la curva de calibración:

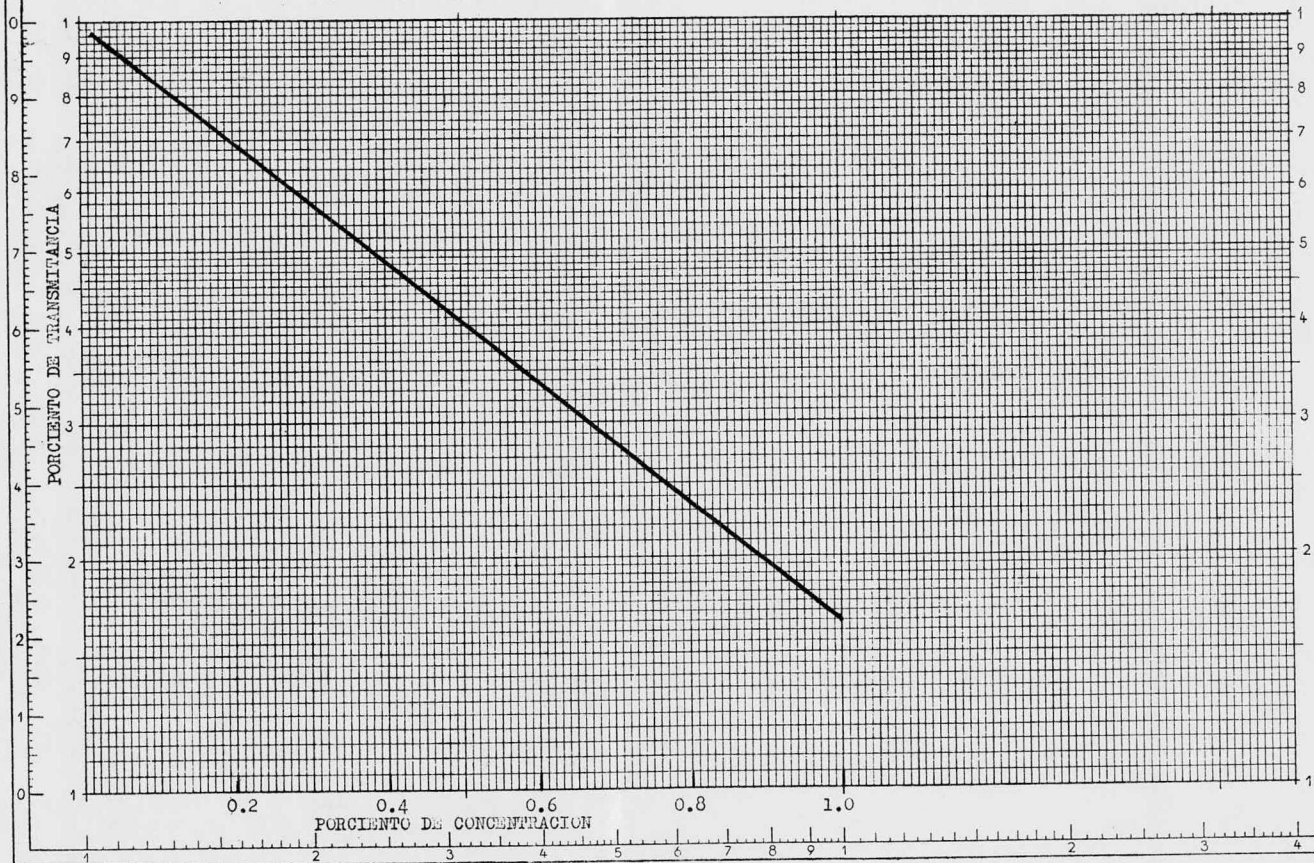
0.002 mgr Mn/ml.	0.2 %
0.005 mgr Mn/ml.	0.57 %
0.010 mgr Mn/ml.	1.15 %
0.015 mgr Mn/ml.	1.46 %
0.020 mgr Mn/ml.	2.0 %

Datos para construir la curva de calibración para la -
determinación de Cobre en aleaciones de aluminio por -
el método del dietil-ditiocarbamato:

Cantidades de Cu	Lectura en % T
0.1 %	98.5
0.2 %	96.1
0.5 %	89.6
1.0 %	80.0
2.0 %	63.8
3.0 %	51.2
4.0 %	41.5
5.0 %	32.4
6.0 %	25.8
7.0 %	20.7
8.0 %	13.0

507
DIN-44
Nº 8122
ln x 109
Modul 160

GRAFICA DE CALIBRACION PARA COBRE



Porcentaje de concentración de cada muestra utilizada para la curva de calibración:

0.1%	0.012
0.2%	0.028
0.3%	0.064
1.0%	0.125
2.0%	0.250
3.0%	0.375
4.0%	0.500
5.0%	0.625
6.0%	0.750
7.0%	0.875
8.0%	1.000

Se efectuaron tres análisis de aleaciones de aluminio encontrándose los siguientes resultados:

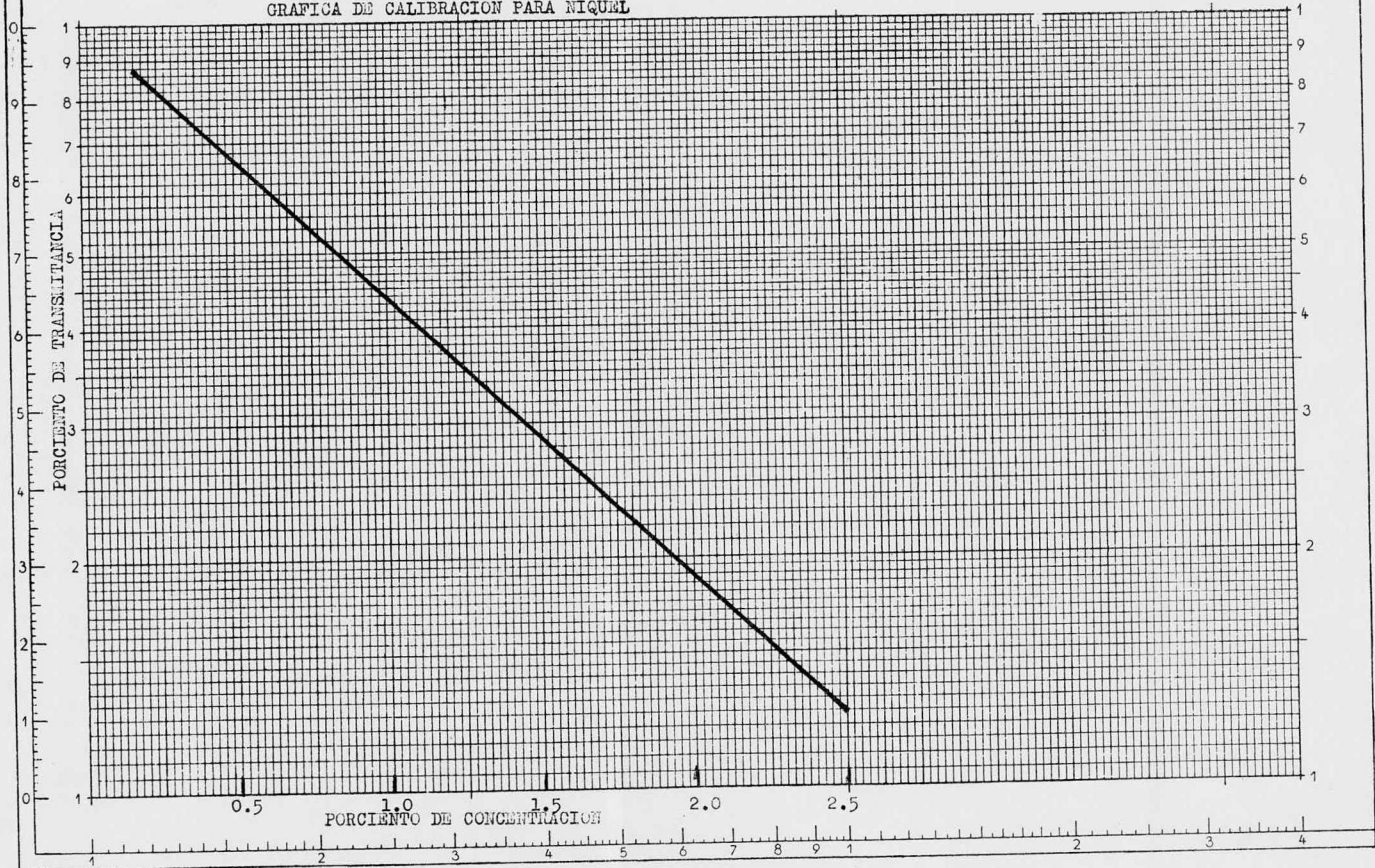
- 1).- Cantidad de muestra analizada: 0.2136 gr.
Lectura en porcentaje de transmitancia: 77.4
Porcentaje de concentración obtenido en la gráfica:
0.144.
- 2).- Cantidad de muestra analizada: 0.2019 gr.
Lectura en porcentaje de transmitancia: 75.2
Porcentaje de concentración obtenido en la gráfica:
0.161
- 3).- Cantidad de muestra analizada: 0.1123 gr.
Lectura en porcentaje de transmitancia: 29.8
Porcentaje de concentración obtenido en la gráfica:
0.662

Datos para construir la curva de calibración para la determinación de Níquel en aleaciones de aluminio por el método de la dimetilglioxima:

Cantidad de Ni	p.p.m.	Lectura en % T
0.005 mgr Ni/ml.	5	4.8
0.004 mgr Ni/ml.	4	15.85
0.003 mgr Ni/ml.	3	26.58
0.002 mgr Ni/ml.	2	41.21
0.001 mgr Ni/ml.	1	62.84
0.0002 mgr Ni/ml.	0.2	86.97

507
DIN-44
N-8122
11 x 109
Modulo 50

GRAFICA DE CALIBRACION PARA NIQUEL



Porcentaje de concentración de cada muestra utilizada para la curva de calibración:

0.005 mgr. Ni/ml.	2.5
0.004 mgr. Ni/ml.	2.08
0.003 mgr. Ni/ml.	1.55
0.002 mgr. Ni/ml.	1.06
0.001 mgr. Ni/ml.	0.53
0.0002 mgr. Ni/ml.	0.16

Se efectuaron tres análisis de aleaciones de aluminio encontrándose los siguientes resultados:

1).- Cantidad de muestra analizada: 0.1381 gr.

Lectura en porcentaje de transmitancia: 18.1

Porcentaje de concentración obtenido en la gráfica:

1.97

2).- Cantidad de muestra analizada: 0.2967 gr.

Lectura en porcentaje de transmitancia: 74.3

Porcentaje de concentración obtenido en la gráfica:

0.34

3.- Cantidad de muestra analizada: 0.1122 gr.

Lectura en porcentaje de transmitancia: 23.5

Porcentaje de concentración obtenido en la gráfica:

1.70

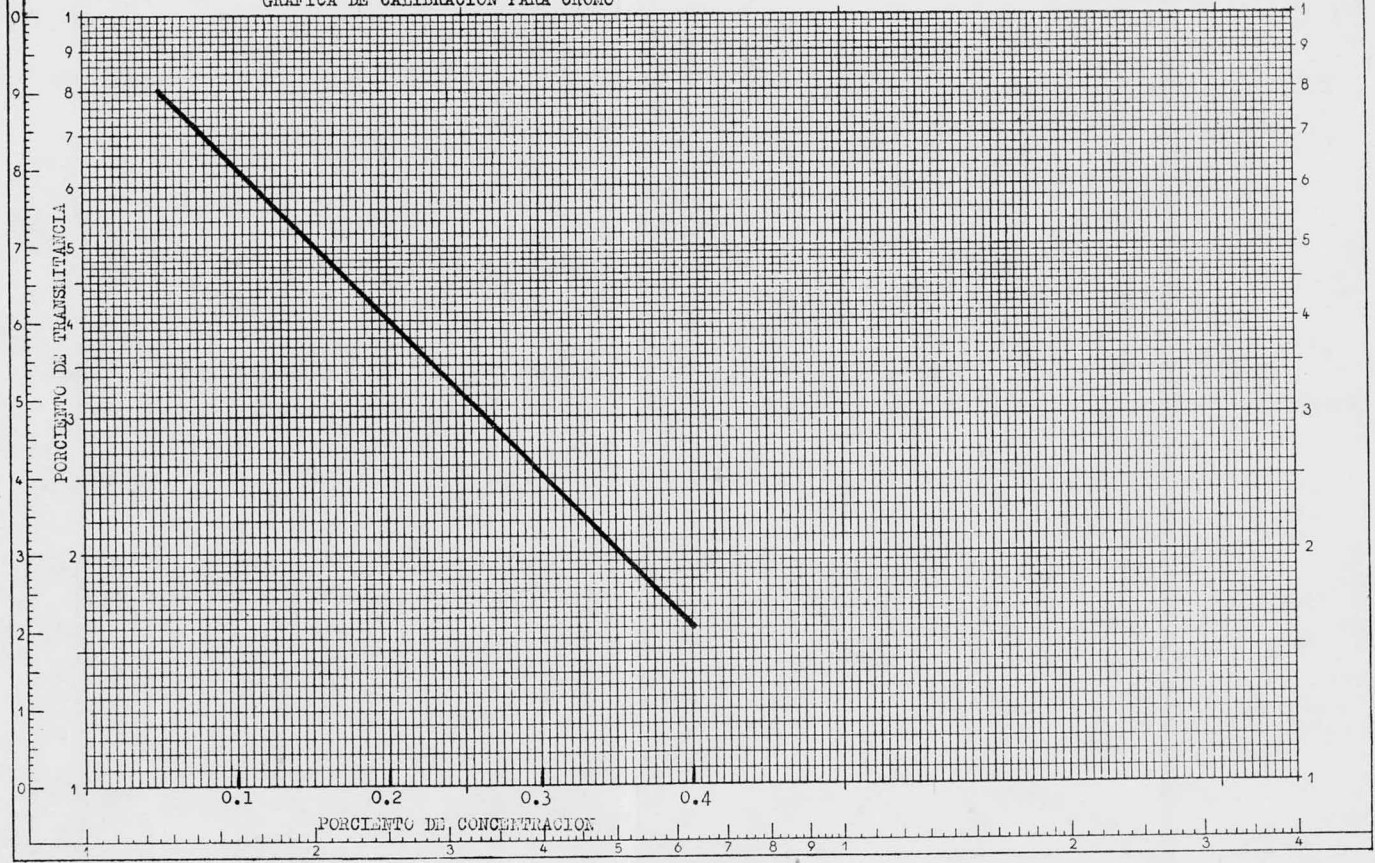
Datos para construir la curva de calibración para la determinación de Cromo en aleaciones de aluminio por el método de cromatos.

Por el hecho de que la coloración amarilla del ión cromato aumenta cuando la muestra contiene fierro y sílica, la curva de calibración se establece usando muestras de aleaciones de aluminio con contenido de Cromo conocido.

Cantidad de Cr	Lectura en % T
0.05 %	79.5
0.10 %	63.2
0.20 %	40.1
0.30 %	25.8
0.40 %	12.1

IN-4
N-8122
Jun x 109
Modu/160

GRAFICA DE CALIBRACION PARA CROMO



Se efectuaron dos análisis de aleaciones de aluminio encontrándose los siguientes resultados:

- 1).- Cantidad de muestra analizada: 0.2832 gr.
Lectura en por ciento de transmitancia: 36.6
Por ciento de concentración obtenido en la gráfica:
0.222

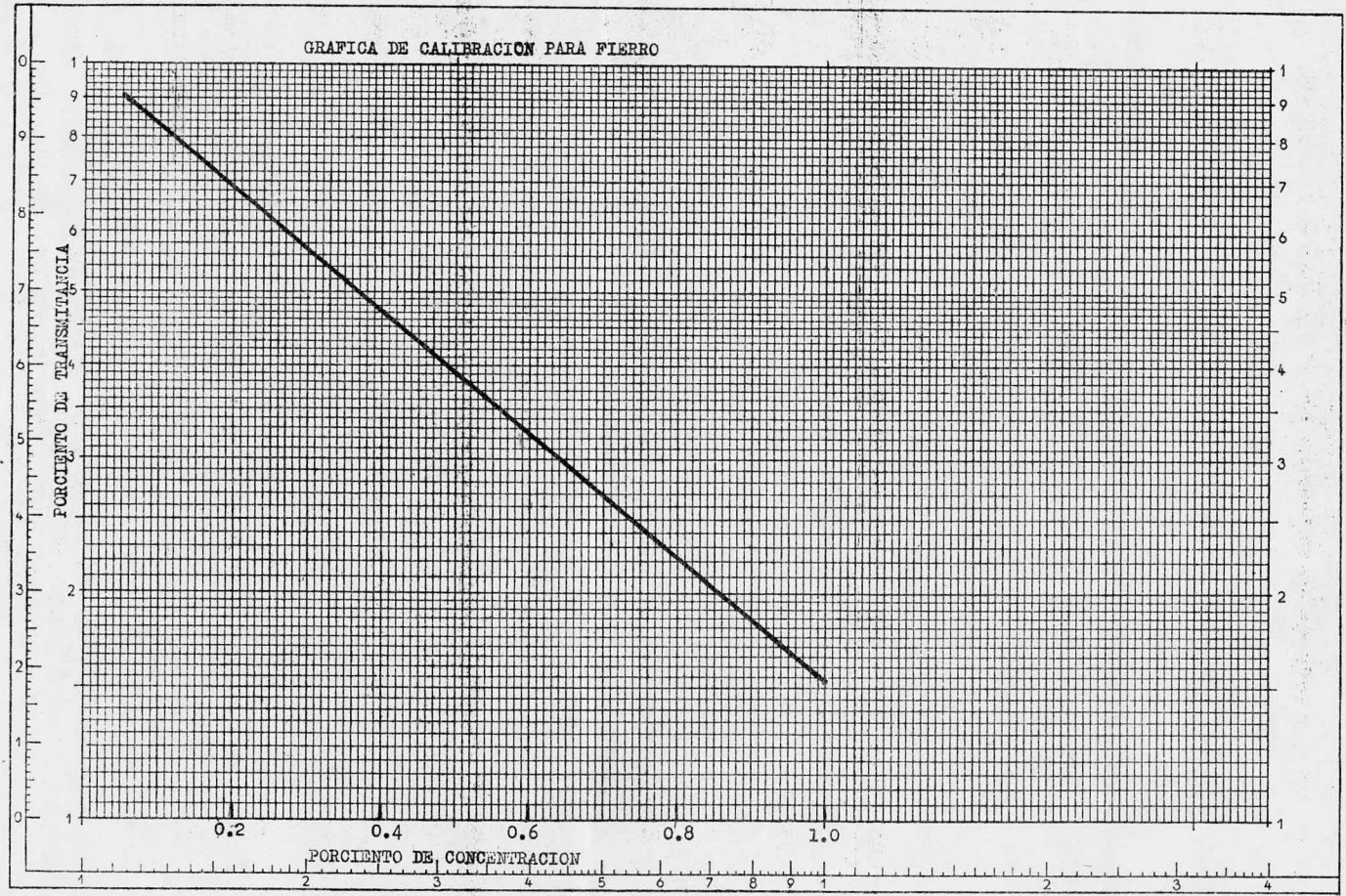
- 2).- Cantidad de muestra analizada: 0.3147 gr.
Lectura en por ciento de transmitancia: 26.4
Por ciento de concentración obtenido en la gráfica:
0.246

Datos para construir la curva de calibración para la deter
minación de fierro en aleaciones de aluminio por el método
de la ortofenantrolina:

Cantidad de Fe	p.p.m.	Lectura en % T
0.0002 mgr Fe/ml.	0.2	91.2
0.0005 mgr Fe/ml.	0.5	80.3
0.0008 mgr Fe/ml.	0.8	71.4
0.0010 mgr Fe/ml.	1.0	65.4
0.0020 mgr Fe/ml.	2.0	44.7
0.0030 mgr Fe/ml.	3.0	31.5
0.0040 mgr Fe/ml.	4.0	20.8
0.0050 mgr Fe/ml.	5.0	8.6

09/11/2014
601 x
2812
2814

GRAFICA DE CALIBRACION PARA FIERRO



Porcentaje de concentración de cada muestra utilizada para la curva de calibración:

0.0002 mgr Fe/ml.	0.050
0.0005 mgr Fe/ml.	0.113
0.0008 mgr Fe/ml.	0.172
0.0010 mgr Fe/ml.	0.218
0.0020 mgr Fe/ml.	0.410
0.0030 mgr Fe/ml.	0.596
0.0040 mgr Fe/ml.	0.810
0.0050 mgr Fe/ml.	1.050

Se efectuaron tres análisis de aleaciones de aluminio encontrándose los siguientes resultados:

- 1).- Cantidad de muestra analizada: 0.5132 gr.
Lectura en porcentaje de transmitancia: 43.7
Porcentaje de concentración obtenido en la gráfica:
0.423
- 2).- Cantidad de muestra analizada: 0.5017 gr.
Lectura en porcentaje de transmitancia: 53.4
Porcentaje de concentración obtenido en la gráfica:
0.320
- 3).- Cantidad de muestra analizada: 0.4936 gr.
Lectura en porcentaje de transmitancia: 58.2
Porcentaje de concentración obtenido en la gráfica:
0.272

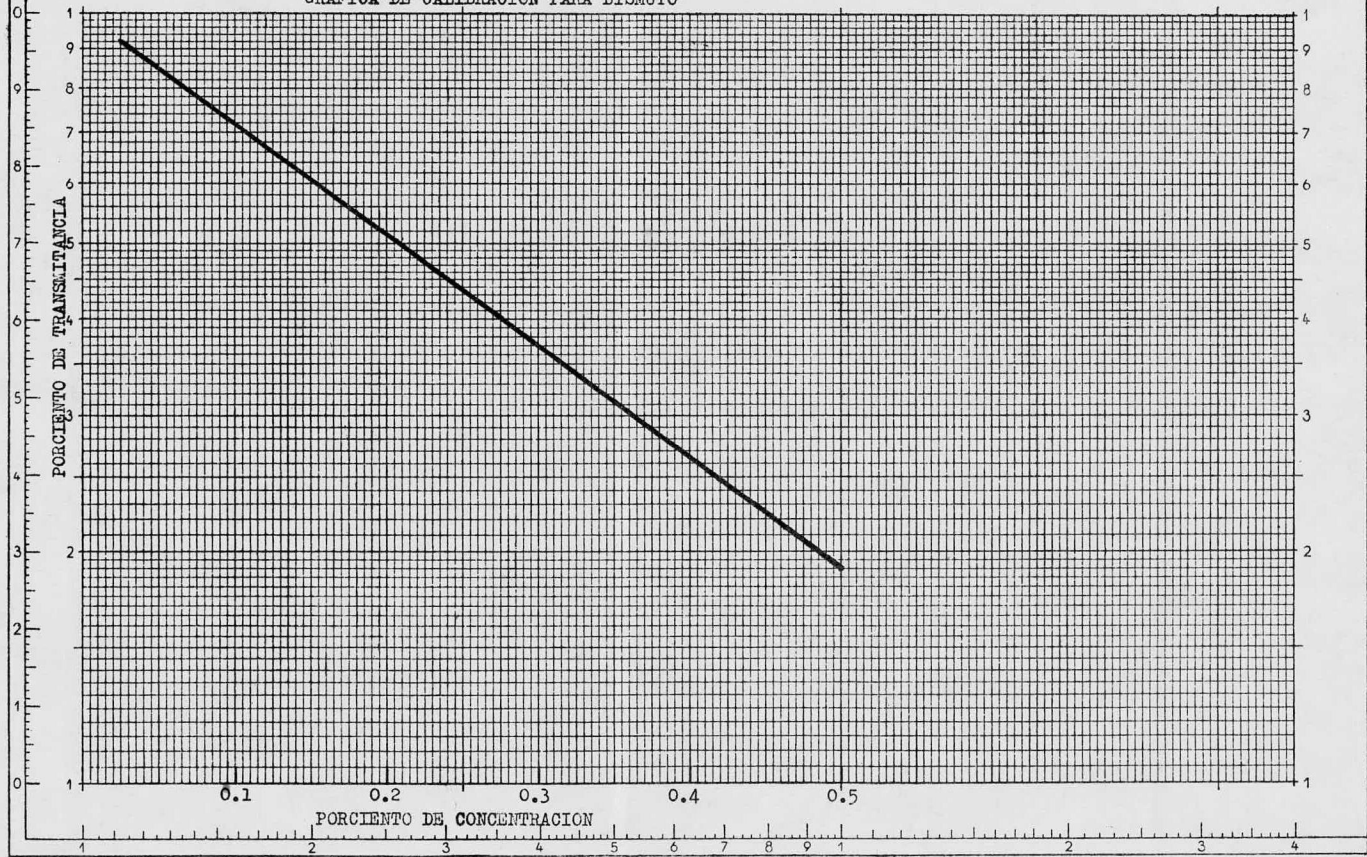
Datos para construir la curva de calibración para la determinación de Bismuto por el método de la tiourea en aleaciones de aluminio:

Cantidad de Bi	Lectura en % T
0.50 mgr Bi/100 ml.	93.1
1.00 mgr Bi/100 ml.	63.3
1.50 mgr Bi/100 ml.	42.5
2.00 mgr Bi/100 ml.	28.2
2.50 mgr Bi/100 ml.	18.1

5/29

DIN-A4
Nº-8122
1in x 109
Modu/160

GRAFICA DE CALIBRACION PARA BISMUTO



Porcentaje de concentración de cada muestra utilizada para la curva de calibración:

0.50 mgr Bi/100 ml.	0.023
1.0 mgr Bi/100 ml.	0.137
1.5 mgr Bi/100 ml.	0.256
2.0 mgr Bi/100 ml.	0.377
2.5 mgr Bi/100 ml.	0.498

Se realizaron tres análisis de aleaciones de aluminio encontrándose los siguientes resultados:

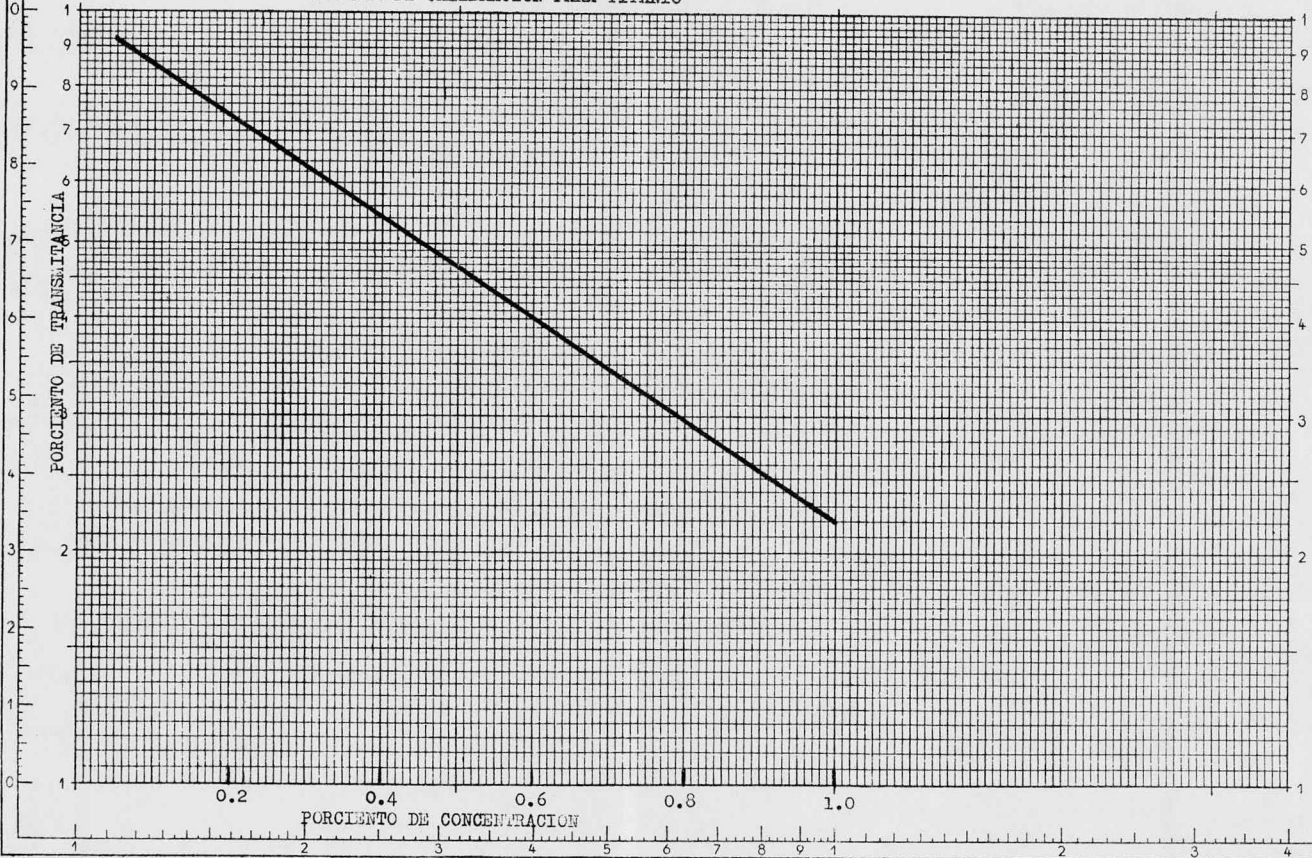
- 1).- Cantidad de muestra analizada: 1.0182 gr.
Lectura en porcentaje de transmitancia: 59.3
Porcentaje de concentración obtenido de la gráfica:
0.1580
- 2).- Cantidad de muestra analizada: 0.9761 gr.
Lectura en porcentaje de transmitancia: 61.4
Porcentaje de concentración obtenido en la gráfica:
0.147
- 3).- Cantidad de muestra analizada: 1.1604 gr.
Lectura en porcentaje de transmitancia: 56.7
Porcentaje de concentración obtenido de la gráfica:
0.170

Datos para construir la curva de calibración para la de—
terminación de Titanio por el método del peróxido de hidró—
geno en aleaciones de aluminio.

Cantidad de Ti	Lectura en % T
0.15 mgr Ti/ml.	93.3
0.30 mgr Ti/ml.	86.1
0.75 mgr Ti/ml.	68.5
1.50 mgr Ti/ml.	45.8
2.25 mgr Ti/ml.	32.2
3.00 mgr Ti/ml.	22.1

509
DIN-A4
NA-8122
1/11 x 109
7/100/1/50

GRAFICA DE CALIBRACION PARA TITANIO



Porcentaje de concentración de cada muestra utilizada para la curva de calibración:

0.15 mgr Ti/ml.	0.05
0.30 mgr Ti/ml.	0.10
0.75 mgr Ti/ml.	0.25
1.50 mgr Ti/ml.	0.50
2.25 mgr Ti/ml.	0.75
3.00 mgr Ti/ml.	1.00

Se realizaron tres análisis de aleaciones de aluminio encontrándose los siguientes resultados:

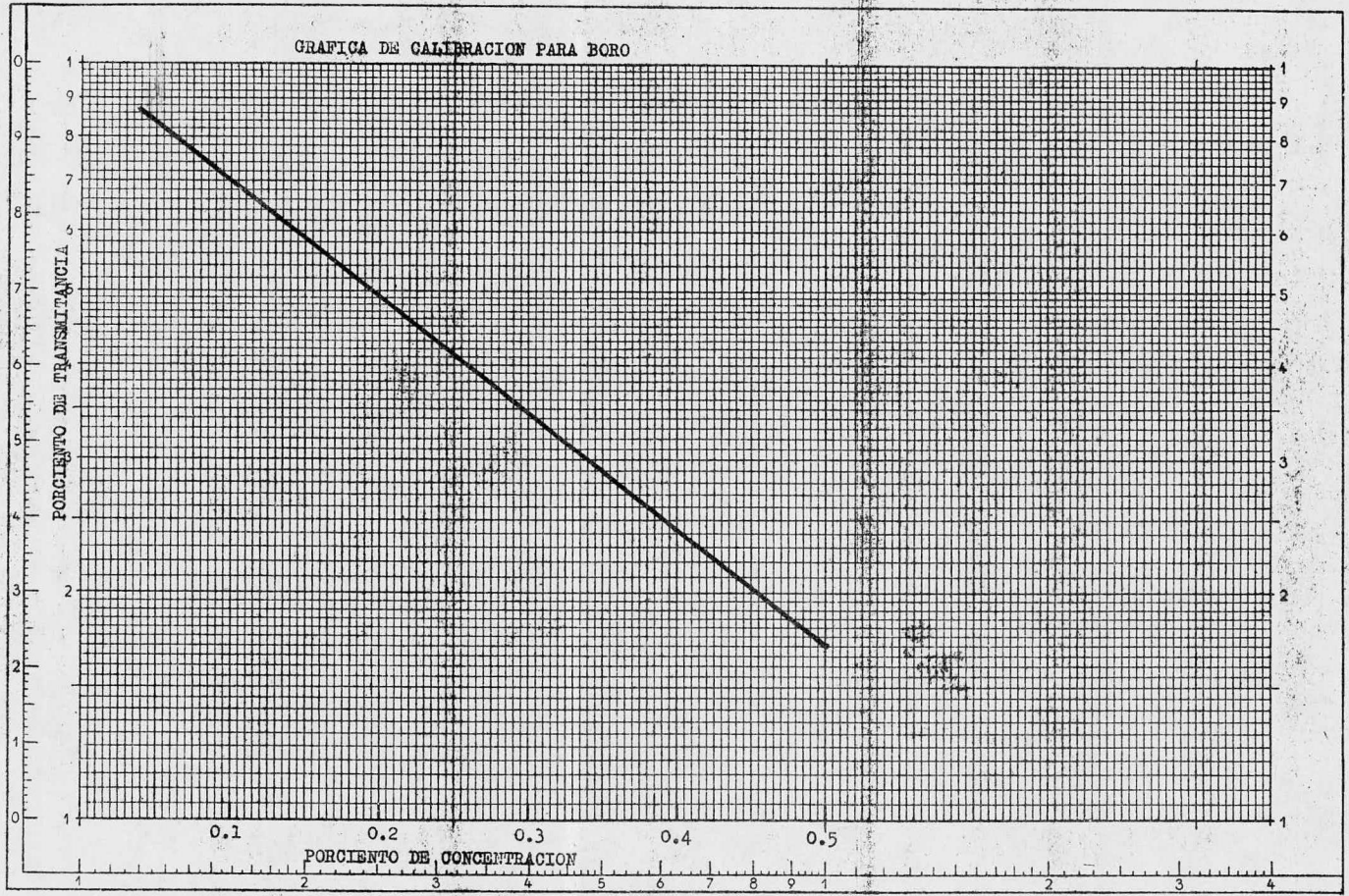
- 1).- Cantidad de muestra analizada: 0.9971
Lectura en porcentaje de transmitancia: 72.1
Porcentaje de concentración obtenido en la gráfica:
0.219
- 2).- Cantidad de muestra analizada: 1.0032 gr.
Lectura en porcentaje de transmitancia: 48.7
Porcentaje de concentración obtenido de la gráfica:
0.472
- 3).- Cantidad de muestra analizada: 1.0218 gr.
Lectura en porcentaje de transmitancia: 56.3
Porcentaje de concentración obtenido en la gráfica:
0.375

Datos para construir la curva de calibración para la determinación de Boro por el método del ácido carminico en aleaciones de aluminio:

Cantidad de B	Lectura en % T
0.05 mgr B/ml.	86.7
0.10 mgr B/ml.	75.8
0.20 mgr B/ml.	52.6
0.30 mgr B/ml.	41.4
0.40 mgr B/ml.	29.3
0.50 mgr B/ml.	23.5
0.60 mgr B/ml.	14.6

500
09/10/1938
Modulo 160
Nº 8422
DIN-44

GRAFICA DE CALIBRACION PARA BORO



Porcentaje de concentración de cada muestra utilizada para la curva de calibración:

0.05 mgr B/ml.	0.041
0.10 mgr B/ml.	0.083
0.20 mgr B/ml.	0.180
0.30 mgr B/ml.	0.250
0.40 mgr B/ml.	0.343
0.50 mgr B/ml.	0.412
0.60 mgr B/ml.	0.504

Se realizaron tres análisis de aleaciones de aluminio encontrándose los siguientes resultados:

- 1).- Cantidad de muestra analizada: 0.9832 gr.
Lectura en porcentaje de transmitancia: 65.3
Porcentaje de concentración obtenido en la gráfica:
0.123
- 2).- Cantidad de muestra analizada: 0.9961 gr.
Lectura en porcentaje de transmitancia: 38.8
Porcentaje de concentración obtenido en la gráfica:
0.266
- 3).- Cantidad de muestra analizada: 1.0291 gr.
Lectura en porcentaje de transmitancia: 26.1
Porcentaje de concentración obtenido en la gráfica:
0.381

C A P I T U L O V

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

Tomando en cuenta lo que se expone en esta tesis se concluye lo siguiente:

- 1).- En las aleaciones de aluminio es de vital importancia conocer el contenido exacto de los metales que están en combinación con dicho aluminio para así saber como varían las propiedades tanto físicas como químicas y poder darle mejor aplicación industrial.
- 2).- Con la aplicación de estos métodos de análisis espectrofotométricos, se logra ahorro de trabajo y se obtienen resultados más precisos.
- 3).- Se recomienda que para cada serie de análisis que se efectúe, se construyan las curvas de calibración, pues siempre habrá una ligera variación entre una y otra.
- 4).- En los métodos aquí descritos debe seguirse la secuencia de dichos métodos para poder obtener mejores resultados.
- 5).- Deberá tenerse siempre el espectrofotómetro en buen estado para que se eliminen la mayor cantidad de errores y así tener resultados de calidad aceptable.

CAPITULO VI

BIBLIOGRAFIA

- 1).- Principles of Spectrophotometry
J.M. White and R.F. Witter
U.S. Dept. of Health, Education and Welfare.
- 2).- Sandell E. B.
Colorimetric Metal Analysis
2nd. edition.
- 3).- HandBook of aluminium alloys
Third edition.
- 4).- Ingeniería Metalurgica
Raymond A. Higgins.
- 5).- Química general
Tomo II: Química mineral
Tercera edición.
Dr. Enrique Calvet.
- 6).- Metallurgical Practice
Carle R. Hayward.
- 7).- Technical Methodos of ore analysis
for chemists and colleges
Arthur J. Weinning.
- 8).- Metallurgy of aluminium alloys
Dr. Sc., Ir. C., Ir. E. Marc Van Lancker.
- 9).- Instrumental Methodos of Analysis
Hobart H. Willard
Lynne L. Merritt Jr.
Jhn A Dean
Cuarta edición.

- 10).- Instrumental Methods of Chemical analysis
Galen W. Ewing
1954.
- 11).- Colorimetric Analysis
Volume One
Noel L. Allport
J. W. Keyser.
- 12).- An Introduction to Spectrophotometry
Bulletin # 295-B
Beckman.
- 13).- Elementary Principles of Laboratory Instruments
Leslie Leé
Mosby 1970
- 14).- Evaluation of Accuracy in Photometric Analysis
G.H. Ayres Analytical Chemistry
21 June 1949.



TESIS



Tesis por computadora

Medicina 25 Local 2
Tel. 550-87-98

Frente a la Facultad de Medicina
Ciudad Universitaria