

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
FACULTAD DE QUIMICA

**ANALISIS DE CALIZAS Y DOLOMITAS POR
FLAMOFOTOMETRIA**

T E S I S
Q U E P A R A O B T E N E R
E L T I T U L O D E :
Q U I M I C O
P R E S E N T A
E M M A G A R R I D O P E Ñ A



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



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.



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

**ANALISIS DE CALIZAS Y DOLOMITAS POR
FLAMOFOTOMETRIA**

TESIS PROFESIONAL

EMMA GARRIDO PEÑA

	PRESIDENTE	<u>MANUEL DONDE GOROZPE</u>
	V O C A L	<u>GUILLERMO HERNANDEZ ANGELES</u>
JURADO ASIGNADO	SECRETARIO	<u>ALBERTO OBREGON PEREZ</u>
ORIGINALMENTE	1ER. SUPLENTE	<u>ALBERTO CERVANTES ALVAREZ</u>
SEGUN EL TEMA	2DO. SUPLENTE	<u>JORGE MENCARINI PENICHE</u>

SITIO DONDE SE DESARROLLO EL TEMA: INSTITUTO DE GEOLOGIA

NOMBRE COMPLETO Y FIRMA DEL SUSTENTANTE EMMA GARRIDO PEÑA

NOMBRE COMPLETO Y FIRMA DEL ASESOR DEL TEMA ALBERTO OBREGON PEREZ

NOMBRE COMPLETO Y FIRMA DEL SUPERVISOR TECNICO MANUEL DONDE GOROPE

A MIS PADRES con cariño,
quienes con su ejemplo y sacrificio,
contribuyeron a lograr una meta
en mi vida.

A MIS HERMANOS, con el deseo de
que culminen favorablemente sus
ilusiones, anteponiendo a éstas
el espíritu combativo que carac-
teriza a los triunfadores.

Con profundo agradecimiento a
mis tíos, por haberme enseñado
a pensar con verticalidad, por
alentarme y formarme en los mo-
mentos más difíciles de mi vida.

A mis queridos Maestros
que con sus doctas enseñanzas
guiaron a la alumna y formaron
a la profesionista.

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

EN LA INDUSTRIA HAY UNA GRAN DEMANDA DE CALIZAS Y DOLOMITAS COMO MATERIA PRIMA PARA PRODUCCIONES TAN IMPORTANTES COMO CEMENTO, VIDRIO, REFRACTARIOS, CERÁMICA, ETC., POR LO QUE SU CONTROL RÁPIDO Y ECONÓMICO ES INDISPENSABLE TANTO POR PARTE DE LOS PRODUCTORES COMO DE LOS INDUSTRIALES.

EL MÉTODO PRESENTADO PUEDE INCLUSO USARSE EN LOS LABORATORIOS DE CONTROL EN LAS INDUSTRIAS.

EL INSTITUTO DE GEOLOGÍA CUENTA CON NUMEROSOS APARATOS PARA LOS DIFERENTES TIPOS DE ANÁLISIS, ENTRE ELLOS EN FLAMOFOTÓMETRO MUY SENCILLO. CON ESTE APARATO SE LLEVÓ A CABO UNA INVESTIGACIÓN CON EL FIN DE LOGRAR SU MÁXIMA UTILIDAD, EN TAL FORMA QUE SE PUDIERA APLICAR AL ANÁLISIS DE CALIZAS Y DOLOMITAS CON UN MÍNIMO DE MANIPULACIONES.

SE HICIERON VARIOS TIPOS DE GRÁFICAS, LAS CUALES DEMOSTRARON QUE LOS ELEMENTOS USUALMENTE PRESENTES EN LAS CALIZAS NO INTERFERÍAN EN LA DETERMINACIÓN DE CALCIO.

LOS MÉTODOS GRAVIMÉTRICOS QUE SE EMPLEARON EN LA DETERMINACIÓN DE CALCIO SON POR LO GENERAL SUMAMENTE ELABORADOS Y LENTOS DADO QUE ES PRECISO HACER LA SEPARACIÓN DE UN GRAN NÚMERO DE ELEMENTOS.

LOS MÉTODOS VOLUMÉTRICOS AUNQUE MUCHO MÁS RÁPIDOS EXIGEN EL CONSUMO DE CANTIDADES APRECIABLES DE REACTIVOS Y UNA MANIPULACIÓN CUIDADOSA.

EN ESTA TESIS SE TRATARÁ DE APROVECHAR LA EXCITACIÓN ELECTRÓNICA DEL CALCIO A BAJAS TEMPERATURAS PARA CUANTEARLO POR MEDIO DEL FLAMOFOTÓMETRO MENCIONADO.

"GENERALIDADES DE CALIZAS Y DOLOMITAS"

COMPOSICIÓN DE LAS ROCAS CARBONATADAS. - EL ANÁLISIS DE UN CARBONATO QUÍMICAMENTE PURO DE UN SOLO METAL ES SENCILLO. LOS CARBONATOS NATURALES PUEEN PRESENTAR ESTAS CONDICIONES DE PUREZA EXCEPTO CUANDO SE PRESENTAN COMO ESPECIES MINERALES BIEN CRISTALIZADAS. LO USUAL, SIN EMBARGO ES TENER CRISTALES CON CIERTA CANTIDAD DE IMPUREZAS QUE REQUIEREN SU SEPARACIÓN. EL CASO MÁS FRECUENTE EN LOS CARBONATOS NATURALES ES ENCONTRAR MEZCLAS ISOMORFAS QUE VAN DESDE CARBONATO DE CALCIO PURO O CALCITA HASTA EL CARBONATO DE MAGNESIO PURO O MAGNESITA TENIENDO COMO PUNTO CENTRAL DE LA SERIE EL CARBONATO DOBLE DE CALCIO Y MAGNESIO LLAMADO DOLOMITA.

SE TIENE QUE PROGRAMAR UN PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS SUFICIENTEMENTE ELÁSTICO PARA ABARCAR ESTAS TRES ESPECIES YA QUE SON ISOMORFAS, NO ES FÁCIL DISTINGUIRLAS USUALMENTE.

EL ANÁLISIS SE SIMPLIFICA ADEMÁS POR LA OCURRENCIA EN CANTIDADES GENERALMENTE REDUCIDAS, DE AQUELLOS ELEMENTOS QUE COMPLICAN LAS ROCAS DE SILICATOS. SOLAMENTE CUANDO LA ROCA CARBONATADA ES MUY PURA, ESTÁ EXENTA DE ALUMINIO, SILICIO Y METALES ALCALINOS, Y ELEMENTOS MENORES COMO EL ZIRCONIO, BARIO Y ESTRONCIO ÚNICAMENTE EXISTEN COMO HUELLAS.

POSTERIORMENTE SE DESCRIBIRÁN LOS CARBONATOS DENOMINADOS CALIZAS, MAGNESITAS Y DOLOMITAS, POR SER ESTOS CONSTITUYENTES DE LAS ROCAS CARBONATADAS DE GRAN IMPORTANCIA ECONÓMICA EN EL PAÍS. PARA EL PROPÓSITO DE UN ANÁLISIS EXACTO, LA DEFINICIÓN DE ESTOS TÉRMINOS NO TIENE MUCHA IMPORTANCIA. INCLUSO ENTRE LOS GEÓLOGOS HAY AMBIGÜEDAD PARA LA DEFINICIÓN DE ESTAS ROCAS CARBONATADAS. SEGÚN ESTO SE LE DA EL NOMBRE DE DOLOMITA A UNA SAL DOBLE EQUIATÓMICA DE CALCIO Y MAGNESIO, $\text{Ca Mg}(\text{CO}_3)_2$.

EN EL CASO EXTREMO ESTÁN LAS CALIZAS LAS CUALES SUELEN CONTENER DE UNO A DOS POR CIENTO DE CARBONATO DE MAGNESIO Y LAS MAGNESITAS HASTA CON DIEZ POR CIENTO DE CaCO_3 .

DE ACUERDO CON H. RIES, LOS GEÓLOGOS ACORDARON LLAMARLE CALIZAS MAGNESIANAS A LAS QUE CONTENGAN DE CINCO A DIECIOCHO POR CIENTO DE CARBONATO DE MAGNESIO Y AL RESTO CALIZAS O DOLOMITAS DE ACUERDO CON

SU CONTENIDO DE CARBONATO DE MAGNESIO QUE CONTENGA ABAJO O ARRIBA DE SUS LÍMITES.

PARA ALGUNOS GEÓLOGOS, SIN EMBARGO LA DEFINICIÓN DE CALIZAS MAGNESIANAS SON AQUELLAS ROCAS CARBONATADAS QUE CONTENGAN ARRIBA DE 20% DE CARBONATO DE MAGNESIO.

F. W. PFAFF LLAMA A LAS CALIZAS CON 11 A 46% DE $MgCO_3$, DOLOMITAS.

RARA VEZ SE NECESITÓ UN ANÁLISIS DETALLADO DE LAS ROCAS CARBONATADAS. LA MAYOR PARTE DEL ANÁLISIS HA SIDO HECHO CON REFERENCIA A SU UTILIZACIÓN TÉRMICA Y CON LA DETERMINACIÓN DE SUS MÁS IMPORTANTES CONSTITUYENTES. EN TAL CASO HA SIDO UNA PRÁCTICA COMÚN EVITAR LA DETERMINACIÓN DIRECTA DEL BIÓXIDO DE CARBONO Y YA SEA, CALCULAR SU CANTIDAD SUPUESTA SOBRE LAS BASES DE LA CANTIDAD TOTAL DE CALCIO Y MAGNESIO EN CONTRADA O SUPONER LA PÉRDIDA DEBIDO A LA IGNICIÓN COMO REPRESENTANTE DEL CO_2 .

LA PORCIÓN ES SOLUBLE EN ÁCIDO CLORHÍDRICO HA SIDO FRECUENTEMENTE REPORTADO COMO SÍLICA. CUALQUIER FIERRO QUE PUEDA SER DETERMINADO SE REPORTA COMO Fe_2O_3 , EL AGUA Y LA MATERIA CARBONOSA SE DESHECHAN ENTERAMENTE, COMO TAMBIÉN TI, P Y CONSTITUYENTES MÁS RAROS, Y EL AZUFRE HA SIDO REPORTADO SIEMPRE COMO SO_3 .

"COMPOSICION MINERAL DE LAS ROCAS DE CARBONATOS".

LOS PRINCIPALES COMPONENTES DE LAS ROCAS CARBONATADAS SON EL CARBONATO DE CALCIO Y EL CARBONATO DE MAGNESIO JUNTO CON OTROS ELEMENTOS QUE GENERALMENTE SE ENCUENTRAN COMO CARBONATOS COMO SON EL FIERRO Y EL MANGANESO

UNA FUENTE FRECUENTE DE ERROR EN EL REPORTE DE ANÁLISIS ES CUANDO NO SE TOMAN EN CONSIDERACIÓN ESTOS CONSTITUYENTES MENORES DE CARBONATOS, DONDE ES MUY COMÚN ENCONTRAR REPORTADOS COMO CARBONATO SOLAMENTE EL CA Y EL MG Y TAL VEZ UNA CONSIDERABLE CANTIDAD DE FIERRO COMO Fe_2O_3 Y EL MANGANESO COMO EN UN GRADO DE OXIDACIÓN MÁS ALTO, AUNQUE ES PRÁCTICAMENTE CIERTO QUE ESTOS DEBEN HABER EXISTIDO COMO CARBONATOS FERROSOS O MANGANOSOS. UNA CUIDADOSA DETERMINACIÓN DE CO_2 PONDRÁ EN MANIFESTO A MENUDO SI ESTO ES CIERTO, PORQUE TAL VEZ SE ENCONTRÓ UN EXCESO CORRESPONDIENTE PARA LA CAL Y LA MAGNESIA. UN RESULTADO

NEGATIVO NO ES PARA TOMARSE COMO PRUEBA DE LA AUSENCIA DE FIERRO Ó -- CARBONATO DE MANGANESO O AMBOS PORQUE A MENUDO UNA PEQUEÑA PORCIÓN DE LA MAGNESIA PUEDE ESTAR EN COMBINACIÓN COMO SILICATO O EN ALGUNAS -- FORMACIONES PODRÍA HABER YESO EN UNA PEQUEÑA PORCIÓN DE CAL. ESTO ÚLTIMO NO ES NECESARIAMENTE EL CASO EN EL PROMEDIO DE UNA ROCA DURA QUE ES USADA PARA LA MANUFACTURA DEL CEMENTO, EN TALES CASOS EL AZUFRE REPORTADO COMO ANHÍDRICO SULFÚRICO ES EVIDENTEMENTE QUE VENGA EN LAS PIRITAS DE FIERRO Y TAL VEZ A UNA EXTENSIÓN LIMITADA EN TIEMPOS DE LA MATERIA CARBONOSA. DE AQUÍ EN ADELANTE ES FÁCIL VER QUE EXCEPTO EN LA AUSENCIA DE FIERRO Y MANGANESO NO ES POSIBLE ACERTAR LAS PROPORCIONES EXACTAS DE CARBONATOS DE CALCIO Y MAGNESO, Y EN ALGUNOS DE LOS CASOS EXCEPCIONALES ES POSIBLE SÓLO DESPUÉS DE ANÁLISIS SEPARADOS DE LAS PARTES SOLUBLES É INSOLUBLES HAN SIDO HECHAS EN ÁCIDOS DILUIDOS - EL SULFURO MÁS COMÚN EN LAS FORMACIONES DE CAL ES LA PIRITA, AUNQUE A MENUDO SU PRESENCIA SE OBSCUREZCA POR SU EXTREMADO ESTADO DE DIVISIÓN Ó POR LA MATERIA CARBONOSA EN LAS PIEDRAS DE CAL QUE HAN SUFRIDO Ciertos CAMBIOS ESPECIALMENTE AQUELLOS ALTERADOS POR CUERPOS IGNIOS, OTROS SULFUROS, COMO ESFARELITA Y GALENA, SON COMUNES, Y OTROS SULFUROS PUEDEN FORMAR IMPORTANTES CUERPOS DE MINERALES O DAR POR OXIDACIÓN MÁS MINERALES VALUABLES DE DIFERENTES CLASES. LOS CAMBIOS FUERTES SUFRIDOS POR LAS PIEDRAS DE CAL SILICOSAS SON RARAS VECES SUJETAS A ANÁLISIS QUÍMICOS, ESPECIALMENTE PARA PRÓPOSITOS COMERCIALES.

LOS COMPONENTES DEL SILICIO PUÉDEN SER DE CARÁCTER VARIADO. BASTA MENCIONAR LA METAMORFOSIS DE ROCAS COMO GRANATE, VESUVIANITA, -- WALLASTONITA, TREMOLITA, DICPSIDA, SCAPOLITA, TURMALINA, APATITA Y -- CUARZO EN FORMA PRINCIPAL.

LAS CALIZAS ARCILLOSAS SON SUMAMENTE COMUNES Y SUS COMPUESTOS SILICOSOS FUERON INTRODUCIDOS DURANTE SU METAMORFISMO. ESTOS COMPUESTOS SILICOSOS SON PRINCIPALMENTE ARCILLAS Y ARENAS. LAS ARCILLAS CONTIENEN COMUNMENTE AGUA POR LO QUE ES NECESARIO EN MUCHOS ANÁLISIS COMPLETOS PROCEDER A SU DETERMINACIÓN. LA ARENA PUEDE CONTENER UNA GRAN CANTIDAD DE CUARZO, O PUEDE ESTAR COMPUESTA DE MUCHOS OTROS MINERALES QUE SON COMUNMENTE ENCONTRADOS EN ELLA, COMO SON MICA, GRANATE Y ZIRCON. EL ÚLTIMO PUEDE SER DETECTADO CON FRECUENCIA, AL IGUAL QUE EL SILICIO EN ROCAS ARCILLOSAS POR DISOLUCIÓN EN CANTIDADES GRANDES DE ÁCIDO CLORHÍDRICO O ÁCIDO ACÉTICO Y SUJETANDO EL RESIDUO A UN EXAMEN MICROSCÓPICO, DESPUÉS LA MATERIA CARBONOSA SE CALCINA SI ES NECESARIO.

SI NO SE CALCINA EL RESIDUO SERÁ INÚTIL DECIR QUE CONTIENE PIRITA LA ROCA Y OTROS SULFUROS QUE NO SON ATACADOS POR ÁCIDOS DILUIDOS.

LA PRESENCIA DE TALES CONSTITUYENTES EN LA PIEDRA CALIZA ES INDICADA POR EL COLOR ROJIZO EN LA ROCA PURA O FRESCA, LA CUAL ESTÁ EXENTA DE MATERIA CARBONOSA. EL COLOR MORADO PUEDE SER DEBIDO EN ALGUNAS CANTERAS POR LA ADMISIÓN DE ÓXIDO FÉRRICO O HIDRÓXIDOS CON MATERIA CARBONOSA, MIENTRAS QUE A ESTOS ÚLTIMOS SE DEBE EL COLOR GRIS O NEGRO -- QUE SON ENCONTRADOS CON FRECUENCIA. EL COLOR GRIS DE LA CALIZA SEDI-MENTADA PUEDE SER CAUSADO POR CIERTOS MINERALES DE LAS FAMILIAS MICA - COMO SON LAS CLORITAS.

EL FÓSFORO EN LOS MINERALES SE ENCUENTRA EN MUY PEQUEÑAS CANTIDADES QUE NO ES DETERMINADO CON CERTEZA. POR LO TANTO, PUEDEN ENCONTRARSE ALGUNAS TRAZAS DE FOSFATO PESADOS COMO SON MONAZITA Y LA XENOTINA EN LOS RESIDUOS INSOLUBLES Y SE ENCUENTRAN TAMBIÉN FIERRO Y ALUMINIO COMO FOSFORITA O APATITA.

DE ACUERDO CON HILLEBRAND ENCONTRÓ QUE UNA CALIZA CONTIENE UNA CANTIDAD MUY PEQUEÑA DE VANADIO.

ALGUNOS PRODUCTOS DE MATERIALES BITUMINOSOS SON CARACTERIZADOS - POR EL OLOR FÉTIDO CUANDO SE CALCINA, ESTO TAL VEZ SE DEBE A QUE DESPRENDEN ÁCIDO SULFÚRICO O CUALQUIER RESULTADO DE LA DESCOMPOSICIÓN DE MATERIA ORGÁNICA. LA PRESENCIA DE H_2S ES ALGUNAS VECES INEQUÍVOCA Y B. J. HARRINTON DETERMINÓ ESTA CANTIDAD COMO 0.2 % EN LA FORMA INCLUSIÓN LÍQUIDA DE LA CALCITA FÉTIDA DEL CANADÁ. LAS OBSERVACIONES NO - HAN SIDO EXHAUSTIVAMENTE SUJETAS A LA DESCOMPOSICIÓN DEL MINERAL DE - ROCAS CALIZAS. ESTE TÉRMINO ES USADO EN OTRA PARTE Y EN ESTO EN EL - SENTIDO GENÉRICO QUE INCLUYE LAS VARIETADES DE MAGNESIO. ESTO PUEDE SERVIR COMO GUÍA A LOS QUÍMICOS QUE HACEN ANÁLISIS DE ESTAS ROCAS. LA IGNORANCIA DE LOS COMPONENTES MENORES DEL MINERAL TIENE UN ORIGEN PRO-LÍFICO DE ERRORES EN ESTOS ANÁLISIS.

"GENERALIDADES SOBRE FLAMOFOTOMETRIA".

PROBABLEMENTE TODO EL MUNDO HA OBSERVADO ALGUNA VEZ, LA CARACTERÍSTICA LUZ AMARILLA QUE EMITE UNA FLAMA AL INTRODUCIR EN ELLA UNA PEQUEÑA CANTIDAD DE SALES DE SODIO. LA EMISIÓN DE TAL RADIACIÓN CARACTERÍSTICA DE UN ELEMENTO Y LA CORRELACIÓN ENTRE LA INTENSIDAD DE EMISIÓN Y LA CONCENTRACIÓN DE ESE ELEMENTO, ES LA BASE DE LA FOTOMETRÍA

DE FLAMA.

LA MUESTRA A ANALIZAR, PREPARADA EN FORMA DE SOLUCIÓN, SE INTRODUCE ROCIADA EN LA FLAMA, BAJO CONDICIONES CONTROLADAS.

LA RADIACIÓN PROCEDENTE DE LA FLAMA PASA POR UN MONO-CROMADOR -- QUE AISLA LA REGIÓN DESEADA DEL ESPECTRO, UNA FOTOCÉLDA Y UN MEDIDOR O AMPLIFICADOR ELECTRÓNICO, SE MIDE LA INTENSIDAD DE LA RADIACIÓN AISLADA.

UNA VEZ CALIBRADO CUIDADOSAMENTE EL FOTÓMETRO CON SOLUCIONES DE COMPOSICIÓN Y CONCENTRACIÓN CONOCIDAS, SE RELACIONA LA INTENSIDAD DE UNA DETERMINADA RAYA ESPECTRAL DE LA SUSTANCIA DESCONOCIDA CON LA CANTIDAD DEL ELEMENTO PRESENTE QUE EMITE LA RADIACIÓN PARTICULAR.

EL RECURSO DEL ROCÍO DE LA SOLUCIÓN PERMITE QUE LA MUESTRA SE -- DISTRIBUYA POR TODO EL CUERPO DE LA FLAMA INTRODUCIENDO EN ELLA TODO EL PROBLEMA O UNA PORCIÓN REPRESENTATIVA. DE ESTA MANERA SE EVITAN -- MUCHAS DIFICULTADES QUE PRESENTA EL ARCO O LA CHISPA. (VER FIG 1).

UN FOTÓMETRO DE FLAMA CONSTA ESENCIALMENTE DE SEIS PARTES:

- 1.- REGULADORES DE PRESIÓN O MEDIDORES DE FLUJO PARA LOS GASES -- COMBUSTIBLES.
- 2.- ATOMIZADOR.
- 3.- QUEMADOR.
- 4.- SISTEMA OPTICO.
- 5.- DETECTOR FOTSENSIBLE.
- 6.- INSTRUMENTO PARA REGISTRAR LA SALIDA DEL DETECTOR.

DESCRIBIREMOS CUIDADOSAMENTE CADA UNA DE LAS PARTES DEL FOTÓMETRO.

1.- REGULADORES DE PRESIÓN O MEDIDORES DE GASTOS. -- HAY QUE INSTALAR CALIBRADORES ADECUADOS, INDICADORES DE PRESIÓN O VELOCIDAD DE FLUJO REINANTES DURANTE EL FUNCIONAMIENTO DEL INSTRUMENTO, QUE PERMITE -- EFECTUAR LOS AJUSTES DEBIDOS, CADA VEZ QUE SE HAYA DE UTILIZAR EL FOTÓMETRO.

GENERALMENTE BASTA UN MANÓMETRO DE (10 LB) 4.53×10^{-3} KG PARA -- EL COMBUSTIBLE Y EL OXÍGENO Y UNO DE (25 LB) 1.03×10^{-1} KG. PARA EL -- AIRE. ES RECOMENDABLE USAR VÁLVULAS DE DOBLE DIAFRAGMA, A LAS QUE -- COMBIENE ACOPLAR ALGÚN CONTROL ADICIONAL COMO POR EJEMPLO, UNA VÁLVU-

LA DE AGUJA.

AUNQUE CADA VEZ QUE SE PONE EN SERVICIO EL INSTRUMENTO, LA PRESIÓN DE LOS GASES SE GRADÚA DE MANERA QUE EL MANÓMETRO SEÑALE LA MISMA LECTURA, OCURREN A VECES FLUCTUACIONES DEL FLUJO DE GAS AL QUEMADOR, ESPECIALMENTE EL OXÍGENO, OCASIONADO POR OBSTRUCCIÓN DEL ORIFICIO. ADEMÁS DEL MANÓMETRO COMÚN Y CORRIENTE, ES CONVENIENTE INSTALAR EN LA TUBERÍA QUE VA DEL TANQUE DE GAS DEL QUEMADOR, UN MEDIDOR CAPILAR DE LA VELOCIDAD DE FLUJO; ESTOS MEDIDORES PUEDEN CALIBRARSE CON UN MEDIDOR PARA PRUEBA DE HUMEDAD, AUNQUE TAMBIÉN SON SATISFACTORIOS LOS ROTÓMETROS. EL GASTO VARÍA DE (2 A 9 FT³/HR) 6.1×10^{-1} A 2.74×10^{-1} M³/HR.

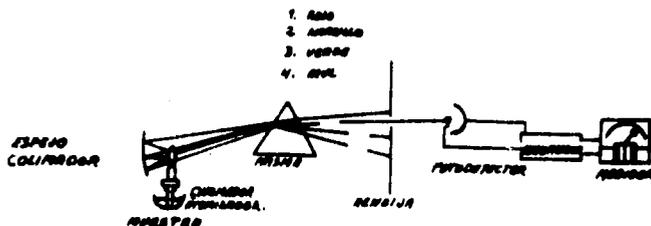


FIG 1 DIAGRAMA SIMPLIFICADO DE UN FOTÓMETRO DE FLAMA.

2.- ATOMIZADOR.— UNO DE LOS PROBLEMAS MÁS DIFÍCILES EN EL DISEÑO DEL FOTÓMETRO DE FLAMA ES EL ATOMIZADOR. ESTE PEQUEÑO ARTEFACTO, EN APARIENCIA SENCILLO, TIENE LA MISIÓN DE INTRODUCIR LA MUESTRA LÍQUIDA EN LA FLAMA A UNA VELOCIDAD ESTABLE Y REPRODUCIBLE. HA DE SER INATACABLE POR SOLUCIONES CORROSIVAS, ASÍ COMO RESISTENTE Y FÁCIL DE LIMPIAR, EL QUE INTRODUCIENDO EL ROCÍO DIRECTAMENTE EN LA FLAMA.

ESTE TIPO DE ATOMIZADOR CONTA DE DOS TUBOS CONCÉNTRICOS, QUE SON DOS TUBOS INTERIORES. LA MUESTRA SE INTRODUCIENDO POR EL MÁS INTERNO, -- CUE ES UN CAPILAR VERTICAL DE PALADIO.

UN CANAL CONCÉNTRICO QUE DA PASO AL OXÍGENO, SE ESTRECHA AL FINAL FORMANDO UN ORIFICIO. LA CORRIENTE DE OXÍGENO AL PASAR POR EL ORIFICIO HACE ASCENDER LA SOLUCIÓN HASTA LA PUNTA DEL CAPILAR INTERNO. AHÍ SE DESMENUZA Y DISPERSA EL LÍQUIDO EN GOTITAS DE DIVERSO TAMAÑO, LAS CUALES SON INTRODUCIDAS DIRECTAMENTE EN LA FLAMA. EL CONSUMO DE LA MUESTRA VARÍA DE UNO A DOS ML POR MINUTO.

CADA ATOMIZADOR, DEL TIPO QUE SEA, REQUIERE UNA CALIBRACIÓN POR SEPARADO Y NO ES EstrictAMENTE INTERCAMBIABLE POR OTRO DEL MISMO TIPO.

3.- QUEMADOR.- EL REQUISITO PRIMORDIAL DEL QUEMADOR ES QUE PROPORCIONE UNA FLAMA ESTABLE CUANDO SE LE SUMINISTRE EL COMBUSTIBLE Y EL OXÍGENO O AIRE, A PRESIÓN CONSTANTE. PARA FLAMAS DE TEMPERATURA BAJA SE SUELE EMPLEAR UN QUEMADOR TIPO MEKER. EL GAS COMBUSTIBLE SALE POR UN PEQUEÑO ORIFICIO Y AL PASAR POR UNA GARGANTA BENTURÍ ARRASTRA UNA CANTIDAD DE AIRE CONSIDERABLE. LA MEZCLA DE GAS Y AIRE SUBE POR EL TUBO DEL QUEMADOR Y SE INFLAMA AL LLEGAR A LA BOCA, CONTRIBUYENDO A LA COMBUSTIÓN EL AIRE CIRCUNDANTE. UNA MASA ESPESA DE METAL COLOCADA TRANSVERSALMENTE EN LA BOCA DEL QUEMADOR IMPIDE QUE LA FLAMA RETROCEDA POR EL TUBO. ALGUNA VECES SE PROBEGE A LA FLAMA CONTRA LAS CORRIENTES DE AIRE CON UNA CHIMENEA, QUE TAMBIÉN SIRVE PARA RESGUARDAR AL OPERADOR.

EL ESPECTROFOTÓMETRO DE FLAMA BECKMAN FUNCIONA CON UNA COMBINACIÓN DE QUEMADOR-ATOMIZADOR, POR VIRTUD DEL CUAL, LA MUESTRA SUCCIONADA POR EL TUBO VERTICAL DE PALADIO SE PULVERIZA DIRECTAMENTE DENTRO DE LA FLAMA.

UN CANAL CENTRAL SUMINISTRA EL OXÍGENO QUE ACTÚA SOBRE EL ATOMIZADOR Y LA FLAMA, Y OTRO CANAL CONCÉNTRICO PROPORCIONA AL COMBUSTIBLE

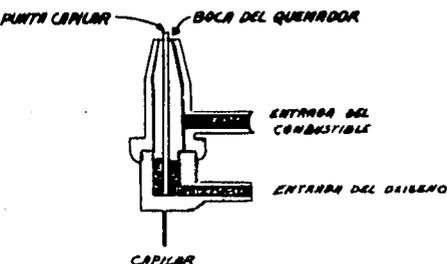


FIGURA DOS ASPIRADOR Y QUEMADOR EN UNA SOLA PIEZA.

4.- SISTEMA ÓPTICO.- LA FUNCIÓN DEL SISTEMA ÓPTICO ES RECOGER LA RADIACIÓN PROCEDENTE DE LA PARTE ESTABLE DE LA FLAMA, HACER LA MONOCROMÁTICA, Y ENFOCARLA DESPUÉS SOBRE LA SUPERFICIE FOTOSENSIBLE DEL DETECTOR.

ALGUNAS VECES SE COLOCA UN ESPEJO DETRÁS DE LA FLAMA. LA INTEN-

SIDAD DE LA EMISIÓN DE LA FLAMA PUEDE SER INCREMENTADA POR UN FACTOR DE DOS, SI SE DISPONE DE UN ESPEJO CÓNCAVO DE MANERA QUE LA FLAMA QUEDE EN EL CENTRO DE CURVATURA. ES IMPORTANTE ENFOCAR LA CARA FRONTAL DE LOS ESPEJOS Y LENTES, PARA QUE LA RADIACIÓN SE DISTRIBUYA POR TODA LA SUPERFICIE DEL DETECTOR FOTOSENSIBLE.

EN LOS FOTÓMETROS MENOS COSTOSOS SE USA UN FILTRO PARA AISLAR LA RADIACIÓN CARACTERÍSTICA DE UN DETERMINADO ELEMENTO. EL CAMPO DE APLICACIÓN DE ESTOS INSTRUMENTOS QUEDA LIMITADO A AQUELLAS MUESTRAS Y ELEMENTOS QUE AL SER EXCITADOS POR LA FLAMA DEN UN ESPECTRO SENCILLO.

LOS FILTROS USUALES TRANSMITEN LUZ DE BANDA ESPECTRAL MÁS BIEN ANCHA. SON INCAPACES DE ABSORBER LA RADIACIÓN DEBIDA A LAS LINEAS DE OTROS ELEMENTOS MUY CERCANOS AL DE LA RAYA ANALÍTICA. EN GENERAL, EL USO DE LOS FOTÓMETROS DE FILTRO SE LIMITA A LA DETERMINACIÓN DE SODIO Y POTASIO. ALGUNAS VECES SIRVEN TAMBIÉN PARA DETERMINAR EL CALCIO.

ESTE TIPO DE INSTRUMENTO ES MUY ÚTIL PARA EL ANÁLISIS DE CALCIO Y METALES ALCALINOS EN LOS FLUIDOS BIOLÓGICOS, EN LOS SUELOS Y EN LAS PLANTAS.

LOS FILTROS DE INTERFERENCIA MEJORAN LA RESOLUCIÓN DE UN APARATO FOTOMÉTRICO. LA SUSTITUCIÓN DE LOS FILTROS DE INTERFERENCIA POR FILTROS DE VIDRIOS ORDINARIOS, REDUCE CASI A LA MITAD EL ERROR EN LA MEDICIÓN DE LA RADIACIÓN DE SODIO A 589 M CUANDO SE MIDE EN PRESENCIA DE CALCIO EL CUAL EMITE DÉBILES BANDAS DE ÓXIDO EN ESTA REGIÓN.

AÚN CUANDO ES MÁS SELECTIVA, LA RADIACIÓN ABSORVIDA POR LAS SUPERFICIES PLANTEADAS, MERMA LA EFICACIA DE UN FILTRO DE INTERFERENCIA. LA TABLA NÚMERO 1 PONE DE MANIFIESTO SU MAYOR RESOLUCIÓN. SE MEJORA EL AISLAMIENTO DE LA ENERGÍA ESPECTRAL, INCORPORANDO AL INSTRUMENTO UN ESPECTOFOTÓMETRO MONOCROMADOR. SI SE UTILIZAN CIRCUITOS DETECTORES SENSIBLES Y PEQUEÑAS ABERTURAS DE RENDIJA, LAS CUALES SON AJUSTABLES SE PUEDEN AISLAR BANDAS DE ENERGÍA RADIANTE BASTANTE ESTRECHAS. ESO SE LOGRA MEDIANTE UNA CUÑA DE INTERFERENCIA, UN PRISMA O UNA RED, Y UN CIRCUITO DETECTOR MÁS SENSIBLE PARA COMPENSAR LA MENOR ENERGÍA QUE LLEGA AL FOTODETECTOR.

COMBINANDO LA RENDIJA AJUSTABLE, EL CONTROL DE SENSIBILIDAD EN EL CIRCUITO DETECTOR Y EL TAMBOR DE LONGITUDES DE ONDA, EL OPERADOR PUEDE SELECCIONAR LA PROPORCIÓN MÁS FAVORABLE ENTRE EL FONDO Y LA RADIACIÓN DE LA LÍNEA ANALÍTICA PARA AISLAR MÁS EFICAZMENTE LA RADIACIÓN DE-

BIDA AL ELEMENTO OBJETO DEL ANÁLISIS. LOS ESPECTOFOTÓMETROS DE FLAMA - ENSANCHAN EL CAMPO DE APLICACIÓN DE LOS MÉTODOS DE FLAMA. CON ELLOS ES FACTIBLE SEPARAR EMISIONES DE UNA MEZCLA DE METALES COMO POR EJEMPLO, - LA RAYA DEL MANGANESO A 403.3 M DEL AZUL DEL POTASIO A 404.6 M Y OBTENER ALTOS VALORES PARA LA RELACIÓN ENTRE LA RADIACIÓN METÁLICA ESPECÍFICA Y LA ENERGÍA CONTÍNUA DEL FONDO. ASIMISMO LOS INSTRUMENTOS CON ÓPTICA DE CUARZO TAMBIÉN PERMITEN UTILIZAR MUCHAS LÍNEAS ATÓMICAS QUE SE PRESENTAN.

TABLA # 1

COMPARACIÓN ENTRE LOS FILTROS DE VIDRIO ORDINARIOS Y LOS FILTROS - DE INTERFERENCIA.

SODIO P.P.M.	CALCIO P.P.M.	SODIO HALLADO CON EL FILTRO DE INTERFERENCIA P.P.M.	SODIO HALLADO CON FILTRO DE VIDRIO P.P.M.
0	100	0.3	0.5
0	200	0.8	1.7
0	400	1.7	3.1
0	600	2.5	4.8
0	800	3.3	6.7
0	1000	4.2	8.2

5.- DETECTORES FOTOSENSIBLES. - EN LA FOTOMETRÍA DE FLAMA, CUALQUIER APARATO FOTOSENSIBLE SIRVE COMO DETECTOR. EL DETECTOR DEBE DAR UNA RESPUESTA EN LA PORCIÓN DEL ESPECTRO QUE SE VA A UTILIZAR Y TENER LA SENSIBILIDAD SUFICIENTE PARA LA TAREA A REALIZAR. LA CELDA DE BARRERA ES EL MEDIO MÁS SENCILLO Y MENOS COSTOSO. SI LLEGA ENERGÍA SUFICIENTE A LA - CELDA, NO HACE FALTA SUMINISTRAR ENERGÍA EXTERIOR NI AMPLIFICACIÓN Y SÓLO SE REQUIERE UN GALVANÓMETRO SENSIBLE. SIN EMBARGO, LA CELDA DE CAPA DE BARRERA TIENE UN COEFICIENTE DE TEMPERATURA ALTO. DEBE IR COLOCADA EN UNA PARTE FRÍA DEL FOTÓMETRO Y ESPERAR A QUE LA CAJA DEL INSTRUMENTO ALCANCE LA TEMPERATURA AMBIENTE PARA TOMAR LAS LECTURAS.

SE PUEDEN UTILIZAR DIVERSOS TIPOS DE FOTOTUBOS SIEMPRE QUE SE CUENTE CON AMPLIFICADORES Y FUENTE DE PODER ADECUADOS. CON ESTE DISPOSITIVO SE LOGRA MUCHA MAYOR SENSIBILIDAD QUE CON EL USO DE LA CELDA DE CAPA DE BARRERA.

EL TUBO FOTOMULTIPLICADOR ES EL DETECTOR PREFERIDO PARA LOS ESPEC

TROFOTÓMETROS DE FLAMA. ESTOS TUBOS SON MUCHO MÁS SENSIBLES QUE EL SIMPLE FOTOTUBO Y PERMITEN HACER USO DE UNA MAYOR RESOLUCIÓN ESPECTRAL CON EL CONSIGUIENTE AUMENTO EN EL GRADO DE AISLAMIENTO DE LA ENERGÍA RADIANTE. LA SELECCIÓN DEL TUBO FOTOMULTIPLICADOR DEPENDE DE LA PARTICULAR REGIÓN DEL ESPECTRO DE FLAMA QUE INTERESE. EL TUBO 1P28, QUE ES UN TUBO 931-A SELECCIONADO CON VENTANA DE CUARZO, DA UNA BUENA RESPUESTA EN EL INTERVALO DE 600 A 250 M QUE ES DONDE SE PRESENTA LA MAYORÍA DE LAS RAYAS INTENSAS DE LOS ELEMENTOS EXCITABLES A LA FLAMA. LAS RAYAS INTENSAS DEL POTASIO, LITIO, CÉSIO Y RUBIDIO SE DESCUBREN CON GRAN SENSIBILIDAD MEDIANTE EL TUBO FOTOMULTIPLICADOR LP22 SENSIBLE AL ROJO.

6.- EQUIPO DE REGISTRO.- LA ELECCIÓN DEL INSTRUMENTO IDÓNEO PARA INDICAR O REGISTRAR LA SALIDA DEL DETECTOR FOTOSENSIBLE DEPENDE, EN GRAN MEDIDA, DEL TIPO DEL DETECTOR UTILIZADO Y DE LA SENSIBILIDAD Y PRECISIÓN DESEADAS. UN GALVANÓMETRO DE ESPEJO CON UNA SENSIBILIDAD MÁXIMA DE 0.001 MICROAMPERIO POR MILÍMETRO DE LA DIVISIÓN DE LA ESCALA O PERÍODO DE 3 SEG ES UN INSTRUMENTO DE MEDICIÓN ADECUADO PARA LAS CELDAS DE BARRERA. CONVIENE USAR, JUNTO CON LOS FOTOTUBOS, UN MEDIDOR MULTISERIAL EN EL CIRCUITO DE SALIDA DEL AMPLIFICADOR.

LA TÉCNICA REGISTRADORA OFRECE VENTAJAS DE QUE CARECEN LOS INSTRUMENTOS OPERADOS MANUALMENTE. EL CUADRANTE DE LONGITUDES DE ONDA ES REEMPLAZADO POR UN MECANISMO IMPULSOR QUE HACE GIRAR EL TAMBOR DE LA LONGITUD DE ONDA A LA VELOCIDAD DE 0.1 A 0.2 R.P.M. PARA UN AVANCE DEL PAPEL CUADRICULADO DE 5 A 20 CM POR MINUTO. LA SEÑAL DEL FOTODETECTOR, TRAS LA ADECUADA AMPLIFICACIÓN, VA DIRECTAMENTE A UN POTENCIÓMETRO CONVENCIONAL REGISTRADOR DE PLUMA, EL CUAL DEBE DAR UNA RÁPIDA RESPUESTA DE LA PLUMA DE 1 SEGUNDO APROXIMADAMENTE PARA UN DESPLAZAMIENTO DE TODA LA ESCALA. CON UN INSTRUMENTO REGISTRADOR, SE SIMPLIFICA ENORMEMENTE LA SELECCIÓN DE LAS CONDICIONES DE OPERACIÓN PARA UN TIPO PARTICULAR DE ANÁLISIS, DETERMINANDO LOS ESPECTROS DE FLAMA DE LOS ELEMENTOS COMPONENTES. A PARTIR DE ESTOS ASPECTOS ES POSIBLE PREDECIR ENTONCES LA INTERFERENCIA A VARIAS LONGITUDES DE ONDA Y SELECCIONAR LAS LONGITUDES DE ONDA DE INTERFERENCIA MÍNIMA O NULA. UN ESPECTRO DE FLAMA PROPORCIONA TAMBIÉN UN RÁPIDO ANÁLISIS SEMICUANTITATIVO DE LA MUESTRA DESCONOCIDA. PONE DE MANIFIESTO INMEDIATAMENTE QUE LOS ELEMENTOS ESTÁN PRESENTES O AUSENTES, Y PERMITE HACER UNA ESTIMACIÓN DE LA CANTIDAD PRESENTE QUE AHORRA TIEMPO EN LA PREPARACIÓN DE ESTANDARES COMPARATIVOS.

FOTÓMETROS DE FLAMA COMERCIALES.- LUNDEGARDH Y OTROS PRECURSO-

RES, USARON LOS MÉTODOS CONVENCIONALES ESPECTROGRÁFICOS PARA REGISTRAR LAS INTENSIDADES DE LAS RAYAS ESPECTRALES. ESTE PROCEDIMIENTO IMPLICA EL EMPLEO DE PLACAS FOTOGRAFICAS PARA EL REGISTRO DE LOS ESPECTROS, SEGUIDO DE ALGÚN MÉTODO PARA MEDIR EL ENNEGRECIMIENTO DE LAS RAYAS SELECCIONADAS SOBRE LA FOTOGRAFÍA. EL USO DE UNA FOTOCELDA PARA DESCUBRIR LA ENERGÍA RADIANTE FUE MENCIONADO POR PRIMERA VEZ EN 1935, Y DESPUÉS APARECIERON EN EL MERCADO VARIOS INSTRUMENTOS ALEMANES.

FLAMAS Y SUS TEMPERATURAS. - LA FLAMA QUE DAN LOS HIDROCARBUROS CUANDO HAN SIDO PREVIAMENTE MEZCLADOS CON AIRE U OXÍGENO, PRESENTA LA FORMA Y ESTRUCTURA DIBUJADA EN LA FIGURA # 3. EN LA REGIÓN A LA MEZCLA DEL COMBUSTIBLE Y OXÍGENO ES CALENTADA HASTA LA TEMPERATURA DE COMBUSTIÓN. POR ENCIMA DE A, SE OBSERVAN TRES REGIONES, EL CONO INTERIOR, EL CONO INTERMEDIO Y EL CONO EXTERIOR MANTO DE LA FLAMA. EL CONO INTERIOR CORRESPONDE A LA ZONA DE REACCIÓN EN DONDE SE VERIFICA UNA COMBUSTIÓN PARCIAL DE COMBUSTIBLE CON EL OXÍGENO. ES UNA DELGADA CAPA LUMINOSA, COMO DE 0.1 MM DE ESPESOR Y DE FORMA APROXIMADAMENTE CÓNICA. INMEDIATAMENTE POR ENCIMA DEL CONO INTERIOR ESTÁN LOS GASES QUE FORMAN EL CONO INTERMEDIO Y QUE ALCANZAN VARIOS MILÍMETROS. ESTOS GASES CONSISTEN EN LOS PRODUCTOS RELATIVAMENTE ESTABLES DE LA COMBUSTIÓN PARCIAL, POR NO HABER OXÍGENO SUFICIENTE PARA LA COMBUSTIÓN COMPLETA. EL CONO EXTERIOR SE DEBE A LA INCANDESCENCIA DE ESTOS PRODUCTOS PARCIALMENTE QUEMADOS AL REACCIONAR CON EL AIRE QUE LOS RODEA.

LA ENERGÍA LIBERADA EN UNA FLAMA SE PONE MEJOR DE MANIFIESTO POR LA TEMPERATURA TEÓRICA DE LA FLAMA. EN LA TABLA # 2 FIGURAN LAS TEMPERATURAS MÁXIMAS DE LA FLAMA PARA VARIOS COMBUSTIBLES. LA TEMPERATURA ES MÁS O MENOS, PROPORCIONAL AL CALOR DE REACCIÓN HASTA 2000°C, APROXIMADAMENTE; PERO A MAYORES TEMPERATURAS, LA DISOCIACIÓN DE LOS PRODUCTOS DE LA COMBUSTIÓN Y DE LOS REACCIONANTES LLEGA A TENER IMPORTANCIA Y LA ENERGÍA SE REPARTE ENTRE LA ENTALPÍA DE LOS PRODUCTOS DE LA COMBUSTIÓN Y LA CANTIDAD CRECIENTE DE ENERGÍA GASTADA EN LA DISOCIACIÓN. LOS FACTORES QUE LIMITAN LA TEMPERATURA MÁXIMA QUE ES POSIBLE ALCANZAR EN UNA FLAMA DE COMBUSTIBLE-AIRE O COMBUSTIBLE-OXIGENO SON: LA DISOCIACIÓN DE LAS MOLÉCULAS DE OXÍGENO, LA DISOCIACIÓN DEL BIÓXIDO DE CARBONO EN MONÓXIDO DE CARBONO Y OXÍGENO, Y LAS DE LAS MOLÉCULAS DE AGUA EN HIDRÓGENO, OXÍGENO Y RADICALES HIDRÓXILO.

LAS CANTIDADES NORMALES EN EQUILIBRIO DE ESTOS CONSTITUYENTES PA--

RA LAS FLAMAS DE HIDRÓGENO Y ACETILENO VIENEN TABULADAS EN LA TABLA # 3. TODAS ESTAS DISOCIACIONES CONSUMEN UNA FRACCIÓN APRECIABLE DE LA ENERGÍA TÉRMICA PUESTA EN LIBERTAD EN LA COMBUSTIÓN DEL COMBUSTIBLE Y LIMITAN LAS TEMPERATURAS MÁXIMAS DE LA FLAMA A UNOS 3000°C O MENOS. LA TEMPERATURA EXTRAORDINARIAMENTE ALTA QUE ALCANZA LA FLAMA DE CIANÓGENO-OXÍGENO SE DEBE AL HECHO DE QUE LA DISOCIACIÓN DE LOS PRODUCTOS DE LA COMBUSTIÓN MONÓXIDO DE CARBONO Y NITRÓGENO NO ES APRECIABLE POR DEBAJO DE 4000°C Y DE QUE EL CALOR DE LA REACCIÓN PASA A LOS GASES QUEMADOS. CABE DECIR LO MISMO PARA LA FLAMA DE HIDRÓGENO-FLÚOR, EN LA QUE EL PRODUCTO DE LA COMBUSTIÓN ES EL FLORURO DE HIDRÓGENO.

TABLA # 2

TEMPERATURAS MÁXIMAS DE LA FLAMA PARA VARIAS MEZCLAS DE COMBUSTIBLES.

COMBUSTIBLE GAS DEL ALUMBRADO	TEMPERATURA ° C	
	EN EL AIRE	EN EL OXÍGENO
PROPANO	1700	2700
BUTANO	1925	2800
HIDRÓGENO	1900	2900
ACETILENO	2100	2780
CIANÓGENO	2700	3050
COMBUSTIÓN DEL HIDRÓGENO EN EL FLUOR	4700	4080

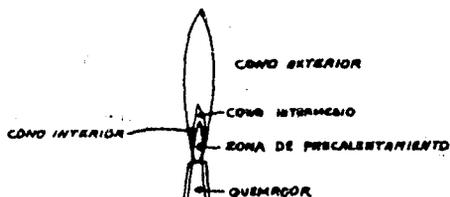


FIG 3 FORMA Y ESTRUCTURA DE UNA FLAMA.

LA TEMPERATURA DE LA MAYORÍA DE LA FLAMA, COMPARADA CON LA DE UN ARCO QUE SALTA ENTRE ELECTRODOS DE CARBÓN, NO ES PARTICULARMENTE ALTA.

LA FLAMA ORDINARIA DE GAS DEL ALUMBRADO-AIRE, SÓLO TIENE LA ENERGÍA SUFICIENTE PARA EXITAR UNA DOCENA DE ELEMENTOS, PRINCIPALMENTE LOS

ALCALINOS Y ALCALINO-TÉRREOS. LA FLAMA OBTENIDA CON LA MEZCLA RELATIVAMENTE RICA EN COMBUSTIBLE DE ACETILENO Y OXÍGENO, DA LA TEMPERATURA MÁS ALTA QUE SUELE EMPLEARSE EN FOTOMETRÍA DE FLAMA. CON ESTA FLAMA SON -- EXCITADOS ALREDEDOR DE 57 ELEMENTOS, DE LOS CUALES SE PUEDEN DETERMINAR CON GRAN PRECISIÓN 35. EN LA TABLA # 4 FIGURA UNA LISTA DE LONGITUDES DE ONDA E INTENSIDADES RELATIVAS DE MUCHAS RAYAS Y BANDAS. LAS FLAMAS SÓLO EXCITAN UNAS CUANTAS RAYAS DE CADA ELEMENTO Y ÉSTA ES UNA DE LAS VENTAJAS DE LA FOTOMETRÍA DE FLAMA. ES TAMBIÉN MENOS DIFÍCIL ESTABLECER CONDICIONES DE EXCITACIÓN REPRODUCTIBLES CON LAS FLAMAS Y OBTENER, POR TANTO, DETERMINACIONES CUANTITATIVAS EXACTAS. SE PUEDEN LOGRAR TEMPERATURAS COMPARABLES A LAS DEL ARCO CON LAS MEZCLAS DE CIANÓGENO Y OXÍGENO O DE FLÚOR E HIDRÓGENO. EL MANEJO DE ESTOS GASES Y LA VENTILACIÓN DE SUS PRODUCTOS DE COMBUSTIÓN NO ESTA EXCENTA DE PELIGROS.

TABLA # 3

COMPOSICIÓN TEÓRICA DE LAS FLAMAS PRODUCIDAS EN LA COMBUSTIÓN DE VARIAS MEZCLAS ESTEQUIOMÉTRICAS.

COMPONENTES EN LA MEZCLA	HIDRÓGENO AIRE	(H ₂) O ₂	ACETILENO AIRE	ACETILENO OXÍGENO
CO ₂	--	--	0.116	0.136
CO	--	--	0.039	0.315
H ₂ O	0.32	0.545	0.069	0.107
O ₂	0.004	0.047	0.016	0.125
O	0.0005	0.033	0.0022	0.099
H ₂	0.0173	0.154	0.0038	0.034
H	0.002	0.082	0.0019	0.060
OH	0.0097	0.134	0.0095	0.110
N O	0.002	--	0.058	--
N ₂	0.645	--	0.731	--

ESPECTROS METÁLICOS. - CUANDO SE PULVERIZA UNA SOLUCIÓN EN EL INTERIOR DE LA FLAMA, OCURREN EN RÁPIDA SUCESIÓN LOS SIGUIENTES FENÓMENOS:

1.- EL AGUA, U OTRO DISOLVENTE, SE EVAPORA, DEJANDO DIMINUTAS PARTÍCULAS DE SAL O MEZCLA DE SALES.

2.- A LA TEMPERATURA ELVADA DE LA FLAMA, ES POSIBLE QUE SE VERIFIQUE UNA DESCOMPOSICIÓN U OTRAS REACCIONES QUÍMICAS.

3.- LAS SALES, O SUS PRODUCTOS DE DESCOMPOSICIÓN, SE VAPORIZAN Y TAMBIÉN PUEDEN DISOCIARSE EN LOS ÁTOMOS O RADICALES CONSTITUYENTES.

4.- LOS VAPORES DE LOS ÁTOMOS METÁLICOS, O DE LAS MOLÉCULAS QUE CONTIENEN EL ÁTOMO METÁLICO, SON EXCITADOS ENTONCES POR LA ENERGÍA TÉRMICA DE LA FLAMA.

LOS ESPECTROS DE LOS ELEMENTOS PERTENECEN A DOS CLASES:

A) LOS QUE CONSISTEN DE RAYAS QUE SE ORIGINAN EN LOS ÁTOMOS O IONES EXCITADOS;

B) Y LOS DE BANDA QUE SE DEBEN A LAS MOLÉCULAS. EN MUCHOS CASOS, SE OBSERVA UN TERCER TIPO ESPECTRAL DE RADIACIÓN CONTÍNUA.

EL PROCESO DE LA EXCITACIÓN RESULTA DEL ASCENSO DE UN ELECTRÓN A UN NIVEL MÁS ALTO DE ENERGÍA, SEGUIDA POR LA PÉRDIDA DE UNA CANTIDAD DISCRETA DE ELLA EN FORMA DE ENERGÍA RADIANTE, CUANDO EL ELECTRÓN VUELVE A CAER A SU POSICIÓN ORIGINAL O A UN NIVEL DE ENERGÍA INFERIOR.

EN LOS ESPECTROS DE ÁTOMOS NEUTROS, LA EMISIÓN DE LA RADIACIÓN OCURRE EN LINEAS DISCRETAS CUANDO UN ELECTRÓN EXCITADO DE LOS NIVELES DE ENERGÍA SUPERIOR DEL ÁTOMO NEUTRO DESCIENDE AL NIVEL DE ENERGÍA MÁS BAJO O AL ESTADO FUNDAMENTAL (EL ESTADO DE ENERGÍA MÁS BAJO) DEL ÁTOMO. LA RELACIÓN ENTRE LA FRECUENCIA, Y DE LA RADIACIÓN EMITIDA Y LAS ENERGÍAS E_1 Y E_2 DE LOS DOS ESTADOS DEL ÁTOMO, VIENE DADA POR LA EXPRESIÓN: $E_1 - E_2 = h \nu$. EL ESPECTRO DE EMISIÓN DE UN ÁTOMO PARTICULAR DEPENDE DE LA CONCENTRACIÓN DE LOS ÁTOMOS EN LA FLAMA, DE LA DISPOSICIÓN Y DE LOS NIVELES DE ENERGÍA ELECTRÓNICOS, DEL MÉTODO DE EXCITACIÓN Y DE LAS VICISITUDES POSTERIORES DE LOS ÁTOMOS EXCITADOS. NO TODAS LAS TRANSICIONES POSIBLES ENTRE LOS ESTADOS DE ENERGÍA DEL ÁTOMO SON REALIZABLES.

ESTAS LIMITACIONES SE EXPRESAN EN UNA SERIE DE NORMAS DE SELECCIÓN QUE REGULAN LOS CAMBIOS POSIBLES DE LOS DIVERSOS NÚMEROS CUÁNTICOS.

EN CONSECUENCIA, LA PRIMERA ETAPA PARA LA INTERPRETACIÓN DE CUALQUIER ESPECTRO CONSISTE EN RECONSTRUIR EL ESQUEMA DEL NIVEL DE ENERGÍA PARA CADA ÁTOMO. LA FIGURA # 4 MUESTRA LOS DIAGRAMAS DE NIVELES DE ENERGÍA DEL LITIO, SODIO, POTASIO Y CALCIO CON LOS CONTENIDOS ENERGÉTICOS DE LOS DIFERENTES NIVELES EXPRESADOS EN ELECTRÓN, VOLTIOS Y LAS LONGITUDES DE ONDA DE LAS RAYAS ESPECTRALES PRODUCIDAS POR LAS TRANSICIONES ENTRE LOS DISTINTOS NIVELES, MAVRODINEANU Y BOITEUS, HAN PUBLICADO UNA RECOPIACIÓN COMPLETA DE ESTOS ESQUEMAS PARA TODOS LOS ELEMENTOS EXCITADOS POR LAS FLAMAS.

LOS ESPECTROS EMITIDOS POR MUCHOS ÁTOMOS, ESPECIALMENTE LOS --

PERTENECIENTES A LAS FAMILIAS DE LOS ALCALINOS Y ALCALINO-TÉRREOS, SON BASTANTES SIMPLES. EN CADA CASO, LA RAYA MÁS CONSPICUA ES LA LÍNEA RESULTANTE DE LA TRANSICIÓN ENTRE EL NIVEL EXCITADO MÁS BAJO Y EL ESTADO FUNDAMENTAL. ESTAS TRANSICIONES DAN ORIGEN A LA RAYA ROJA DEL LITIO EN 671, AL DOBLETE AMARILLO DEL SODIO SIN RESOLVER A 589 M AL DOBLETE ROJO DEL POTASIO EN 767/769 M Y A LA RAYA SIMPLE AZUL DEL CALCIO EN LAS 422.7 M SIGUEN EN INTENSIDAD LAS LÍNEAS QUE ACABAN EN EL MISMO ESTADO FUNDAMENTAL PERO ORIGINADAS EN EL NIVEL INMEDIATAMENTE POR ENCIMA DE -- LAS RAYAS PRECEDENTES. ESTAS SON: LA RAYA A 323 M DEL LITIO, EL PAR DEL SODIO A 330 M Y EL DOBLETE DEL POTASIO EN EL AZUL A 404/4/404,7 M . MUCHO MENOS INTENSAS SON LAS LÍNEAS QUE PROCEDEN DE LAS TRANSICIONES ENTRE UN ESTADO EXCITADO Y OTRO AÚN MÁS EXCITADO. CON LA FLAMA, LA PROBABILIDAD DE ESTE TIPO DE EXCITACIÓN ES BAJA.

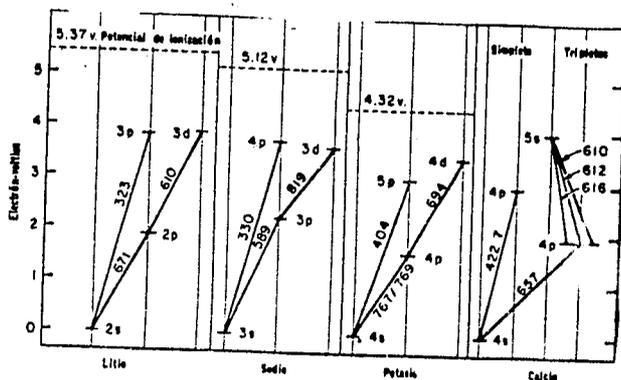


FIG 4 DIAGRAMAS DEL NIVEL ENERGÉTICO PARA LAS RAYAS ATÓMICAS DE CALCIO.

NO OBSTANTE LAS LÍNEAS DEBIDAS A ESTAS TRANSICIONES SON IMPORTANTES CUANDO SE PRESENTAN ALTAS CONCENTRACIONES DE LOS ELEMENTOS EN LA FLAMA. RAYAS TÍPICAS SON LA DEL LITIO A 670 M. EL DOBLETE DE SODIO A 812/819 M Y LA RAYA DE POTASIO A 767 M ; PERO NO ES RARO QUE EN ÉSTAS APAREZCAN INTERFERENCIAS. SIN EMBARGO, EL ESPECTRO DE FLAMA DE UN METAL, GENERALMENTE SÓLO INCLUYE LAS RAYAS ATÓMICAS MÁS SENSIBLES.

CONTROLANDO LA TEMPERATURA DE LA FLAMA, ES POSIBLE REGULAR EL NÚMERO DE ELEMENTOS EXCITADOS Y EL TIPO DE TRANSICIONES EN LOS NIVELES --

ENERGÉTICOS. EN UNA FLAMA DE GAS DE ALUMBRADO-AIRE, SE OBSERVARÁN SOLAMENTE LAS TRANSICIONES ENTRE EL ESTADO DE EXCITACIÓN MÁS BAJO Y EL ESTADO FUNDAMENTAL. PARA EXCITAR TRANSICIONES DE ENERGÍA MÁS ELEVADAS, SE REQUIERE UNA FLAMA DE ACETILENO-OXÍGENO, CUYA ENERGÍA ES DE APROXIMADAMENTE 5.0 ELECTRÓN-VOLTIOS.

TABLA # 4

LÍMITES HALLABLES Y LONGITUD DE ONDA DE LAS RAYAS ÚTILES PARA EL ANÁLISIS.

ELEMENTO	LONGITUD DE ONDA M	ANCHURA DE RENDIJA MM	LÍMITES HALLABLES P.P.M.
BARIO	553.6	0.05	1.0
	455.4 (1)	0.03	1.3
	515 (B)	0.05	8.0
CALCIO	422.7	0.05	0.08
	554 (B)	0.05	0.22
HIERRO	372.0	0.05	1.0
	373.7	0.05	1.8
	386.0	0.05	1.3
LITIO	670.8	0.05	0.2
	610.4	0.05	4
MAGNESIO	285.2	0.05	0.6
	383. (B)	0.05	8
	371 (B)	0.05	8
MANGANESO	403.1	0.05	0.1
POTASIO	767.0	0.05	0.05
SODIO	589	0.05	0.001

1) DENOTA UNA RAYA DEL IÓN

B) LA MÁXIMA DE UNA BANDA MOLECULAR

EN UNA FLAMA, LA MAYORÍA DE LAS LÍNEAS EMITIDAS PROCEDEN DE ÁTOMOS NEUTROS; PERO PARA LOS METALES ALCALINO-TÉRREOS TAMBIÉN SE OBSERVAN LÍNEAS DE EMISIÓN DEBIDAS A LOS ÁTOMOS INDIVIDUALES IONIZADOS CUANDO SE USAN FLAMAS DE ALTA TEMPERATURA, COMO LA DEL OXIACETILENO. EL ESPECTRO DEL IÓN SE PARECE AL ESPECTRO EMITIDO POR EL ELEMENTO QUE LE PRECEDE EN EL NÚMERO ATÓMICO. SIN EMBARGO, A CAUSA DE LA CARGA POSITIVA ADICIONAL DEL NÚCLEO, EL NIVEL DE ENERGÍA CERO ES MÁS ALTO QUE EL ELEMENTO DEL NÚMERO ATÓMICO PRECEDENTE Y, EN CONSECUENCIA, LAS LÍNEAS DE EMISIÓN SE -

DESPLAZAN HACIA EL ULTRAVIOLETA. POR EJEMPLO, EL DOBLETE DE ION CALCIO APARECE A 393.4 Y 396.9 M EN COMPARACIÓN CON EL DOBLETE ROJO DEL POTASIO A 767 Y 769 M .

LOS ESPECTROS DE BANDA SON OCASIONADOS POR LAS TRANSICIONES ENTRE LOS ESTADOS DE ENERGÍA CUANTIZADOS DE LAS MOLÉCULAS. DE CUALQUIER MODO, LAS MOLÉCULAS POSEEN ENERGÍA DE ROTACIÓN Y DE VIBRACIÓN INTERNAS ASÍ COMO EXCITACIÓN ELECTRÓNICA. POR CONSIGUIENTE, LOS ESPECTROS SE HACEN -- MÁS COMPLEJOS. PARA CADA TRANSICIÓN ELECTRÓNICA HABRÁ UN JUEGO COMPLETO DE NIVELES VIBRATORIOS Y CON ÉSTE UNA SERIE DE NIVELES ROTATORIOS. GENERALMENTE, LA ENERGÍA EN ESTAS FORMAS CAMBIA AL MISMO TIEMPO Y ORIGINA EL DESPLIEGUE DE LA RADIACIÓN EMITIDA SOBRE UNA PORCIÓN DEL ESPECTRO EN LUGAR DE CONCENTRARSE EN UNA RAYA DISCRETA. LA RADIACIÓN QUEDARÁ -- CENTRADA ALREDEDOR DE LA LONGITUD DE ONDA ASOCIADA CON LA TRANSICIÓN -- ELECTRÓNICA; SIN EMBARGO, LAS BANDAS NO GUARDAN SIMETRÍA CON EL CENTRO, SINO QUE SE ATENUAN BIEN SEA HACIA EL ROJO O HACIA EL AZUL DEL ESPECTRO. CON LA DISPERSIÓN QUE ES CAPAZ DE DAR LA ÓPTICA DE UN ESPECTROFOTÓMETRO ORDINARIO, SOLAMENTE SE OBSERVA LA ENVOLTURA. LA FIGURA # 5 ILUSTRAN LA ESTRECHEZ DE LAS BANDAS ATRIBUÍDAS A LA MOLÉCULA DE B_2O_3 QUE SE OBSERVAN CUANDO EL BORO SE INTRODUCE EN LA FLAMA.

ESTAS DISTINTIVAS LÍNEAS ATÓMICAS O IÓNICA Y ESPECTROS DE BANDA DE CADA ELEMENTO EXCITADO, VAN SUPERPUESTAS A UN FONDO CONTINUO MÁS DÉBIL DE RADIACIÓN AL QUE CONTRIBUYEN TODOS LOS METALES PRESENTES EN LA FLAMA, ASÍ COMO AL ESPECTRO CONTINUO PRODUCIDO POR LA MISMA FLAMA.

LA RADIACIÓN CONTINUA DE LOS METALES ES DEBIDA A LAS TRANSICIONES ELECTRÓNICAS EN LAS QUE UNO DE LOS ESTADOS DEL SISTEMA YA SEA INICIAL O AL FINAL, NO ESTÁ CUANTIZADO Y POSEE ENERGÍA CINÉTICA LIBRE.

LA EMISIÓN PUEDE ORIGINARSE EN LA RECOMBINACIÓN DE LOS IONES POSITIVOS Y ELECTRONES LIBRES, O COMO RESULTADO DE UNA TRANSICIÓN ENTRE UN ESTADO ELECTRÓNICO ESTABLE Y OTRO INESTABLE DE UNA MOLÉCULA, CUANDO LAS MOLÉCULAS SE DISOCIAN ESPONTÁNEAMENTE.

FONDO DE FLAMA. -- NO HAY ESPECTRO CARACTERÍSTICO QUE PUEDA IR ASOCIADO CON LA FLAMA DE UN DETERMINADO COMBUSTIBLE. EL ESPECTRO DEPENDE, EN GRAN MANERA, DE LAS CONDICIONES DE LA FLAMA, PRINCIPALMENTE DE LA RAZÓN COMBUSTIBLE-OXÍGENO Y DE LA TEMPERATURA. ESPECTROS TÍPICOS DE FLAMA SE MUESTRAN EN LA FIGURA # 6.

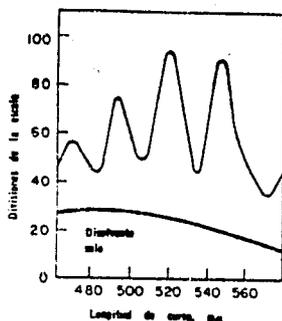


FIG 5 ESPECTRO DE EMISIÓN DEL SISTEMA ÓXIDO DE BORO EN SOLUCIÓN 1 A 1 DE METANOL AGUA.

DE LAS FLAMAS UTILIZABLES, LA DE OXÍGENO-HIDRÓGENO DA LA MEJOR COMBINACIÓN PARA LA SEÑAL DE METAL-A-FONDO E INTENSIDAD DE EMISIÓN.

EL FONDO DE FLAMÁ PARA GRANDES ZONAS DEL ESPECTRO ES INSIGNIFICANTE, SIENDO LA ÚNICA EXCEPCIÓN LA BANDA INTENSA QUE EMITE EL RADICAL OH. ESTRUCTURAS MUY NOTABLES DE LA BANDA OH APARECEN DESDE LAS 280 A 295 -- M Y DE 305 A 320 M . AFORTUNADAMENTE, ESTOS SISTEMAS DE BANDAS NO INTERFIEREN CON NINGUNA RAYA IMPORTANTE DE LOS METALES, A EXCEPCIÓN DE LA RAYA DEL MAGNESIO EN 285.2 M . PARA ALGUNOS LABORATORIOS PUEDE -- SER UN INCONVENIENTE EL RÁPIDO CONSUMO DE HIDRÓGENO.

EL ESPECTRO DE LA FLAMA DE ACETILENO MUESTRA, AL IGUAL QUE LOS CONOS EXTERIORES DE LA MAYORÍA DE LAS FLAMAS ORGÁNICAS, SOBRE TODO EL ESPECTRO DE LA BANDA OH Y EL CONTINUO DE LAS MOLÉCULAS DISOCIADAS DE CO. HACIA EL ROJO, LA ESTRUCTURA DE BANDA DEL ESPECTRO OH DESAPARECE A 320 M APROXIMADAMENTE, EXCEPTO UN DÉBIL SISTEMA EN LAS PROXIMIDADES DE -- 342 M Y EN LUGAR APARECE EL ESPECTRO CONTINUO DE LA FLAMA DEL MONÓXIDO DE CARBONO. ESTE CONTINUO SE EXTIENDE DESDE LAS 300 A LAS 500 MM -- APROXIMADAMENTE, CON SU MAYOR INTENSIDAD A UNAS 450 MM.

SOBRE ESTE FONDO VAN SUPERPUESTAS DÉBILIS BANDAS DEBIDAS AL RADICAL CH A 431.5 M Y 390.0 M Y MUY DÉBILMENTE, DIVERSAS CABEZAS DE -- BANDA DEBIDAS AL CARBONO ATÓMICO, C (BANDAS DE SWAN) EN EL VERDE A -- 437.7, 516.5 Y 563.6 M . LAS BANDAS DE CH, C Y OTRAS FLAMAS DE HIDRO CARBUROS SON MUY INTENSAS EN EL ESPECTRO DE LOS GASES DEL CONO INTERMEDIO Y APARECEN CUANDO EL MONOCROMADOR SE ENFOCA INADECUADAMENTE SO--

BRE LA FLAMA.

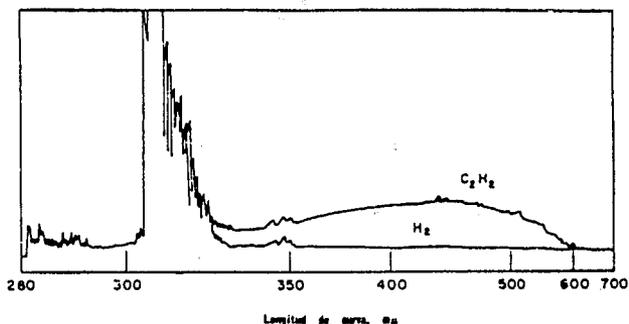


FIG 6 FONDOS DE LAS FLAMAS DE ACETILENO E HIDRÓGENO ARDIENDO EN OXÍGENO.

SELECCIÓN DE LAS CONDICIONES ÓPTIMAS DE OPERACIÓN.— HAY MUCHAS VA--
RIABLES QUE AECTAN LA EMISIÓN DE UN ELEMENTO EN LA FLAMA, APARTE DE --
LAS INTERFERENCIAS FRANCAS. CON LOS FOTÓMETROS DE FILTRO MUCHAS DE ES--
TAS VARIABLES SON FIJAS, LO QUE SIMPLIFICA EL MANEJO DEL INSTRUMENTO.
SIN EMBARGO, LOS ESPECTROFOTÓMETROS DE FLAMA MÁS VERSÁTILES PERMITEN AL
OPERADOR SELECCIONAR LAS CONDICIONES ÓPTIMAS DE TRABAJO PARA CADA PRO--
BLEMA. HAY QUE ELEGIR LA MEJOR LONGITUD DE ONDA Y PODER RESOLVER DE AL
GUNA DE LAS LONGITUDES DE ONDA UTILIZABLES DE LAS LÍNEAS O BANDAS DE --
EMISIÓN ESPECTRAL. LAS MEDICIONES DEBERÁN EFECTUARSE A PRESIONES MUY --
VARIABLES DEL OXÍGENO Y EL COMBUSTIBLE, Y LOCALIZAR LA REGIÓN DE MÁXIMA
EN EL MANTO DE LA FLAMA. CONFIENE HACER ENSAYOS CON VARIOS DISOLVENTES,
PUESTO QUE SE OBTIENE MAYOR SENSIBILIDAD E INTENSIDAD DE LA EMISIÓN POR
ROCIO CON UN DISOLVENTE ORGÁNICO QUE CON LA PULVERIZACIÓN DE SOLUCIONES
ACUOSAS.

RESOLUCIÓN Y ANCHURA DE RENDIJA.— LA ELECCIÓN DE LA ABERTURA DE LA
RENDIJA O DE LA ANCHURA DE LA BANDA DE UN FILTRO, AFECTA LA RELACIÓN EN
TRE EL FONDO DE FLAMA Y LA SEÑAL, Y TAMBIÉN LA RAZÓN DE INTERFERENCIA --
DE DOS LÍNEAS DE EMISIÓN MUY JUNTAS. LA RELACIÓN DEL FONDO, QUE ES LA
LECTURA DEL FONDO DIVIDIDA POR LA RAYA O BANDA DE EMISIÓN NETA, DEBE --
SER LO MÁS BAJA POSIBLE. CON UN FILTRO PARA FOTÓMETRO DE FLAMA, ESTA --
VARIABLE ES FIJA. SIN EMBARGO, CON UN MONOCROMADOR, TAL COMO EL INCOR--
PORADO AL ESPECTROFOTÓMETRO DE FLAMA BECKMAN, EL OPERADOR PUEDE SELEC--
CIONAR LA RAZÓN ÓPTIMA PARA JADA LÍNEA DE ANÁLISIS. LA RESPUESTA AL --
FONDO DE FLAMA VARÍA CON EL CUADRADO DE LA ANCHURA DE LA RENDIJA, EN --
TANTO QUE LA RESPUESTA A LA LÍNEA ESPECTRAL ES FUNCIÓN LINEAL DE LA AN

CHURA DE LA RENDIJA. EL EFECTO NETO DE LA DISMINUCIÓN DE LA ANCHURA DE LA RENDIJA ES LA PRODUCCIÓN DE UNA RELACIÓN SEÑAL-A-FONDO GRANDE. SIN EMBARGO, LA EMISIÓN NETA DE UNA RAYA ANALÍTICA HA DE SER LO SUFICIENTEMENTE GRANDE PARA QUE SE PUEDA DISTINGUIR DE LA DE UN TESTIGO EN BLANCO Y PARA SUMINISTRAR LA SENSIBILIDAD ADECUADA AL ANÁLISIS DEL ELEMENTO QUE SE ENSAYA. ALGUNAS VECES ES NECESARIO AUMENTAR LA ANCHURA DE LA RENDIJA A FIN DE OBTENER UNA DESVIACIÓN SUFICIENTE DE LA AGUJA MEDIDORA PARA CONCENTRACIONES CADA VEZ MÁS BAJAS DE UN ELEMENTO, TAL COMO MUESTRA LA TABLA # 5 PARA ANÁLISIS DE SODIO Y DE POTASIO. EN LOS EJEMPLOS SEÑALADOS, UNA MAYOR ABERTURA DE LA RENDIJA DA POR RESULTADO UN AUMENTO DE LA ANCHURA DE LA BANDA ESPECTRAL, QUE A SU VEZ SE TRADUCE EN UN AUMENTO -- DEL FONDO Y LA POSIBILIDAD DE INCLUIR OTRAS LÍNEAS DE EMISIÓN EN LAS -- LECTURAS.

TABLA # 5

EFECTO DE LA ANCHURA DE LA RENDIJA SOBRE LA RESOLUCION.

AMBITO DE LA ESTANDARIZACIÓN, P.P.M.	ANCHURA DE LA RENDIJA MM	BANDA ESPECTRAL, M	INTENSIDAD DEL FONDO, %
DETERMINACIÓN DEL SODIO: LONGITUD DE ONDA, 589 M			
0 A 100	0.1	4.5	0.5
0 A 10	0.3	10.9	2.5
0 A 1	0.6	20.5	28.0
DETERMINACIÓN DEL POTASIO: LONGITUD DE ONDA, 767 M			
0 A 100	0.1	8.3	0.5
0 A 10	0.4	26.0	3.0
0 A 1	0.8	49.6	45.0

LA ABERRACIÓN ESFÉRICA Y EL COMA DEL ESPEJO COLIMADOR, LA DIFRACCIÓN, LA REFLEXIÓN DIFUSA, LAS IMPERFECCIONES DE LAS CARAS DE LOS PRISMAS Y EL EMPAREJAMIENTO IMPERFECTO DE LA IMAGEN DE LA RENDIJA DE ENTRADA CON LA DE SALIDA, SE COMBINAN PARA OCASIONAR PÉRDIDAS DE RESOLUCIÓN. ESTO DA ORIGEN A QUE LA RAZÓN DE LA SEÑAL AL FONDO SE ACERQUE A UN VALOR LÍMITE A MEDIDA QUE DISMINUYE LA ANCHURA DE LA RENDIJA Y CUANDO ÉSTA ES INFERIOR A 0.03 MM SE LOGRA Poca RESOLUCIÓN ADICIONAL. POR DEBAJO DE ESTE VALOR, LA ELECCIÓN DE LA ANCHURA DE LA RENDIJA DEPENDE ÚNICAMENTE DE CONSIDERACIONES DE SENSIBILIDAD.

CUANDO LA RADIACIÓN DEL FONDO AUMENTA 25 VECES ENTRE 0.01 Y 0.05 MM, Y UNA LÍNEA DE EMISIÓN AUMENTA 17 VECES APROXIMADAMENTE, LA RENDIJA ES ÚTIL PARA EL CONTROL DE SENSIBILIDAD. CUANDO LAS BANDAS DE EMISIÓN SON ANCHAS, LA RELACIÓN ENTRE LA EMISIÓN METÁLICA O EL FONDO DE FLAMA -- SON CASI INDEPENDIENTE DE LA ANCHURA DE LA RENDIJA Y, CON FRECUENCIA, RE

SULTA VENTAJOSO EMPLEAR RENDIJAS DE 0.2 MM, A MENOS QUE LA PRESENCIA DE RAYAS CERCANAS DEBIDAS A ELEMENTOS INTERFERENTES OBLIGUE A HACER USO DE ABERTURAS MÁS PEQUEÑAS.

LA ANCHURA DE LA RENDIJA INFLUYE TAMBIÉN EN LA SEPARACIÓN DE LAS RAYAS DE EMISIÓN CONTIGUAS DEL MISMO ELEMENTO O DE OTROS CONSTITUYENTES DE LA MUESTRA Y, EN ÉSTE ÚLTIMO CASO, SE DICE QUE LA RAZÓN DE INTERFERENCIA ES PERMISIBLE. EL MONTO DE LA SUPERPOSICIÓN O INTERFERENCIA ENTRE LAS LÍNEAS MUY POCO ESPACIADAS DEPENDE TANTO DE LA CURVA DE RESPUESTA ESPECTRAL DEL DETECTOR FOTSENSIBLE Y DE LAS EMISIVIDADES NATURALES DE LAS DIFERENTES RAYAS COMO DE LAS PROPIEDADES DE LOS FILTROS Y DE LAS RENDIJAS. EL EFECTO RESULTANTE SE MIDE POR EL VALOR DE LA CONCENTRACIÓN DE CADA ELEMENTO DESEADO QUE DA LA MISMA DESVIACIÓN QUE UNA CONCENTRACIÓN ALTA DE CADA ELEMENTO INTERFERENTE. POR EJEMPLO, UNA SOLUCIÓN CONTENIENDO 1000 P.P.M. (PARTES POR MILLÓN) DE SODIO, DIO UNA DESVIACIÓN DE 0.5 DIVISIONES CON UN FILTRO USADO PARA AISLAR LUZ DE POTASIO A 767 MM CON EL MISMO FILTRO 10 P P M DE POTASIO DARÍAN UNA DESVIACIÓN DE 45 DIVISIONES, DE MODO QUE 1/9 P P M DE POTASIO DARÍAN UNA DESVIACIÓN DE 0.5 DIVISIONES. LA RAZÓN DE INTERFERENCIA SERÍA, PUES, DE 1 EN 9 000.

ESTA CLASE DE DIFICULTADES PUEDE REDUCIRSE AL MÍNIMO O INCLUSO ELIMINARSE, EN CIERTOS CASOS, DISMINUYENDO LA ABERTURA DE LA RENDIJA O CAMBIANDO LA LONGITUD DE ONDA; PERO PARA QUE ESTAS OPERACIONES TENGAN ÉXITO ES NECESARIO CONTAR CON LA ALTA SENSIBILIDAD DEL DETECTOR FOTOMULTIPLICADOR. LA RESOLUCIÓN DE LAS CERCANAS RAYAS DEL HIERRO EN 372.0, A 373.7 Y 373 M QUE MUESTRA LA FIGURA # 7, ES IMPOSIBLE SIN UN FOTOMULTIPLICADOR DETECTOR. CON UNA ABERTURA DE RENDIJA NO MAYOR DE 0.04 MM, LAS RAYAS SINGULARES DEL HIERRO EN 372.0 Y 373.7 M QUEDAN COMPLETAMENTE SEPARADAS UNA DE OTRA, Y EL VERDADERO FONDO DE FLAMA PUEDE LEERSE EN EL VALLE ENTRE LAS LÍNEAS. ANÁLOGAMENTE, A ESTA ABERTURA DE RENDIJA, LA ANCHURA LINEAL EFECTIVA DE LA RAYA 386.0 M DEL HIERRO Y LA RAYA 387.1 M DEL COBALTO SON SUFICIENTEMENTE ESTRECHAS PARA PERMITIR LA RESOLUCIÓN DE AMBAS LÍNEAS.

LA RAYA DEL COBALTO SE UTILIZA ALGUNAS VECES PARA ESTÁNDAR INTERNO.

PRESIONES OPTIMAS DE GAS. - UNA VARIACIÓN DE LA PROPORCIÓN ENTRE EL COMBUSTIBLE Y EL OXÍGENO AFECTA LA TEMPERATURA Y LAS DIMENSIONES DE FLA

MA. LAS PRESIONES QUE PRODUCEN LA MÁXIMA INTENSIDAD DE EMISIÓN DE UNA BANDA O LÍNEA DE ANÁLISIS VARÍAN ALGO, DEPENDIENDO DEL ELEMENTO, DE SU CONCENTRACIÓN Y DE LA LONGITUD DE ONDA USADA EN LA MEDICIÓN. EL MALO--GRO DE OPERAR CON LA MÁXIMA INTENSIDAD NO AFECTA DIRECTAMENTE A LA EXAC--TITUD DEL ANÁLISIS. SIN EMBARGO, CONVIENE HACERLO LO MÁS CERCA POSIBLE DE LA MÁXIMA INTENSIDAD DE EMISIÓN, PORQUE PUEDEN USARSE ANCHURAS DE --BANDA ESPECTRAL MÁS ESTRECHAS Y PORQUE HAY MENOS PERTURBACIONES DE LA --PRESIÓN DEL OXÍGENO Y EL COMBUSTIBLE.

EL FLUJO DE AIRE O DE OXÍGENO ACTÚA TAMBIÉN COMO AGENTE DE ASPIRA--CIÓN. DIFERENCIAS ENTRE LOS DOS DIÁMETROS DE LOS ORIFICIOS CAPILARES Y DEL OXÍGENO, ASÍ COMO MENUDAS OBSTRUCCIONES DENTRO Y ALREDEDOR DEL ORI--FICIO DEL OXÍGENO ALTERAN, NO SÓLO EL FLUJO DE OXÍGENO, SINO TAMBIÉN LA VELOCIDAD DE ASPIRACIÓN DE LA SOLUCIÓN QUE SE EXAMINA. ÉSTOS MISMOS --FACTORES TAMBIÉN ALTERAN LA TEMPERATURA DE LA FLAMA Y, POR CONSIGUIENTE, AFECTAN A LA VEZ AL FONDO DE FLAMA Y A LA EMISIÓN DE LA LÍNEA DE ANÁLI--SIS.

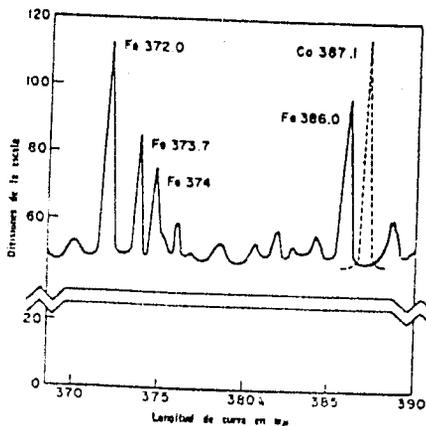


FIG 7 ESPECTRO DE EMISIÓN DEL HIERRO. CONCENTRACIÓN 100 PPM DE HIERRO; 400 P P PM DE COBALTO.

SE HALLAN EXPERIMENTALMENTE LAS PRESIONES ADECUADAS FIJANDO EL TAM-
BOR DE LONGITUDES DE ONDA PARA UNA DETERMINADA RAYA DE EMISIÓN Y AJUS-
TANDO LAS PRESIONES DEL COMBUSTIBLE Y DEL OXÍGENO (O DEL AIRE) INDEPEN-
DIENTEMENTE, HASTA OBTENER LA MÁXIMA EMISIÓN DE LA RAYA. LA FIGURA # 8
ES UNA GRÁFICA DE LA EMISIÓN DE LA RAYA 372.0 M DEL HIERRO MEDIDA POR -
EL DESPLAZAMIENTO DE LA ESCALA SOBRE EL FONDO DE FLAMA, TOMANDO ESTE ÚL-
TIMO A 371.0 M. LA MÁXIMA EMISIÓN DEL HIERRO SE OBTIENE EMPLEANDO UNA
PRESIÓN PARA EL COMBUSTIBLE DE (4.5 LB POR PIG) (0.315 KG POR CM). DES-
PUÉS DE HALLADA LA PRESIÓN ÓPTIMA PARA EL OXÍGENO TAL COMO SE ILUSTR-
EN LA FIGURA # 9. LA PRESIÓN DEL COMBUSTIBLE SE MANTIENE CONSTANTE A -
SU VALOR ÓPTIMO MIENTRAS VARÍA LA PRESIÓN DEL OXÍGENO. EN ESTE EJEMPLO,
EL FONDO DE FLAMA DISMINUYE GRADUALMENTE Y PERMANECE CONSTANTE PARA PRE-
SIONES DE OXÍGENO SUPERIORES A (9 LB POR PIG) (0.630 KG POR CM). LA --
EMISIÓN RESULTANTE DEL HIERRO ALCANZA SU VALOR MÁXIMO A PRESIONES LIGE-
RAMENTE INFERIORES DE OXÍGENO. ASÍ, LAS PRESIONES DE OXÍGENO QUE DÁN -
LA PROPORCIÓN MÁS FAVORABLE DE RAYA-A-FONDO, QUEDAN POR ENCIMA DE 9 LB
POR PIG. (4.07×10^{-3} KG/CM) Y POR DEBAJO DE LA PRESIÓN A LA QUE TIENDE A
APAGARSE LA FLAMA, LO CUAL OCURRE A MÁS DE 10 LB (4.5×10^{-3} KG/CM). PA-
RA OTRAS LÍNEAS Y OTROS ELEMENTOS, LA EMISIÓN Y EL FONDO DE FLAMA PUE--
DEN MOSTRAR UN FIRME INCREMENTO A MEDIDA QUE LA PRESIÓN DEL COMBUSTIBLE
AUMENTA O LA PRESIÓN DEL OXÍGENO DISMINUYE, SIN QUE APAREZCA, O SÓLO FU-
GAZMENTE, UNA MESETA. TAL ES EL CASO PARA EL COBRE. LA FIGURA # 10 --
CONTIENE DATOS ILUSTRATIVOS.

EFFECTOS TÍPICOS PRODUCIDOS POR LAS PRESIONES DE OXÍGENO Y DE COM-
BUSTIBLE SOBRE LAS INTENSIDADES RELATIVAS DE LAS RAYAS DE EMISIÓN DE VA-
RIOS ELEMENTOS SON LOS RESULTANTES REPRESENTADOS EN LA FIGURA # 11. LA
RAYA ATÓMICA DEL CALCIO A 422.7 M μ Y LA DEL ESTRONCIO A 460.7 M MUES-
TRAN UNA MARCADA DISMINUCIÓN DE INTENSIDAD PARA PRESIONES MÁS ELEVADAS
DE AIRE, EN TANTO QUE LOS DEMÁS ELEMENTOS PRESENTAN UN AUMENTO QUE LLEGA
A SER CONSTANTE (HORIZONTAL). INDOUDABLEMENTE, ESTA DIFERENCIA SE DEBE,
EN PARTE, A LA ALTA ENERGÍA DE DISOCIACIÓN DE LAS MOLÉCULAS DE CaO Y --
SrO, A SABER, 5.2 ELECTRÓN-VOLTIOS Y 4.3 ELECTRÓN-VOLTIOS RESPECTIVAMEN-
TE. PARA FLAMAS MÁS FRÍAS, EN LAS QUE LA ENERGÍA ES CONSIDERABLEMENTE
INFERIOR A 4.3 ELECTRÓN VOLTIOS, LAS MOLÉCULAS NO TIENDEN A LA DISOCIA-
CIÓN, CON LA CONSIGUIENTE DEBILITACIÓN DE LAS LÍNEAS ATÓMICAS NEUTRAS.
AL MISMO TIEMPO, LA EMISIÓN DE LOS SISTEMAS DE BANDAS DE CaO DISMINUYE.

UN CAMBIO EN LAS PRESIONES DEL OXÍGENO Y DEL COMBUSTIBLE ALTERA -- TAMBIÉN LA ESTRUCTURA DE LA FLAMA ACORTANDO LA ALTURA DEL CONO INTERIOR Y AUMENTANDO LA CONCENTRACIÓN DEL OXÍGENO. CONSECUENTEMENTE, HAY QUE -- CONSIDERAR LA ALTURA QUE ALCANZA LA FLAMA. LA FIGURA # 12 MUESTRA LAS INTENSIDADES DE EMISIÓN DE VARIOS ELEMENTOS EN FUNCIÓN DE LA DISTANCIA DESDE LA PUNTA DEL CONO INTERMEDIO PARA LA FLAMA DE AIRE ACETILENO. UNA VEZ MÁS LAS RAYAS DEL CALCIO Y DEL ESTRONCIO DIFIEREN DE LA PAUTA MEDIA Y SON MÁS INTENSAS PRECISAMENTE ENCIMA DEL VÉRTICE DEL CONO INTERMEDIO, MIENTRAS QUE LA EMISIÓN MÁXIMA PARA LOS ALCALINOS OCURRE A UNOS 10 MM -- MÁS ARRIBA Y PERSISTE A UNA INTENSIDAD RELATIVAMENTE ALTA A MAYORES ALTURAS. NINGUNO DE LOS ACTUALES FOTÓMETROS DE FLAMA DISPONE DE MEDIOS PARA LOCALIZAR LA EMISIÓN EN LA FLAMA, UNA VEZ HECHA LA ALINEACIÓN ÓPTICA INICIAL DEL QUEMADOR, ES FÁCIL CONSTRUIR MONTAJES AJUSTABLES PARA EL -- quemador.

DISOLVENTES ORGÁNICOS. -- LA PREPARACIÓN DE MUESTRAS PARA EL ANÁLISIS POR FLAMOMETRÍA Y LA SEPARACIÓN DE LOS ELEMENTOS QUE INTERFIEREN, -- SUELE LLEVAR MUCHO TIEMPO. POR EJEMPLO, LOS ACEITES LUBRICANTES Y LA -- MAYORÍA DE LOS PRODUCTOS DEL PETRÓLEO TIENEN QUE SER REDUCIDOS A CENIZAS PRIMERO Y DISOLVER DESPUÉS ESTAS CENIZAS SI SE VAN A EMPLEAR SOLUCIONES ACUOSAS. EL TIEMPO NECESARIO PARA LA PREPARACIÓN DE LA MUESTRA PUEDE ACORTARSE DISOLVIENDO DIRECTAMENTE LA MUESTRA EN UN DISOLVENTE ORGÁNICO, PARA QUEDAR EN DISPOSICIÓN DE SER ASPIRADA. EN OTROS CASOS SE PUEDEN ELIMINAR LAS INTERFERENCIAS EXTRAYENDO LA MUESTRA CON UN DISOLVENTE ORGÁNICO PARA ELIMINAR SELECTIVAMENTE UNO O MÁS ELEMENTOS.

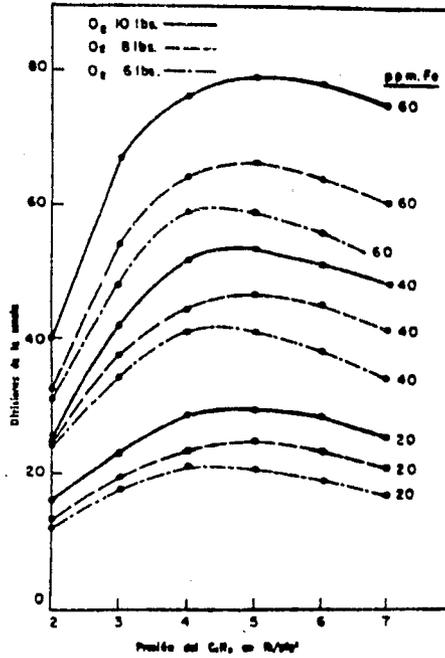


Fig 8

Emisión a 372-m μ del hierro en función de la presión de acetileno a varias presiones de oxígeno

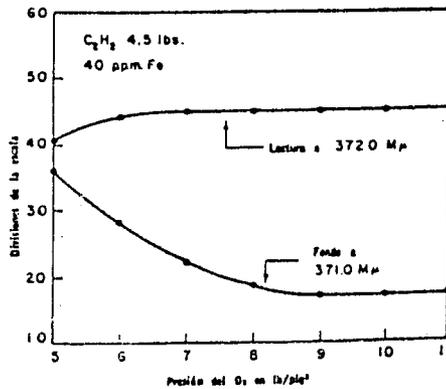


Fig 9

Intensidad de la emisión del hierro y fondo de llama en función de la presión del oxígeno

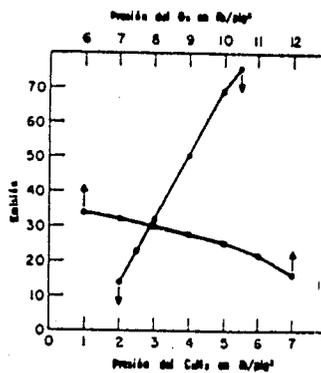


Fig 10 Intensidad de la emisión de la raya 324.7 m μ del cobre en función de las presiones de oxígeno y acetileno

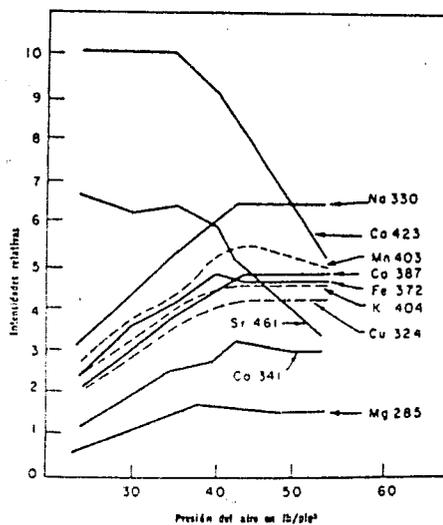


Fig 11 Influencia de la presión del aire sobre la emisión de varias líneas atómicas (flama de acetileno).

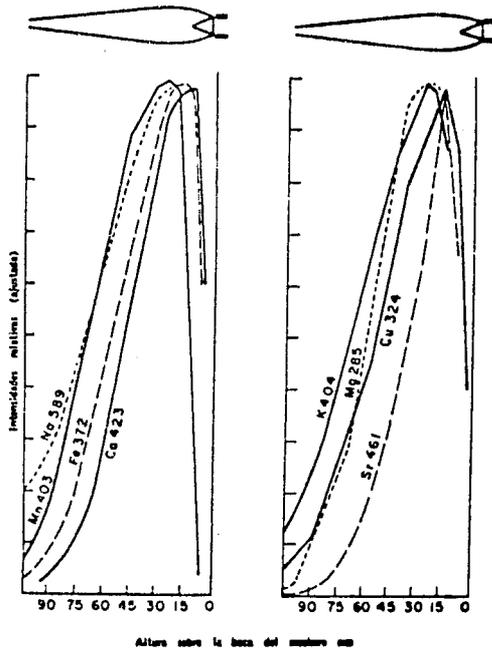


Fig 12

Intensidades emisivas de elementos a diferentes alturas en la llama de aire-acetileno.

LA MAYORÍA DE LOS DISOLVENTES ORGÁNICOS EJERCEN UNA MARCADA INFLUENCIA EN LA CARACTERÍSTICA EMISIÓN DE LOS METALES. SE LOGRA UNA MAYOR SENSIBILIDAD E INTENSIDAD DE LA EMISIÓN POR ATOMIZACIÓN DE CASI TODO TIPO DE DISOLVENTES ORGÁNICOS, QUE CON LA ASPIRACIÓN DE SOLUCIONES ACUOSAS. ASÍ POR EJEMPLO, SE HA OBSERVADO UN AUMENTO CONTINUO EN LA INTENSIDAD DEL SISTEMA DE BANDAS DEL BORDO A MEDIDA QUE CRECE LA CONCENTRACIÓN DEL METANO₁, COMO SE VE CLARAMENTE EN LA TABLA # 6

LA MOLÉCULA ORGÁNICA SE QUEMA Y CONTRIBUYE CON SU PROPIO CALOR DE REACCIÓN AL SUMINISTRARLO POR LOS GASES DE LA COMBUSTIÓN.

AÚN CUANDO ESTO NO ELEVARA APRECIABLEMENTE LA TEMPERATURA DE LA FLAMA A CAUSA DE LOS EQUILIBRIOS DE DISOCIACIÓN, SUCEDERÍA AÚN MÁS, CUANDO SE ASPIRAN SOLUCIONES ACUOSAS, LA FLAMA ES ENFRIADA AL SUSTRARLE CALOR PARA EFECTUAR LA VOLATILIZACIÓN Y DISOCIACIÓN DE LAS MOLÉCULAS DE AGUA.

TABLA # 6

EMISIÓN RELATIVA DEL BORO CON SOLUCIONES DE METANOL - AGUA.

METANOL PRESENTE EN ML/100 ML DE SOLUCIÓN TOTAL	0	20	50	75	90
INTENSIDAD DE LA EMISIÓN					

LOS DISOLVENTES ORGÁNICOS TAMBIÉN INFLUYEN SOBRE LA VELOCIDAD DE ASPIRACIÓN Y EL RENDIMIENTO DE DIMINUTAS GOTAS (CANTIDAD DE NEBLINA) -- QUE REALMENTE LLEGAN A LA FLAMA CON LOS ASPIRADORES DE CÁMARA DE CONDENSACIÓN. CUÁNTO MÁS PEQUEÑO ES EL TAMAÑO DE LA PARTÍCULO, MÁS RÁPIDA ES LA VOLATIZACIÓN CON LOS QUEBADORES-ASPIRADORES. EL AUMENTO DE LA INTENSIDAD EMISIVA PUEDE SER MUY GRANDE. LA EMISIÓN DEL CROMO SE INCREMENTA 50 VECES CON SOLUCIONES DE METILISOBUTIL CETONA, Y AUMENTOS DE 6 A 15 VECES MAYORES, SON CORRIENTES.

PUEDEN APROVECHARSE LAS TÉCNICAS DE EXTRACCIÓN ENTRE LÍQUIDO Y LÍQUIDO PARA EFECTUAR SEPARACIONES ANALÍTICAS Y ASPIRAR ENTONCES DIRECTAMENTE LA FASE ORGÁNICA DENTRO DE LA FLAMA PARA SACAR VENTAJA DE LAS EMISIONES DE LA FLAMA AUMENTADAS. ALGUNOS EXTRACTORES ESPECÍFICOS SON ÚTILES PARA AISLAR UN METAL DE OTROS ELEMENTOS CONTENIDOS EN LA MUESTRA, -- ENTRE LOS CUALES PUEDE HABER INTERFERENCIAS. ADEMÁS, ES POSIBLE CONCENTRAR UNA PEQUEÑA CANTIDAD DE UN METAL, LO QUE UNIDO A LA INTENSIDAD AUMENTADA DE LA EMISIÓN HACE FACTIBLE LA DETERMINACIÓN DE METALES CON ESPECTROS DE FLAMA RELATIVAMENTE DÉBILES. EL HIERRO, POR EJEMPLO, PUEDE SER EXTRAÍDO CON ACETILCETONA DE TODA CLASE DE ALEACIONES NO FERROSAS Y DE VARIOS MINERALES. INTERFERENCIAS GRAVES PRODUCIDAS POR GRANDES CANTIDADES DE ELEMENTOS MATRICES O DE REACTIVOS AÑADIDOS DURANTE LA PREPARACIÓN DE LA MUESTRA, TAMBIÉN SON ELIMINADOS. ELIGIENDO UN EXTRACTOR -- GENERAL PUEDEN ELIMINARSE DE UNA VEZ VARIOS DE LOS CONSTITUYENTES SECUNDARIOS DE UNA MUESTRA Y SER ANALIZADOS UNO TRAS OTRO EN EL MISMO EXTRACTO. DE ESTA MANERA, EL COBRE, NÍQUEL Y MANGANESO HAN SIDO EXTRAÍDOS DE ALEACIONES A BASE DE ALUMINIO CON SOLUCIÓN CLOROFÓRMICA DE DIETILDITIOCARBONATO Y DETERMINADOS SUCESSIVAMENTE EXPLORANDO LA PROPORCIÓN ADECUADA DEL ESPECTRO DE FLAMA.

INTERFERENCIAS. -- EL TÉRMINO INTERFERENCIA ABARCA LOS VARIOS EFECTOS QUE SOBRE LA EMISIÓN DE LA FLAMA DE LA SUSTANCIA QUE SE ESTUDIA, -- EJERCEN OTRAS DISUELTAS. ES POSIBLE HALLAR UNA EXPLICACIÓN PARA ALGUNOS DE ELLOS, PERO OTROS PERMANECEN AÚN OSCUROS. LA HISTORIA Y COMPOSICIÓN PROBABLE DE CADA MUESTRA ANALIZADA CON LAS TÉCNICAS DE LA FOTOMETRÍA DE FLAMA DEBEN SER OBJETO DE UN ESTUDIO CUIDADOSO.

LA EMISIÓN DE IONES METÁLICOS ES AFECTADA POR LA PRESENCIA DE OTROS ELEMENTOS. EL ERROR PRODUCIDO PUEDE SER POSITIVO O NEGATIVO Y SU CUANTÍA DEPENDE DE LA CONCENTRACIÓN E IDENTIDAD DE LOS ELEMENTOS QUE INTERVIENEN.

EL CALCIO Y EL ESTRONCIO. LA ADICIÓN DE CANTIDADES CRECIENTES DE ALUMINIO A UNA SOLUCIÓN DE CALCIO O DE ESTRONCIO, REDUCE LA INTENSIDAD DE SUS LÍNEAS O BANDAS, Y CON UNA CONCENTRACIÓN DE ALUMINIO SUPERIOR A 0.2 M, LA EMISIÓN DE 1 000 P P M DE CALCIO YA NO PUEDE SER DESCUBIERTA. HAY QUE TENER EN CUENTA ESTE EFECTO CUANDO SE ANALIZAN TIERRAS. POR OTRA PARTE, EL EFECTO DE INTERFERENCIA PUEDE SER ÚTIL PARA REDUCIR O ELIMINAR COMPLETAMENTE LA INTERFERENCIA DEL CALCIO EN LAS DETERMINACIONES DE SODIO, CUANDO PARA ELLO SE UTILIZAN INSTRUMENTOS DE FILTRO QUE PERMITEN EL PASO DE LA LUZ DEL CALCIO.

COMO YA SE HA SEÑALADO ANTERIORMENTE, EL PROCESO DE LA EXCITACIÓN YA ACOMPAÑADO POR LA PÉRDIDA DE UNA CANTIDAD DISCRETA DE ENERGÍA EN FORMA DE RADIACIÓN EN CUANTO EL ELECTRÓN VUELVE A SU POSICIÓN ORIGINAL O A UN NIVEL DE ENERGÍA INFERIOR. ESTA ENERGÍA ES JUSTAMENTE CAPAZ DE EXCITAR OTRO ÁTOMO DEL MISMO ELEMENTO Y EN LA MISMA FORMA. DE ESTA MANERA, A MEDIDA QUE LA RADIACIÓN EMITIDA PASA A TRAVÉS DEL CONO EXTERIOR, PARTE DE ELLA PUEDE SER REABSORBIDA POR ÁTOMO DE SU PROPIA CLASE, QUE A SU VEZ, QUEDAN EXCITADOS. COMO SOLAMENTE HAY ÁTOMOS CON ESTADOS DE ENERGÍA BAJA O ENERGÍA FUNDAMENTAL EN LA FRANJA ABSORBENTE, LA AUTOABSORCIÓN TIENDE A QUEDAR LIMITADA A LAS LÍNEAS DE BAJA ENERGÍA QUE TERMINAN EN EL NIVEL DE LA ENERGÍA FUNDAMENTAL, SUELEN RECIBIR EL NOMBRE DE LÍNEAS DE RESONANCIA Y CONSTITUYEN UNA PARTE IMPORTANTE DE LAS RAYAS EMISIVAS DE LA FLAMA.

LA AUTOABSORCIÓN PUEDE AVINDRARSE HACIENDO USO DE SOLUCIONES DILUIDAS. A CONCENTRACIONES RELATIVAMENTE BAJAS, LA DENSIDAD DEL VAPOR DE LOS ÁTOMOS ABSORBENTES DEPENDERÁ. HAY QUE HACER HINCAPIÉ EN LA CONVENIENCIA DE USAR FOTODETECTORES SENSIBLES Y DISOLVENTES ORGÁNICOS

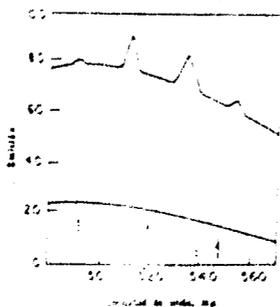


FIG 13. EMISIÓN DE FONDO DEL POTASIO (CURVA DE ARRIBA) COMPARADA CON EL DISOLVENTE SOLO. LAS FLECHAS INDICAN LAS CABEZAS DE BANDA DEL BORO.

REALCE DEL FONDO.— LA MAYORÍA DE LOS ELEMENTOS, CUANDO ESTÁN PRESENTES EN CONCENTRACIONES RELATIVAMENTE ALTAS, DAN UNA RADIACIÓN CONTINUA APARTE DE LA PRODUCIDA POR LA MISMA FLAMA. NÓTESE EN LA FIGURA # 13 EL ESPECTRO DE EMISIÓN DEL POTASIO ENTRE 480 Y 570 M, LA MISMA RADIACIÓN EN QUE ESTÁ SITUADO EL SISTEMA DE LA BANDA ÓXIDO DE BORO. TODO EL NIVEL DE LA RADIACIÓN, COMPARADO CON EL DISOLVENTE EN BLANCO, HA AUMENTADO EN PRESENCIA DEL POTASIO.

ESTE TIPO DE RADIACIÓN SE COMPENSA AGREGANDO UNA CANTIDAD EQUIVALENTE DE SUSTANCIAS INTERFERENTES A LOS ESTÁNDARES DE COMPARACIÓN; SIN EMBARGO, CUANDO SE TRABAJA CON MUESTRAS QUE NO TIENEN LAS CARACTERÍSTICAS, HABITUALES, ESTE MÉTODO DE COMPENSACIÓN ES DIFÍCIL, CUANDO NO IMPOSIBLE. UN MÉTODO MEJOR CONSISTE EN MEDIR EL FONDO REAL DE LA MUESTRA. SI SE TOMAN ADECUADAMENTE LAS LECTURAS DEL FONDO Y SE RESTAN DE LA EMISIÓN TOTAL EN LA CRESTA DE LA LÍNEA O DE LA BANDA, QUEDAN SIN EFECTO VARIACIONES MUY GRANDES EN LA RADIACIÓN DE FONDO. EN GENERAL, LAS LECTURAS TOMADAS INMEDIATAMENTE ANTES Y DESPUÉS DE LA EMISIÓN MÁXIMA REPRESENTAN ADECUADAMENTE EL FONDO. DE ESTA MANERA PUEDEN APLICARSE LAS CORRECCIONES SIN QUE HAGA FALTA CONOCER CUÁLES ELEMENTOS, Y EN QUÉ CANTIDAD, OCASIONAN EL REALCE DEL FONDO.

AUTOABSORCIÓN.— LA INFLUENCIA DE LA CONCENTRACIÓN SOBRE LA EMISIÓN DE LA LUZ DE SODIO DE UNA FLAMA, SE PONE DE MANIFIESTO ESTUDIANDO LA FIGURA # 14. LA CURVA 1, EN LA QUE 1 P P M DE SODIO SE HA FIJADO A UNA LECTURA DE 70 SOBRE LA ESCALA DE EMISIÓN, ES TAN APROXIMADAMENTE LINEAL QUE LOS RESULTADOS PUEDEN SER INTERPOLADOS DIRECTAMENTE EN LAS LECTURAS DEL MEDIDOR. LA CURVA 2, 10 P P M EN TODA ESCALA, YA NO ES LINEAL Y, EN CONSECUENCIA, ES PRECISO HACER USO DE UNA CURVA DE CALIBRACIÓN. POR ENCIMA DE 100 P P M DE SODIO, LA CURVA SE HACE PARABÓLICA, Y EL INCREMENTO LUMINOSO ES PROPORCIONAL A LA RAÍZ CUADRADA DE LA CONCENTRACIÓN. LA PRONUNCIADA CONCAVIDAD ASCENDENTE ES DEBIDA A LA AUTOABSORCIÓN. MUCHAS LÍNEAS DE EMISIÓN SE CONDUCEAN ANÁLOGAMENTE.

TAL SOMBRADA ENTRE LAS CURVAS A Y B POR DEBAJO DE D, TIENE LA MISMA SIGNIFICACIÓN PARA EL DOBLETE ROJO DEL POTASIO A 767 Y 769 M. PARA EL ÚLTIMO PAR DE RAYAS, QUE INCLUYE LAS LÍNEAS DE RESONANCIA, LA COINCIDENCIA APARECE A TEMPERATURAS Y CONCENTRACIONES MÁS BAJAS.

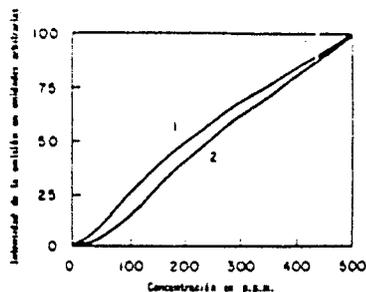


FIG 15. CURVA DE CALIBRACIÓN PARA EL POTASIO A 769 M .

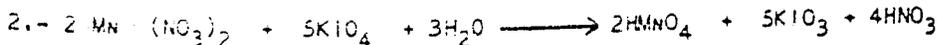
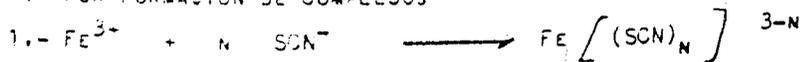
COLORIMETRÍA.— DESDE EL PUNTO DE VISTA ANALÍTICO, LA COLORIMETRÍA ES LA MEDIDA DE LA CANTIDAD DE UNA SUBSTANCIA POR COMPARACIÓN DEL SISTEMA COLORIDO DESCONOCIDO CON UN SISTEMA SEMEJANTE QUE TENGA CANTIDAD CONOCIDA DE ESTA SUBSTANCIA.

ESTA COMPARACIÓN SE PUEDE LLEVAR A CABO CON DIFERENTES MÉTODOS ENTRE LOS CUALES ESTÁN:

- 1.- SERIES TIPO
- 2.- MÉTODO DE DILUCIÓN
- 3.- MÉTODO DE BALANCEO
- 4.- MÉTODO DE DUPLICACIÓN.

EN LA COLORIMETRÍA SE UTILIZA LA LEY DE LAMBERT Y BEER, PERO SABEMOS QUE PRESENTA DESVIACIONES DEBIDAS A FENÓMENOS SECUNDARIOS COMO SON LOS SIGUIENTES:

- 1.- POR PRECIPITACIÓN
- 2.- POR FORMACIÓN DE SOLIDOS
- 3.- POR DISOCIACIÓN
- 4.- POR FORMACIÓN DE COMPLEJOS



TAL SOMBRADA ENTRE LAS CURVAS A Y B POR DEBAJO DE D, TIENE LA MISMA SIGNIFICACIÓN PARA EL DOBLETE ROJO DEL POTASIO A 767 Y 769 M. PARA EL ÚLTIMO PAR DE RAYAS, QUE INCLUYE LAS LÍNEAS DE RESONANCIA, LA COINCIDENCIA APARECE A TEMPERATURAS Y CONCENTRACIONES MÁS BAJAS.

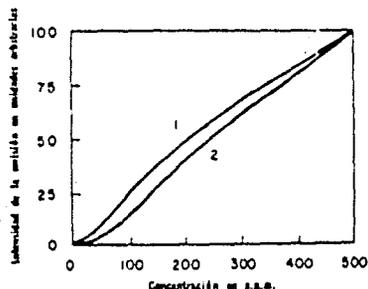


FIG 15. CURVA DE CALIBRACIÓN PARA EL POTASIO A 769 M .

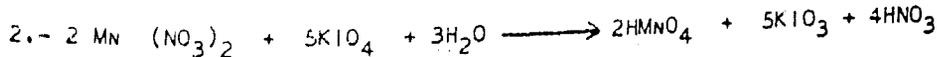
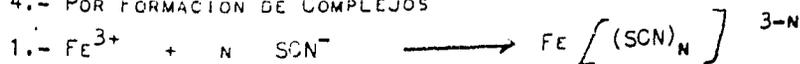
COLORIMETRÍA.— DESDE EL PUNTO DE VISTA ANALÍTICO, LA COLORIMETRÍA ES LA MEDIDA DE LA CANTIDAD DE UNA SUSTANCIA POR COMPARACIÓN DEL SISTEMA COLORIDO DESCONOCIDO CON UN SISTEMA SEMEJANTE QUE TENGA CANTIDAD CONOCIDA DE ESTA SUSTANCIA.

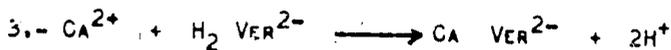
ESTA COMPARACIÓN SE PUEDE LLEVAR A CABO CON DIFERENTES MÉTODOS ENTRE LOS CUALES ESTÁN:

- 1.- SERIES TIPO
- 2.- MÉTODO DE DILUCIÓN
- 3.- MÉTODO DE BALANCEO
- 4.- MÉTODO DE DUPLICACIÓN.

EN LA COLORIMETRÍA SE UTILIZA LA LEY DE LAMBERT Y BEER, PERO SABEMOS QUE PRESENTA DESVIACIONES DEBIDAS A FENÓMENOS SECUNDARIOS COMO SON LOS SIGUIENTES:

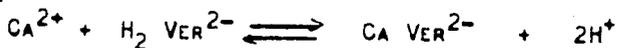
- 1.- POR PRECIPITACIÓN
- 2.- POR FORMACIÓN DE COLOIDES
- 3.- POR DISOCIACIÓN
- 4.- POR FORMACIÓN DE COMPLEJOS





DURANTE LA TITULACIÓN DE UNA SOLUCIÓN QUE CONTenga TANTO Ca^{2+} COMO Mg^{2+} EL VERSENATO, $\text{H}_2\text{VER}^{2-}$, REACCIONA ASÍ:

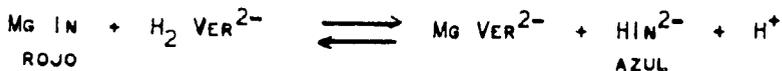
1.- PRIMERO CON Ca^{2+} HASTA QUE LA CONCENTRACIÓN DEL Ca^{2+} SEA MUY BAJA.



2.- LUEGO CON Mg^{2+}



3.- DESPUÉS CON EL COMPLEJO DE COLOR ROJO DEL INDICADOR A BASE DE Mg , Mg IN .

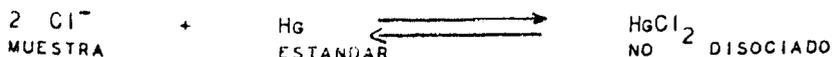


"TITULACIONES COMPLEJOMETRICAS"

LA TITULACIÓN COMPLEJOMÉTRICA ES EN LA CUAL UN COMPLEJO SOLUBLE, - NO DISOCIADO ESTEQUIMÉTRICO SE FORMA EN EL PUNTO DE EQUIVALENCIA. EN GENERAL LOS ERRORES DE LA COPRECIPITACIÓN ASOCIADA CON LAS TITULACIONES POR PRECIPITACIÓN NO EXISTEN. ADEMÁS MUCHOS METALES PUEDEN DETERMINARSE CON UN SOLO TITULANTE, LA SELECTIVIDAD DE LA CUAL PUEDE LLEVARSE A CABO CONTROLANDO EL PH DE LA SOLUCIÓN.

"TITULACIONES COMPLEJANTES UNIDENTADOS"

UN EJEMPLO BIEN CONOCIDO ES LA TITULACIÓN DEL CLORURO CON $\text{Hg}(\text{NO})_2$



LOS INDICADORES ADECUADOS SON EL NITROPRUSIATO DE SODIO $\text{Na}_2\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}$ Y LA DIFENIL CARBOZONA, O BIEN PUEDE LLEVARSE A CABO UNA TITULACIÓN POTENCIOMÉTRICA.

OTRO EJEMPLO CONOCIDO ES LA TITULACIÓN DEL CN^- CON AgNO_3 , USANDO -

COMO INDICADOR KI EN SOLUCIÓN AMONIACAL.

"COMPARACION DE TITULANTES MULTIDENTADOS CON UNIDENTADOS"

EN EL CASO DE UN ACOMPLEJAMIENTO MULTIDENTADO NO SOLAMENTE EL NÚMERO DE ETAPAS DISMINUYE SINO QUE EN ESTABILIDAD ES ENTRE ESTOS PASOS SON MAYORES QUE LOS ACOMPLEJANTES UNIDENTADOS.

CUANDO LA MOLÉCULA ACOMPLEJADA POSEÉ SUFICIENTES LIGANDOS PARA SATURAR LA ESFERA DE COORDINACIÓN DEL METAL SÓLO SE FORMARÁ UN COMPLEJO Y LA CURVA DE TITULACIÓN TENDRÁ UNA SOLA INFLEXIÓN.

"TITULACIONES CON EDTA"

LA ESTRUCTURA Y PROPIEDADES DEL EDTA. - UNO DE LOS MÁS VERSÁTILES - TITULANTES POR COMPLEJAMIENTO SON LAS DEL ÁCIDO ETILEN-DIAMINO-TETRACÉTICO (EDTA O H_4Y) EL CUAL TIENE VENTAJAS EN ESPECIAL.

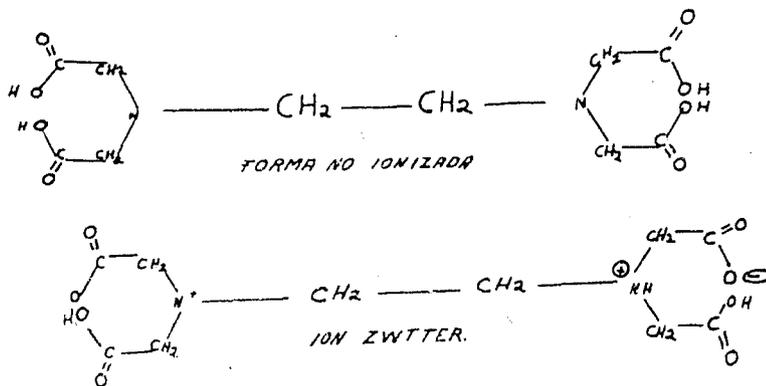
1.- FORMA COMPLEJOS ESTEQUIOMÉTRICOS MUY ESTABLES, SOLUBLES CON RELACIÓN 1:1, CON RESPECTO A LOS IONES METÁLICOS.

2.- COMO LAS CONSTANTES DE ESTABILIDAD DE LOS COMPLEJOS METÁLICOS VARIAN MUCHO ES POSIBLE SELECCIONAR LAS CONDICIONES EN QUE SE LLEVE A CABO UNA TITULACIÓN DEFINIDA.

3.- LA SAL DISÓDICA DEL EDTA ES UN ESTANDAR PRIMARIO ACEPTABLE.

4.- COMO LOS COMPLEJOS METÁLICOS SON SOLUBLES LOS ERRORES POR CO-PRECIPITACIÓN NO EXISTEN.

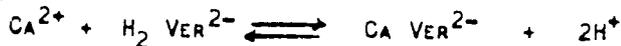
5.- EL PUNTO DE EQUIVALENCIA PUEDE SER DETERMINADO POR VARIOS CAMINOS EL EDTA ES UN COMPLEJO SEXIDENTADO.



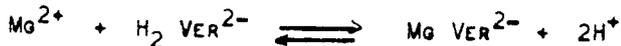


DURANTE LA TITULACIÓN DE UNA SOLUCIÓN QUE CONTENGA TANTO Ca^{2+} COMO Mg^{2+} EL VERSENATO, $\text{H}_2\text{VER}^{2-}$, REACCIONA ASÍ:

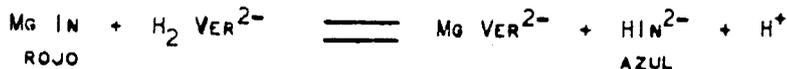
1.- PRIMERO CON Ca^{2+} HASTA QUE LA CONCENTRACIÓN DEL Ca^{2+} SEA MUY BAJA.



2.- LUEGO CON Mg^{2+}



3.- DESPUÉS CON EL COMPLEJO DE COLOR ROJO DEL INDICADOR A BASE DE Mg , Mg IN .

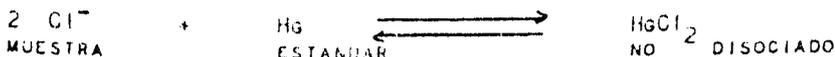


"TITULACIONES COMPLEJOMETRICAS"

LA TITULACIÓN COMPLEJOMÉTRICA ES EN LA CUAL UN COMPLEJO SOLUBLE, - NO DISOCIADO ESTEQUIOMÉTRICO SE FORMA EN EL PUNTO DE EQUIVALENCIA. EN GENERAL LOS ERRORES DE LA COPRECIPITACIÓN ASOCIADA CON LAS TITULACIONES POR PRECIPITACIÓN NO EXISTEN. ADEMÁS MUCHOS METALES PUEDEN DETERMINARSE CON UN SOLO TITULANTE, LA SELECTIVIDAD DE LA CUAL PUEDE LLEVARSE A CABO CONTROLANDO EL PH DE LA SOLUCIÓN.

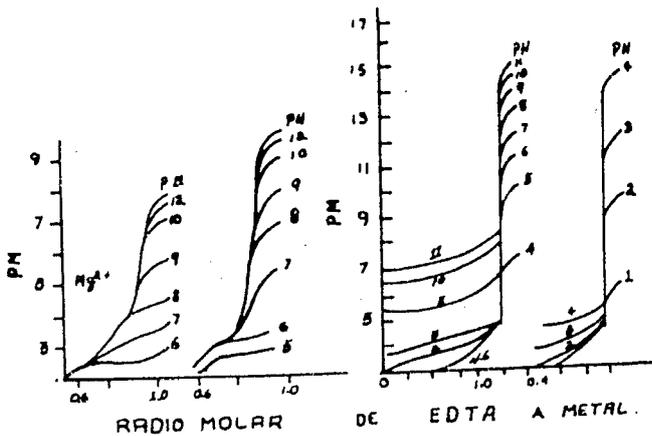
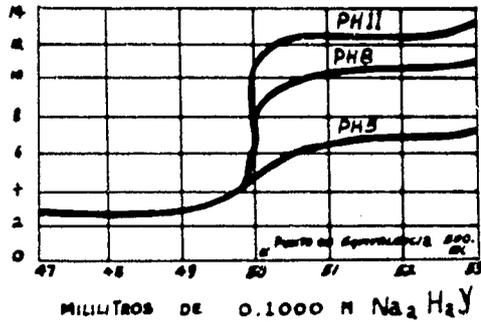
"TITULACIONES COMPLEJANTES UNIDENTADOS"

UN EJEMPLO BIEN CONOCIDO ES LA TITULACIÓN DEL CLORURO CON $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$



LOS INDICADORES ADECUADOS SON EL NITROPRUSIATO DE SODIO $\text{Na}_2\text{FE}(\text{CN})_5\text{NO}$ Y LA DIFENIL CARBOZONA, O BIEN PUEDE LLEVARSE A CABO UNA TITULACIÓN POTENCIOMÉTRICA.

OTRO EJEMPLO CONOCIDO ES LA TITULACIÓN DEL CN^- CON AgNO_3 . USANDO -



A MEDIDA QUE LA ACIDEZ DECRESE SE FAVORECE LA FORMACIÓN DE COMPLEJOS Y LA INFLEXIÓN EN EL PUNTO DE EQUIVALENCIA ES MUCHO MAYOR INVERSAMENTE SI SE ELEVA LA ACIDEZ LA COMPLEJACIÓN ES MENOS CUANTITATIVA Y PUEDE LLEGAR A SER NULA.

DE LA FIGURA PODEMOS VER QUE EL NI PUEDE TITULARSE A UN PH 4 SIN QUE INTERFIERA EL CALCIO Y EL MAGNESIO.

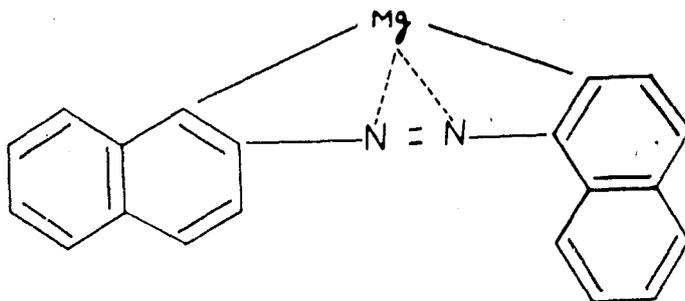
"DETECCION DEL PUNTO DE EQUIVALENCIA"

EL AUMENTO BRUSCO EN EL PM EN EL CUAL EL PUNTO DE EQUIVALENCIA PUE

DE SER DETECTADO EN VARIAS FORMAS.

1.- MEDIANTE TITULACIONES POTENCIOMÉTRICAS CON ELECTRODOS DE - - - Hg-Hg-Y²⁺.

2.- MEDIANTE INDICADORES METÁLICOS LOS CUALES SON COLORANTES ORGÁNICOS CON PROPIEDADES ÁCIDO BASE QUE SUFREN UN CAMBIO DE COLOR AL SER LIBERADOS LOS PROTONES DEL EDTA POR EJEMPLO EL NEGRO DE ERIO CROMO.



3.- TITULACIONES FOTOMÉTRICAS.- ESTE TIPO DE TITULACIONES ES POSIBLE CON METALES QUE FORMEN COMPLEJOS COLORIDOS CON EL EDTA POR EJEMPLO Cu, Ni, Y Fe.

LA TABLA NOS INDICA LOS ELEMENTOS QUE PUEDEN DETERMINARSE CON EDTA AUNQUE MUCHOS ELEMENTOS PUEDEN TITULARSE DIRECTAMENTE ALGUNOS OTROS PUEDEN SER DETERMINADOS INDIRECTAMENTE POR EJEMPLO: EL FÓSFORO, EN LOS FOSFATOS PUEDE DETERMINARSE MEDIANTE LA TITULACIÓN DEL MAGNESIO PRECIPITÁNDOLO COMO FOSFATO-AMÓNICO-MAGNESIANO.

EL CALCIO NO PUEDE TITULARSE DIRECTAMENTE YA QUE SU REACCIÓN CON EL INDICADOR ES RELATIVAMENTE DÉBIL; SIN EMBARGO, SE PUEDE AGREGAR A LA SOLUCIÓN UNA CANTIDAD CONOCIDA DE SOLUCIÓN DE MAGNESIO, EL CUAL SE UNIRÁ AL INDICADOR Y ACTUARÁ PARA TENER UN PUNTO DE VIRE NÍTIDO.

1A	2A	3A	4A	5A	6A	7A	8	1B	2B	3B	4B	5B	6B	7B	
Li							Al	Si	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Pb	Bi
Na							Al	Si	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Pb	Bi
Ca	Si	Mg	Al	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Pb	Bi	As	Sb	Te	Se	
P	Y	Zr	Hf	Ta	W	Mo	Cr	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	Sn	Ce	
S	*	Ta	W	Os	Ir	Pt	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At			
F	+														
	Ca	Fe	Pb	Al	Si	Co	Ni	Cu	Zn	Pb	Bi	As	Sb	Te	
	Ac	In	P	U	N	P	As	Bi	C	Fe	S	La	Mo	N	

 POR TITULACION INDIRECTA.
 POR TITULACION DIRECTA.

P A R T EE X P E R I M E N T A L

AL INICIAR ESTE PICO DE INVESTIGACIÓN SE PREPARARON VARIAS SERIES DE SOLUCIONES PARA HACER UN ESTUDIO DE LAS INTERFERENCIAS DE CALCIO, DE LOS ELEMENTOS QUE USUALMENTE ESTÁN PRESENTES EN LAS CALIZAS.

SE TRATÓ DE ENCONTRAR UN MÉTODO EXACTO CON EL CUAL EL CALCIO NO -- TUVIESE INTERFERENCIAS CON LOS ELEMENTOS ANTERIORMENTE MENCIONADOS Y ES TU SE LOGRÓ POR MEDIO DEL FLAMOFOTÓMETRO.

PARA LA CALIBRACIÓN DEL APARATO SE PREPARÓ UNA SOLUCIÓN DE CaCO_3 PARA LO CUAL SE PESARON DOS GRAMOS DE REACTIVO Y SE LE AGREGARON 10 ML DE HClO_4 Y SE AFORO A 2 LT PARA TENER UNA CONCENTRACIÓN DE 1000 P.P.M. DE CaCO_3 .

PARA LA CALIBRACIÓN ANTERIOR SE LE AGREGÓ UNA CANTIDAD DE HClO_4 PARA TENER LA MISMA ACIDEZ QUE EN EL ANÁLISIS QUE SE REALIZÓ EN LAS MUESTRAS DE CALIZAS Y DE ESTA FORMA NO HUBIERA NINGÚN CAMBIO.

P A R T EE X P E R I M E N T A L

AL INICIAR ESTE PISO DE INVESTIGACIÓN SE PREPARARON VARIAS SERIES DE SOLUCIONES PARA HACER UN ESTUDIO DE LAS INTERFERENCIAS DE CALCIO, DE LOS ELEMENTOS QUE USUALMENTE ESTÁN PRESENTES EN LAS CALIZAS.

SE TRATÓ DE ENCONTRAR UN MÉTODO EXACTO CON EL CUAL EL CALCIO NO -- TUVIESE INTERFERENCIAS CON LOS ELEMENTOS ANTERIORMENTE MENCIONADOS Y ES TO SE LOGRÓ POR MEDIO DEL FLAMOFOTÓMETRO.

PARA LA CALIBRACIÓN DEL APARATO SE PREPARÓ UNA SOLUCIÓN DE CaCO_3 PARA LO CUAL SE PESARON DOS GRAMOS DE REACTIVO Y SE LE ASREGARON 10 ML DE HClO_4 Y SE AFORO A 2 LT PARA TENER UNA CONCENTRACIÓN DE 1000 P.P.M. DE CaCO_3 .

PARA LA CALIBRACIÓN ANTERIOR SE LE AGREGÓ UNA CANTIDAD DE HClO_4 PARA TENER LA MISMA ACIDEZ QUE EN EL ANÁLISIS QUE SE REALIZÓ EN LAS MUESTRAS DE CALIZAS Y DE ESTA FORMA NO HUBIERA NINGÚN CAMBIO.

SOLUCION CONCENTRADA 1000 P.P.M. DE CaCO_3

NÚMERO	P.P.M. DE CaCO_3	ML SOLN CONC	AFORAR	LECTURAS
1	0	0	100	0
2	20	2	100	10
3	40	4	100	20
4	60	6	100	30
5	80	8	100	40
6	100	10	100	50
7	120	12	100	60
8	140	14	100	70
9	160	16	100	80
10	180	18	100	90
11	200	20	100	100

LA SIGUIENTE SOLUCION QUE SE PREPARÓ FUE LA DE MgCO_3 Y LA CANTIDAD QUE SE PESÓ DE ÉSTE 0.260 MG.

CÁLCULOS.

$$\begin{array}{r}
 \text{Mg} \qquad \qquad \qquad \text{MgCO}_3 \\
 24.32 \quad \underline{\hspace{2cm}} \quad 84.32 \\
 \times \qquad \qquad \qquad 1 \\
 \hline
 \end{array}$$

DEFINICION DE VALORES

ORDEN ADMINISTRATIVO

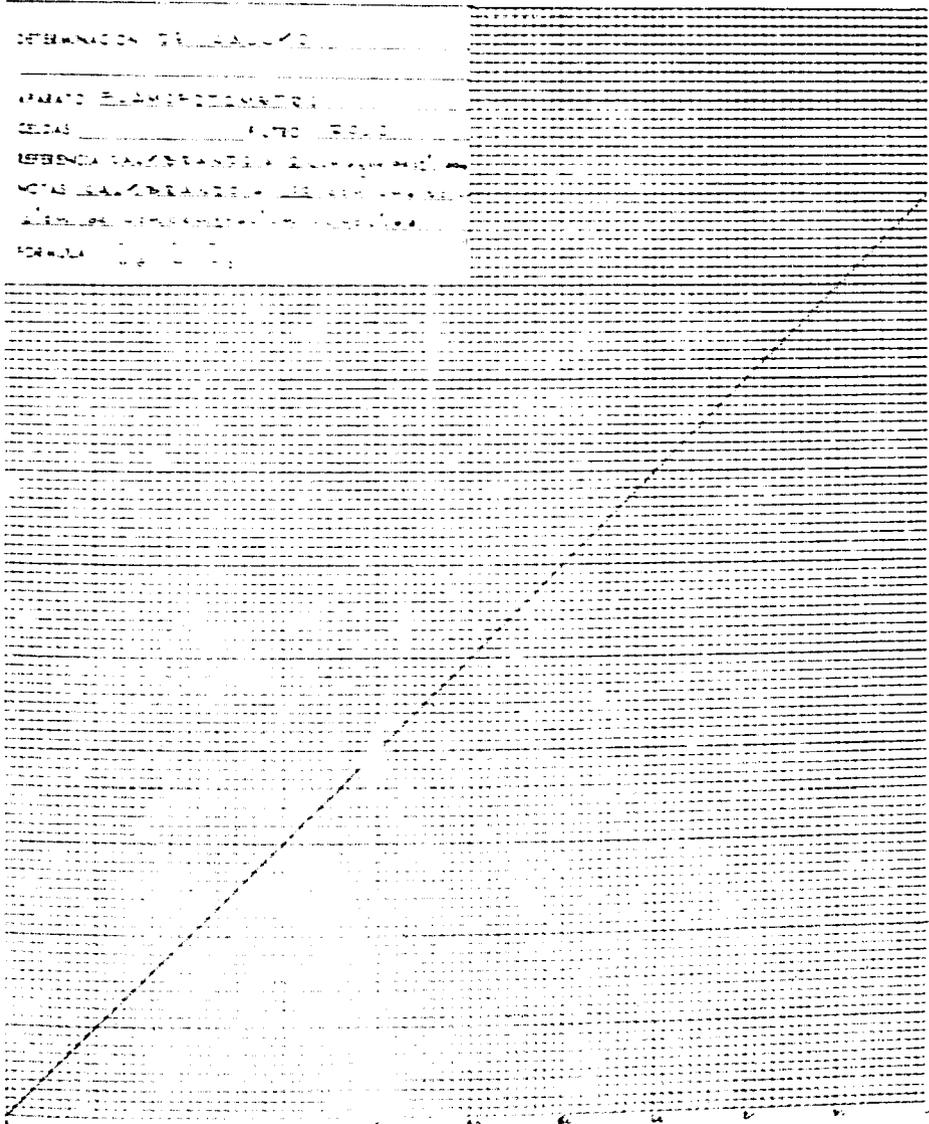
ORDEN 10/10/1980

LEYENDA DE VALORES DE LA TABLA

NOTAS DE LA TABLA DE VALORES DE LA TABLA

FORMULA DE VALORES DE LA TABLA

FORMULA DE VALORES DE LA TABLA



DEFINICION DE VALORES DE LA TABLA
 ORDEN ADMINISTRATIVO 10/10/1980

A = 0.038 mg. de Mg.

A ESTA SOLUCIÓN ANTES DE AFORARLA A 1000 ML SE LE AGREGARON 10 ML DE H_2CO_3 , SE VERIFICARON LAS LECTURAS EN EL FLUORÍMETRO.

SOLUCIÓN CONCENTRADA 1000 P.P.M. $CaCO_3$

SOLUCIÓN CONCENTRADA 1000 P.P.M. $MgCO_3$

NÚMERO	P.P.M. $CaCO_3$	P.P.M. $MgCO_3$	ML $CaCO_3$	ML $MgCO_3$	AFORAR	LECTURAS
1	0	0	0	0	100	0
2	20	0	2	0.5	100	10
3	20	10	2	1.0	100	10
4	20	15	2	1.5	100	10
5	20	20	2	2.0	100	10
6	100	25	10	2.5	100	50
7	100	50	10	5.0	100	45
8	100	75	10	7.5	100	50
9	100	100	10	10	100	50
10	200	50	20	5	100	95
11	200	100	20	10	100	95
12	200	150	20	15	100	100
13	200	200	20	20	100	100
14	200	0	20	0	100	100

LA PREPARACIÓN DE ESTAS SOLUCIONES SE HIZO EN EL LABORATORIO DE QUÍMICA DE LA ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA DE LA UNIVERSIDAD NACIONAL DE SAN CARLOS DE GUAYAMA, P.R.

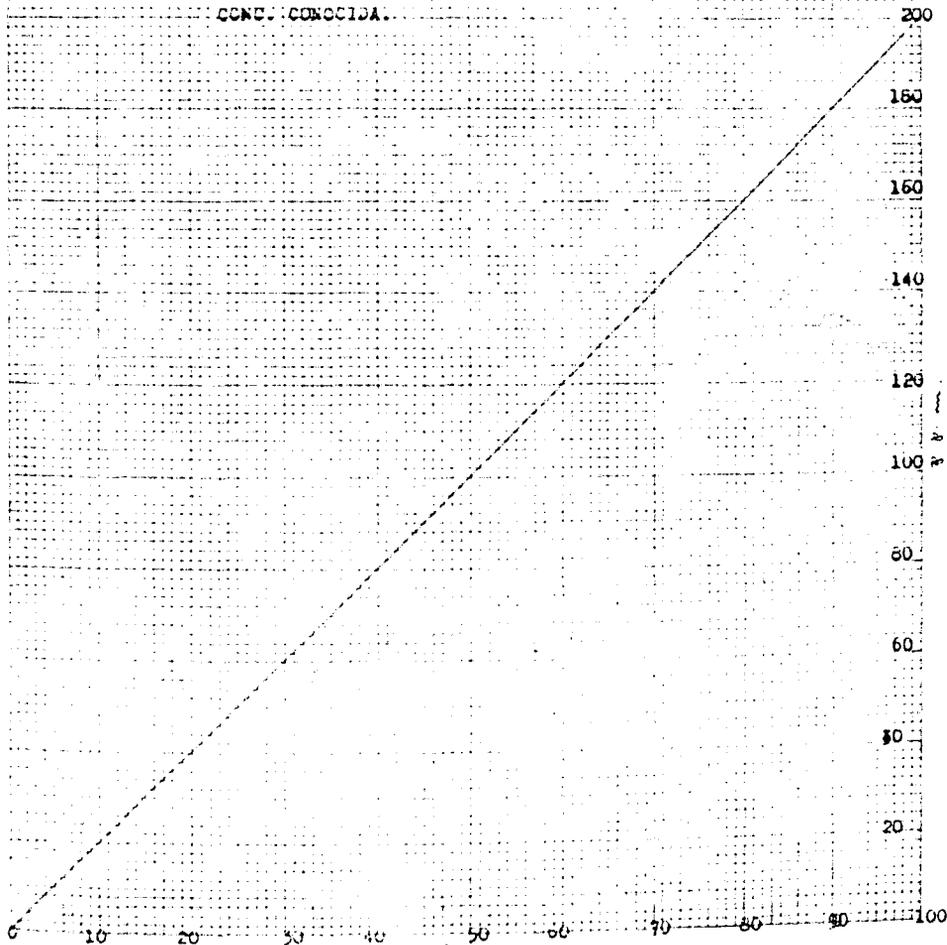
DETERMINACION: EFECTO DE LA PRESENCIA DEL MAGNESIO EN LA DETERMINACION DE CALCIO

APARATO : FLAMOPOTOMETRO

FILTRO : RCJC

REFERENCIA : CALIBRANDO A 0 CON AGUA DEST.

CALIBRANDO A 100 CON UNA SOL. DE
CONC. CONOCIDA.



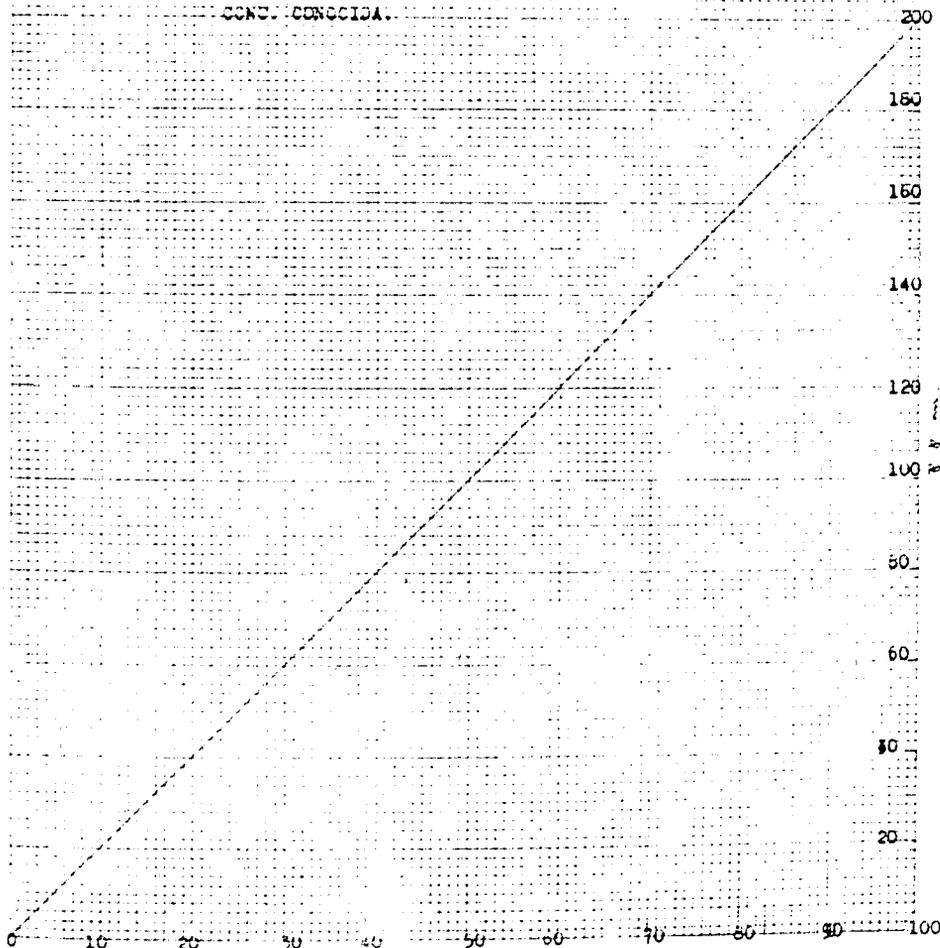
DEPARTAMENTO INSTITUTO DE GEOLOGIA
DEPARTAMENTO LABORATORIO DE QUIMICA

DETERMINACION: EFECTO DE LA PRESENCIA DEL MAGNESIO EN LA DETERMINACION DE CALCIO

APARATO : PLAMOFOTOMETRO

FILTRO : ROJO

REFERENCIA : CALIBRANDO A 0 CON AGUA DEST.
CALIBRANDO A 100 CON UNA SOL. DE
COND. CONOCIDA.



DEPARTAMENTO INSTITUTO DE GEOLOGIA
DEPARTAMENTO LABORATORIO DE QUIMICA

SE PESÓ DE NaCl 132.2 MG.

CÁLCULOS: P M Na_2O = 62

P M 2NaCl = 137

$$\begin{array}{r} 62 \\ 137 \end{array} \frac{\quad}{\quad} \begin{array}{r} 60 \\ X \end{array}$$

X = 132.2 MG DE NA

LAS LECTURAS OBTENIDAS EN EL FLAMOFÓMETRO SON COMO SIGUE:

SOLUCIÓN CONCENTRADA DE CaCO_3 1000 P.P.M.

SOLUCIÓN CONCENTRADA DE Na_2O

NÚMERO	P.P.M. CaCO_3	ML CaCO_3	ML Na_2O	LECTURAS
1	0	0	0	0
2	20	2	1.5	10
3	20	2	3.0	10
4	20	2	6.0	11
5	100	10	1.5	51
6	100	10	3.0	51
7	100	10	6.0	52
8	200	20	1.5	100
9	200	20	3.0	100
10	200	20	6.0	100
11	200	20	0	100

LA SIGUIENTE SOLUCIÓN QUE SE PREPARÓ FUE LA DE K_2O Y LA CANTIDAD -
QUE SE PESÓ DE ÉSTE FUE 111.4 MG.

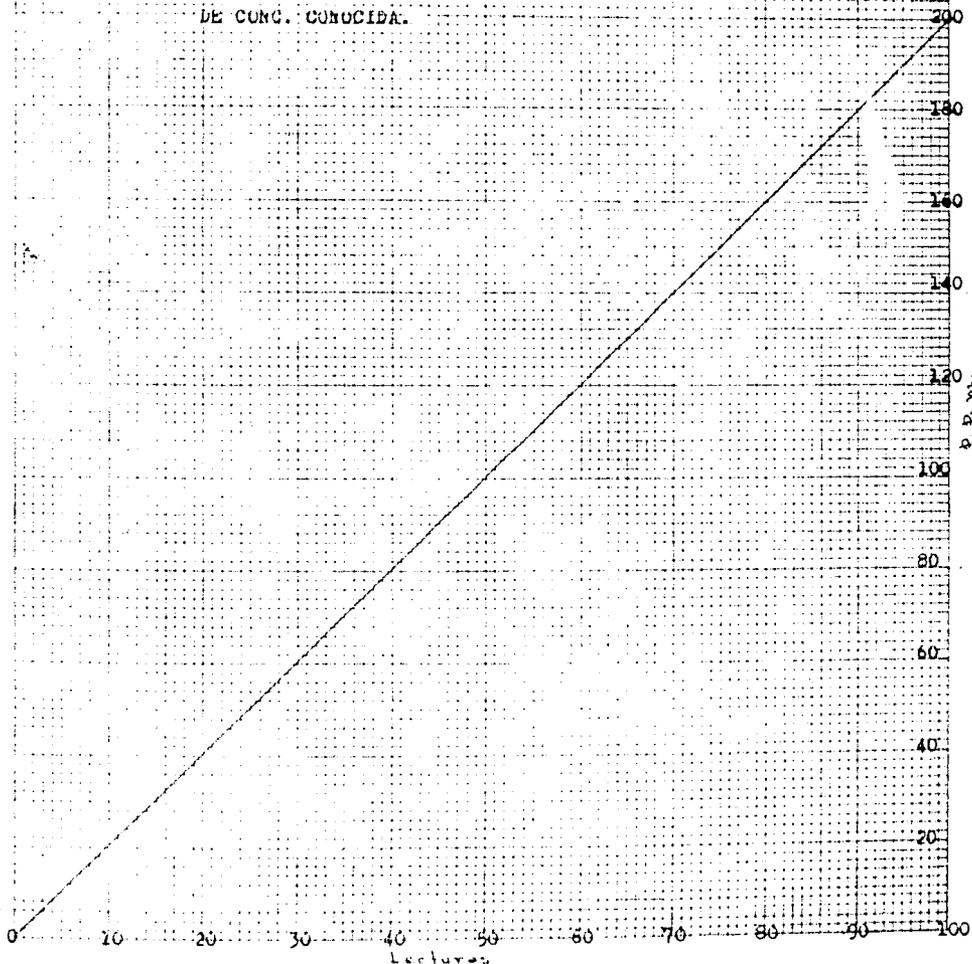
CÁLCULOS

DETERMINACION: EFECTO DE LA PRESENCIA DEL SODIO EN LA DETERMINACION DEL CALCIO

APARATO: FLAMOFOTOMETRO

FILTRO ; ROJO

REFERENCIA : RELIENDO A. U CON AGUA DEST.
CALIBRADO A 100 CON UNA SOL.
DE CONC. CONOCIDA.



INSTITUTO DE GEOLOGIA

LABORATORIO DE QUIMICA

$$P.M. K_2O = 94$$

$$P.M. K_2SO_4 = 174$$

$$\begin{array}{r} 94 \quad \underline{\hspace{2cm}} \quad 60 \\ 174 \quad \underline{\hspace{2cm}} \quad X \end{array}$$

$$X = 111.4 \text{ MG}$$

LAS LECTURAS SE REALIZARON EN EL FLAMOFÓMETRO Y FUERON LAS SIGUIENTES:

SOLUCIÓN DE $CaCO_3$ 1000 P.P.M.

SOLUCIÓN CONCENTRADA DE K_2SO_4

AFORAR 100 ML

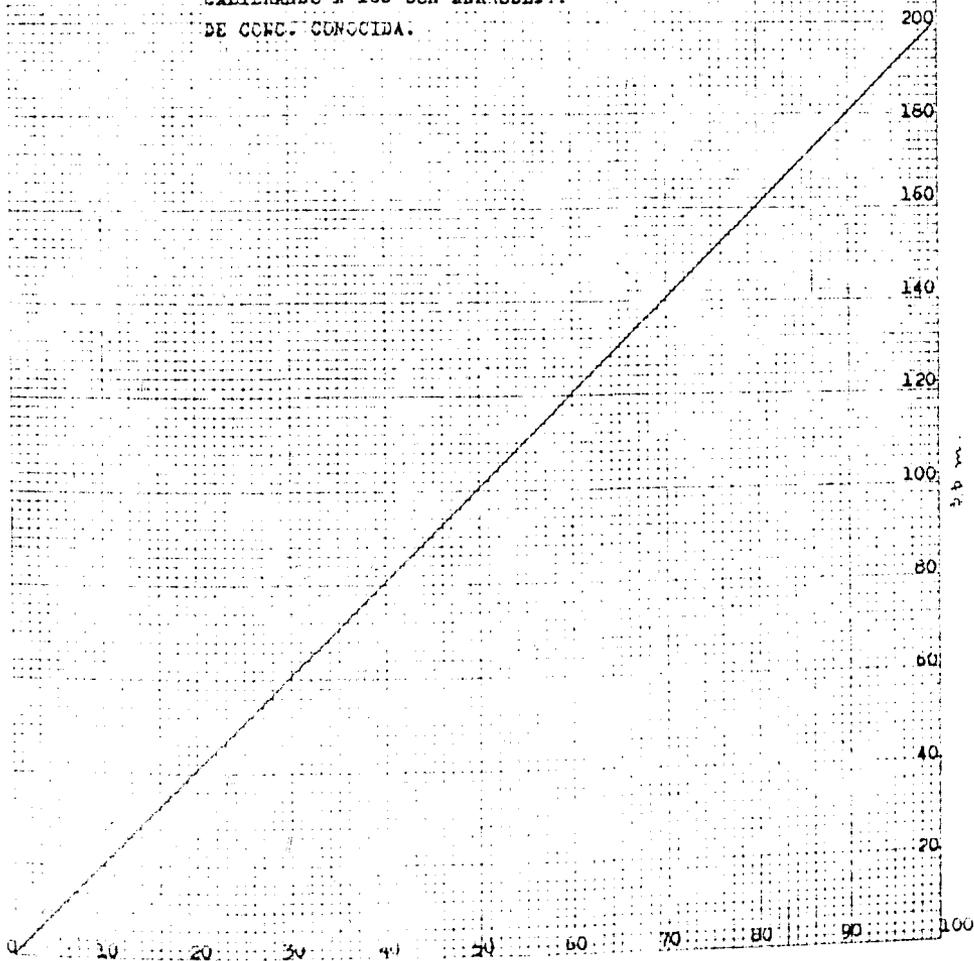
NÚMERO	P.P.M. $CaCO_3$	ML DE SOLUCIÓN CONC $CaCO_3$	ML DE SOLUCIÓN CONC K_2O	LECTURAS
1	0	0	0	0
2	20	2	1.5	10
3	20	2	3.0	10
4	20	2	6.0	10
5	100	10	1.5	50
6	100	10	3.0	50
7	100	10	6.0	50
8	200	20	1.5	100
9	200	20	3.0	100
10	200	20	6.0	100
11	200	20	0	100

DETERMINACION: EFECTO DE LA PRESENCIA DEL POTASIO EN LA DETERMINACION DE CALCIO

APARATO: FLAMOFOTOMETRICO

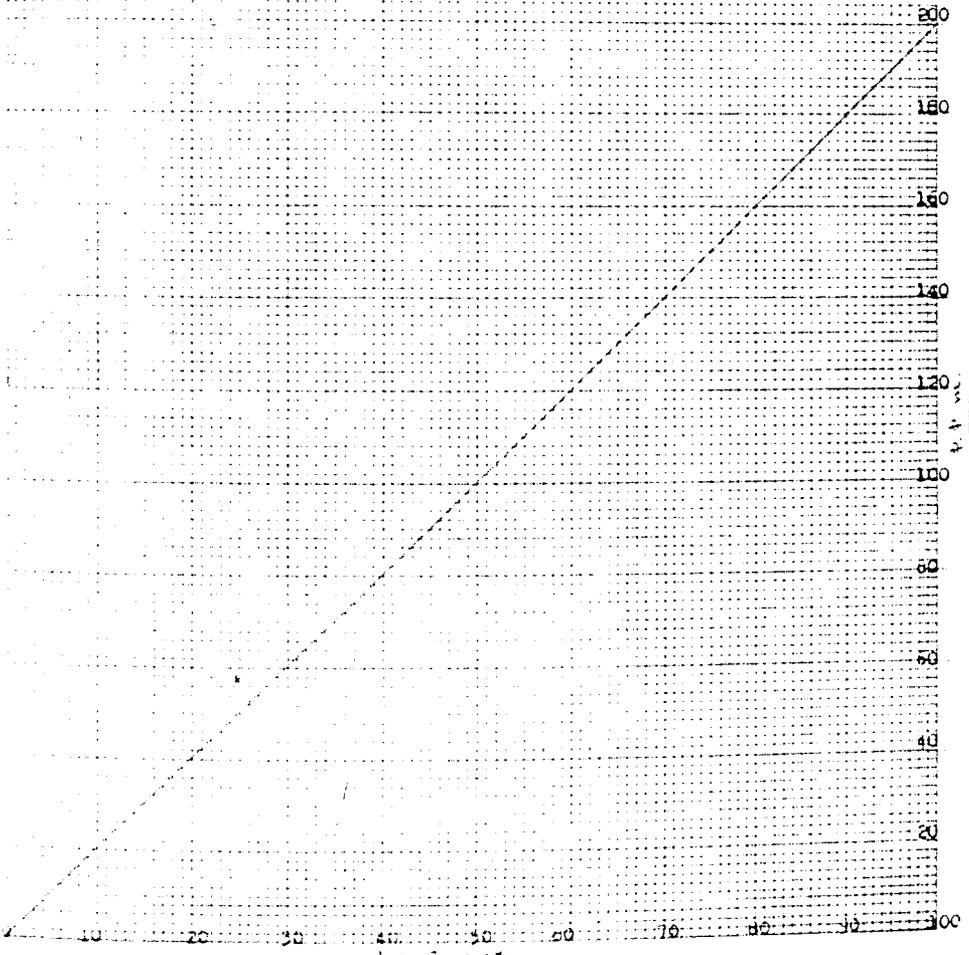
FILTRO: ECJO

REFERENCIA: CALIBRANDO A 0 CON AGUA DEST.
CALIBRANDO A 100 CON ENAASOELT.
DE CONC. CONOCIDA.



INSTITUTO DE GEOLOGIA
DEPARTAMENTO LABORATORIO DE QUIMICA

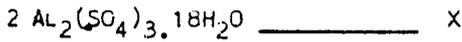
DETERMINACION: EFECTO DE LA PRESENCIA DEL PIERRO EN LA DETERMINACION DE CALCIO
 APARATO: FLUOROFOTOMETRO
 FILTRO: ROJO
 REFERENCIA: CALIBRANDO A 0 CON AGUA DEST.
 CALIBRANDO A 100 CON UNA SOL.



INSTITUTO DE GEOLOGIA
 LABORATORIO DE QUIMICA

LA SIGUIENTE SOLUCIÓN QUE SE PREPARÓ FUE LA DE AL_2O_3 Y SE PESÓ LA CANTIDAD DE 764 MG.

CÁLCULOS:



$$\therefore X = 764 \text{ MG.}$$

$$P.M. AL_2O_3 = 108$$

$$P.M. AL_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O = 1344$$

$$108 \quad \underline{\hspace{2cm}} \quad 60$$

$$1344 \quad \underline{\hspace{2cm}} \quad X$$

$$X = 764 \text{ MG}$$

LAS LECTURAS EN EL FLAMOFOTÓMETRO FUERON LAS SIGUIENTES:

SOLUCIÓN CONCENTRADA DE CaCO_3 1000 P.P.M.

SOLUCIÓN CONCENTRADA DE Al_2O_3

NÚMERO	P.P.M. DE CaCO_3	ML DE SOLUCIÓN CONC DE CaCO_3	ML DE Al_2O_3	LECTURAS
1	0	0	0	0
2	20	2	1.5	10
3	20	2	3.0	9
4	20	2	6.0	9
5	100	10	1.5	50
6	100	10	3.0	50
7	100	10	6.0	50
8	200	20	1.5	100
9	200	20	3.0	100
10	200	20	6.0	100
11	200	20	0	100

AL TERMINAR DE PREPARAR ESTAS SOLUCIONES SE REALIZÓ UNA LECTURA TO
TAL, ES DECIR, A LA SOLUCIÓN CONCENTRADA DE CaCO_3 SE LE AGREGÓ UNA POR
CIÓN DE CADA UNA DE LAS SOLUCIONES PREPARADAS Y SE HIZO LA LECTURA EN
EL FLUORÓMETRO.

DETERMINACION: EFECTO DE LA PRESENCIA DEL ALUMINIO EN LA DETERMINACION DE CALCIO

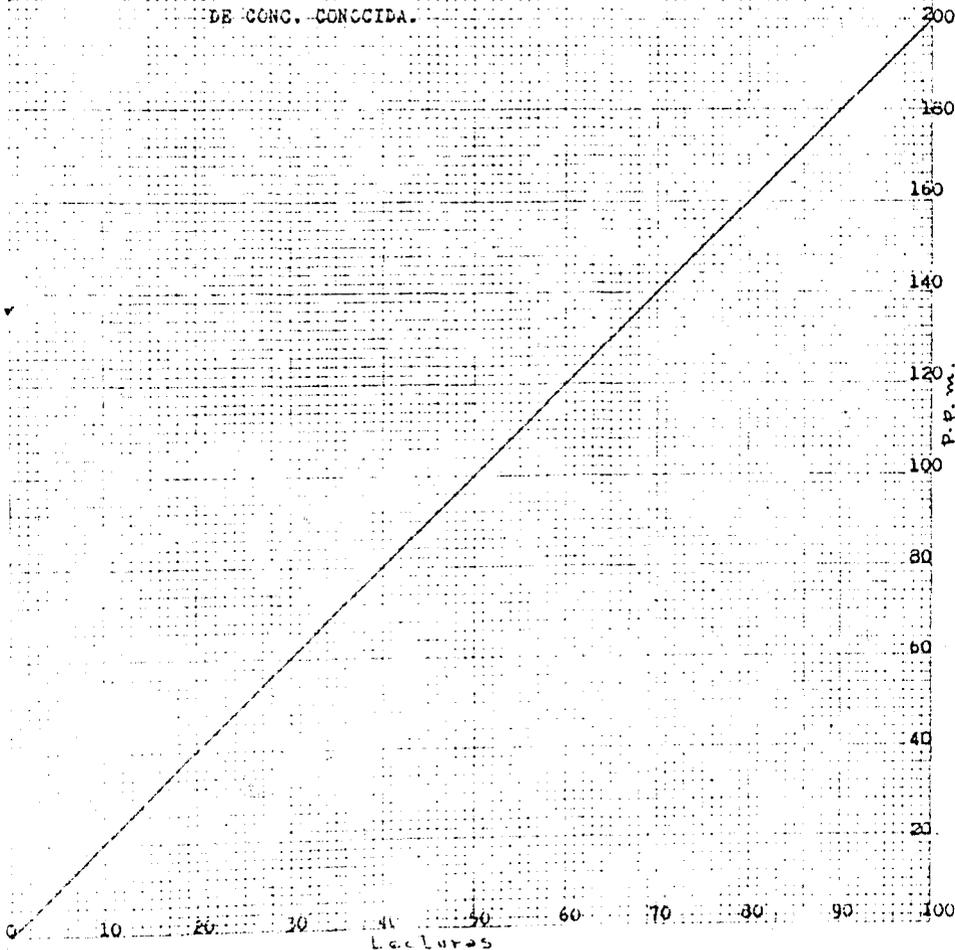
APARATO: PLANCFOTOMETRO

FILTRO: ROJO

REFERENCIA: CALIBRANDO A 0 CON AGUA DEST.

CALIBRANDO A 100 CON UNA SOL.

DE CONC. CONOCIDA.



DEPENDENCIA INSTITUTO DE GEOLOGIA

DEPARTAMENTO LABORATORIO DE QUIMICA

NO	P.P.M. DE CaCO_3	ML DE DE SLN CONC CaCO_3	ML DE MgCO_3	ML DE Na_2O	ML DE K_2O	ML DE Fe_2O_3	ML DE Al_2O_3	AFORAR	LECTURAS
1	0	0	0	0	0	0	0	100	0
2	20	2	20	1.5	1.5	1.5	1.5	100	9
3	20	2	15	3.0	3.0	3.0	3.0	100	9
4	20	2	10	6.0	6.0	6.0	6.0	100	9
5	100	10	10	1.5	1.5	1.5	1.5	100	49
6	100	10	7.5	3.0	3.0	3.0	3.0	100	50
7	100	10	5.0	6.0	6.0	6.0	6.0	100	50
8	200	20	2.0	1.5	1.5	1.5	1.5	100	100
9	200	20	1.5	3.0	3.0	3.0	3.0	100	100
10	200	20	1.0	6.0	6.0	6.0	6.0	100	100
11	200	20	0	0	0	0	0	100	100

"PROCEDIMIENTO PARA EL ANALISIS COMPLETO DE CALIZAS Y DOLOMITAS"

SE PESAN 2 GRAMOS DE MUESTRA PASÁNDOLA A UN VASO DE 250 ML. SE -- ADICIONAN 10 ML DE HCl Y 5 ML DE HNO_3 CONCENTRADOS; SE CUBRE EL VASO Y SE PONE A HERVIR SUAVEMENTE POR 15 MINUTOS, AL CABO DE LOS CUALES SE LE AGREGAN 10 ML DE HClO_2 AL 60 %. SE DESTAPA EL VASO LAVANDO CUIDADOSAMENTE EL VIERIC DE RELOJ CON LA PISETA. SE EVAPORA LA SOLUCIÓN HASTA -- QUE EMPIEZA A DESPÁNDER HUMOS DE HClO_4 .

SE DEJA DESPRENDER 2 O 3 MINUTOS LOS HUMOS Y SE TAPA EL VASO BAJAN DO LIBERAMENTE EL CALOR PARA TENER UNA EBULLICIÓN SUAVE POR 5 MINUTOS. SE DEJA ENFRIAR Y SE DILUYE CON 100 ML DE AGUA VOLVIENDO A LLEVAR A EBU LLICIÓN PARA DISOLVER LAS SALES SOLUBLES.

DETERMINACION DE SILICE. -- LA SOLUCIÓN SE FILTRA A TRAVÉS DE UN FIL

DETERMINACION DE CALCIO

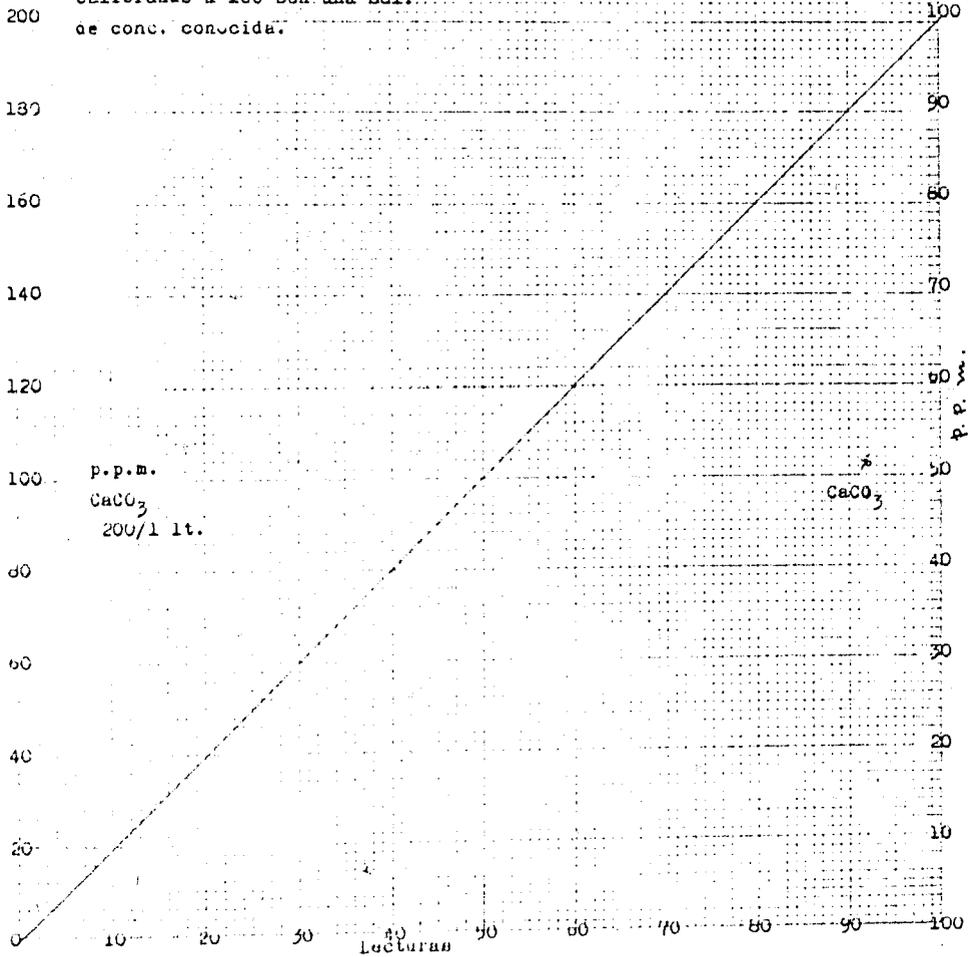
APARATO FLUOROMETRO

FILTRO ROJO

Calibrando a 0 con agua dest.

calibrando a 100 con una sol.

de conc. conocida.



INSTITUTO DE GEOLOGIA
LABORATORIO DE QUIMICA.

TRO DE 9 CM WHATMANN # 31 RECIBIENDO EL LAVADO EN UN MATRAZ AFORADO DE 200 C C, SE BAJA CUIDADOSAMENTE TODO EL RESIDUO LAVÁNDOLO 5 VECES CON HClO_4 AL 2% EN CALIENTE Y 10 VECES CON AGUA CALIENTE (LAVAR DESDE EL -- BORDE DEL FILTRO). EL FILTRO CON EL PRECIPITADO SE PONE EN UN CRISOL -- DE PORCELANA Y SE HUMEDece CON UNA GOTTA DE AMONÍACO. SE PONE EL CRISOL EN LA MUFLA FRÍA Y SE CALCINA A 900°C DURANTE 15 MINUTOS. SE ENFRÍA Y SE PESA; ESTE PESO SE INFORMA COMO INSOLUBLE.

DETERMINACION DE FE. -- SE PIPETEAN 5 ML DE LA SOLUCIÓN Y SE PASAN A UN MATRAZ AFORADO DE 100 ML. SE ADICIONAN 50 ML DE AGUA Y 2 GOTAS DE -- FENOLFTALEINA, SUFICIENTE NaOH 0.3N HASTA QUE APAREZCA UNA COLORACIÓN -- ROSA. SE ADICIONAN EN ESTE PUNTO 10 ML DE HNO_3 AL 25% (V/V) Y 10 ML DE SOLUCIÓN 3M DE NaSCN Y SE AFORA LEYENDO LA DENSIDAD ÓPTICA DE ESTA SOLU-- CIÓN EN UN FOTOCOLORÍMETRO, USANDO UN FILTRO DE 470 MMC DE TRANSMITAN-- CIA. SE CALCULA LA CONCENTRACIÓN MEDIANTE UNA CURVA DE CALIBRACIÓN PRE-- VIAMENTE PREPARADA. CONTRÓLESE EL TIEMPO: DESDE QUE SE AÑADE EL NaSCN -- HASTA QUE SE HACE LA LECTURA NO DEBEN TRANSCURRIR MÁS DE 10 MINUTOS.

DETERMINACION DE TiO_2 . -- SE TOMAN 20 ML DE LA SOLUCIÓN Y SE PASAN A UN VASO; SE AÑADEN 5 ML DE H_2O_2 AL 3% Y SE AGITA, PASANDO ESTA SOLU-- CIÓN A UNO DE LOS TUBOS DEL FOTOCOLORÍMETRO Y LEYENDO SU DENSIDAD ÓPTI-- CA A 420 MMC. CORRÍJASE ESTA LECTURA POR LA PEQUEÑA CANTIDAD DE COLOR QUE PODIERA TENER LA SOLUCIÓN, HACIENDO UNA LECTURA EN CONDICIONES SIMI-- LARES PERO AGREGANDO AGUA DESTILADA EN VEZ DE H_2O_2 .

DETERMINACION DE Mn . -- SE PIPETEAN 25 ML DE LA SOLUCIÓN Y SE PASAN A UNO DE 50 ML. SE LE AGREGAN 2 ML DE H_2SO_4 CONCENTRADO; SE AGREGAN -- 20 ML DE AGUA DESTILADA 1 ML DE H_3PO_4 AL 65% SE ELEVA LA TEMPERATURA -- HASTA EBULLICIÓN POR 10 MINUTOS PARA TENER TODAS LAS SALES SOLUBLES EN SOLUCIÓN. SE ENFRÍA LIGERAMENTE Y SE AGREGA CON PRECAUCIÓN 100 MG DE -- NiO_2 VOLVIENDO A -- LENTAR SUAVEMENTE EL VASO A UNA TEMPERATURA CERCANA A EBULLICIÓN; SE DEJA ASÍ EL TIEMPO NECESARIO PARA -- DESARROLLO DEL CO-- LOR PRODUCCIÓN POR LA FORMACIÓN DE MnO_4 ; EN CASO DE NO DAR COLOR SE DEJA CUBIERTO CUANDO MENOS OTROS CINENTA MINUTOS A ESA TEMPERATURA. SE RETI-- RA DE LA PAPPILLA, SE DEJA ENFRÍAR PERFECTAMENTE Y SE LLEVA A UN MATRAZ AFORADO DE 25 ML (Ó DE VOLUMEN MAYOR SI EL COLOR ES MUY INTENSO), Y SE LEE SU DENSIDAD ÓPTICA EN EL FOTOCOLORÍMETRO USANDO UNA TRANSMITANCIA -- CERCANA A 540 M M C. PARA DETERMINAR LA CONCENTRACIÓN SE USA UNA CURVA DE CALIBRACIÓN PREPARADA CON ANTERIORIDAD.

DETERMINACION DE FOSFORO. - SE PIPETEAN 25 ML DE SOLUCIÓN, PASÁNDOLOS A UN MATRAZ AFORADO DE 100 ML SE AGREGAN 2 GOTAS DE FENOLTALEÍNA - Y NACH UN GOTA A GOTA HASTA QUE APAREZCA EL COLOR ROSA. SE ACIDULA CON HNO_3 AL 25% GOTA A GOTA HASTA DESAPARICIÓN DEL COLOR Y AGREGAR CON PIPE TA 25 ML DE LA SOLUCIÓN DE VANADOMOLIBDATO. SE AFORA AL TRAZO, SE AGITA PERFECTAMENTE Y SE DEJA REPOSAR 15 MINUTOS Y SE LEE SU DENSIDAD EN FOTO COLORÍMETRO, USANDO UNA TRANSMITANCIA EN EL FILTRO DE CERCA DE 420 M μ C. USESE UNA CURVA DE CALIBRACIÓN PARA LEER LA CONCENTRACIÓN.

DETERMINACION DE AL. - SE TOMAN 100 ML DE LA SOLUCIÓN Y SE PASAN A UN VASO DE 150 ML SE LE AGREGAN 2 GOTAS DE NH_4Cl CALENTÁNDOSE A 70-80°C. EN ESTE PUNTO SE LE AGREGA CON CUIDADO AMONIACO HASTA EL VIRE DEL ROJO DE METILO HASTA AMARILLO. SE DEJA HERVIR DURANTE 5 MINUTOS PARA QUE -- SE COAGULE EL PRECIPITADO, SE FILTRA INMEDIATAMENTE SOBRE EL PAPEL FILTRO DE 9 CM DE DIÁMETRO WHATMANN # 31, RECIBIÉNDOSE EL FILTRADO EN UN VASO DE 400 ML SE LAVA 5 VECES CON AGUA CALIENTE QUE CONTENGA NH_4Cl AL 2% Y UNA GOTA DE AMONIACO. EL PRECIPITADO Y EL FILTRO SON REGRESADOS - AL VASO ORIGINAL Y DISUELTOS EN 10 ML DE HCl (1:1), HIRVIENDO EL TIEMPO NECESARIO PARA CONVERTIR EN PULPA EL PAPEL FILTRO. SE AÑADEN 50 ML DE AGUA Y SE REPITE LA PRECIPITACIÓN CON AMONIACO HASTA EL VIRE DEL ROJO - DE METILE EN CALIENTE. SE FILTRA POR UN NUEVO PAPEL FILTRO WHATMANN -- # 31 DE 9 CM DE DIÁMETRO, BAJANDO CUIDADOSAMENTE TODO EL PRECIPITADO -- CON GENDARME Y LAVANDO TODO EL PRECIPITADO 5 VECES CON LA MISMA SOLU-- CIÓN DEL LAVADO ANTERIOR; RECIBIENDO LAS SOLUCIONES Y LAVADOS EN EL MISMO VASO QUE LOS ANTERIORES. EL FILTRO Y EL PRECIPITADO SON PUESTOS EN UN CRISOL DE PORCELANA TAPADO, Y CALGINADO EN MUFLA ELECTRICA A 900°C POR 15 MINUTOS; SE ENFRÍA EN DESECADOR Y SE PESAN. EL PRECIPITADO ESTARÁ FORMADO POR Al_2O_3 , Fe_2O_3 , P_2O_5 , TiO_2 . DESPUÉS DE DESCONTAR LOS VALORES OBTENIDOS ANTERIORMENTE PARA LOS DIVERSOS COMPONENTES, SE TENDRÁ -- POR DIFERENCIA EL VALOR CORRESPONDIENTE AL ALUMINIO.

DETERMINACION DE CA. - A LOS FILTRADOS OBTENIDOS EN LA SEPARACIÓN DE ALUMINIO Y QUE DEBERÁN TENER UN VOLUMEN DE 200 A 300 ML SE LES AGREGAN 2 ML DE HCl Y SE CALIENTAN A EMBLLECIÓN. SE LES AGREGAN 2 GRAMOS DE -- OXALATO DE AMONIO O DE ÁCIDO OXÁLICO Y SE AGITA HASTA QUE ESTÉN DISUELTOS LOS CRISTALES, SE LES AGREGA AMONIACO HASTA VIRE DEL ROJO DE METILO Y SE LE DEJA EN SUAVE CALOR, SIN HERVIR, DURANTE MEDIA HORA, AL CABO DE ESE TIEMPO SE FILTRA LA SOLUCIÓN POR UN PAPEL FILTRO WHATMANN # 31 DE 9

CM DE DIÁMETRO, EXAMINANDO CUIDADOSAMENTE LAS PRIMERAS PORCIONES QUE PASAN, Y REFILTRÁNDOLAS EN CASO DE QUE PASEN TURBIAS. SE LAVA POR DECANACIÓN 5 VECES CON AGUA QUE CONTENGA OXALATO DE AMONIO AL 2 %. COMO PUEDE HABER ALGO DE COPRECIPITACIÓN DEL OXALATO DE MAGNESIO, ES PRECISO HACER UNA REPRECIPITACIÓN. PARA ESTO SE DISUELVE EL REPRECIPITADO EN EL FILTRO Y RECIBIENDO EN EL VASO EN QUE SE HIZO LA PRIMERA PRECIPITACIÓN. CUANDO TODO EL PRECIPITADO HA SIDO DISUELTO, SE AGREGAN 50 ML DE AGUA Y 0.5 GRAMOS DE OXALATO DE AMONIO, UNAS GOTAS DE ROJO DE METILO Y SE REPRECIPITA CON AMONIACO AL VIRE. SE DEJA EN CALIENTE POR ESPACIO DE 15 MINUTOS Y SE VUELVE A PASAR POR EL FILTRO ORIGINAL TENIENDO CUIDADO DE ALCALIZARLO PRIMERO CON UNAS GOTAS DE SOLUCIÓN DE AMONIACO, BAJESE ESTA VEZ TODO EL PRECIPITADO CUIDADOSAMENTE USANDO GENDARME Y LÁVESE 5 VECES DESDE LA ORILLA DEL FILTRO USANDO COMO LÍQUIDO DE LAVADO AGUA MUY CALIENTE. EL PRECIPITADO DE OXALATO DE CALCIO SE PUEDE TITULAR PERMANGANIMETRICAMENTE EN LA FORMA SIGUIENTE: PÓNGASE EN UN VASO DE 250 ML 100 ML DE H_2SO_4 AL 10% Y CALIÉNTESE A 80-100° C; SOBRE ESTA SOLUCIÓN SE DESPLIEGA EL FILTRO QUE CONTIENE EL PRECIPITADO Y CON EL CHORRO DE LA PISETA SE BAJA CASI EN SU TOTALIDAD. SE TITULA ESTA SOLUCIÓN HASTA TONO ROSA PERMANENTE, DESPUÉS SE INTRODUCE EN LA SOLUCIÓN EL PAPEL FILTRO QUE PUEDE CONTENER TODAVÍA ALGO DE PRECIPITADO DE OXALATO DE CALCIO, Y SE TERMINA LA TITULACIÓN NUEVAMENTE HASTA TONO ROSA. TÓMASE ÉSTE ÚLTIMO DATO COMO LECTURA FINAL.

DETERMINACIÓN DE Mg. - SE REÚNEN TODOS LOS FILTRADOS Y LAVADOS EN LA SEPARACIÓN DEL CALCIO Y SE CONCENTRAN HASTA TENER UN VOLUMEN APROXIMADO DE 250 ML. CALIÉNTESE CASI A EBULLICIÓN Y AGREGUÉNSE 2 GRAMOS DE ÁCIDO TARTÁRICO, 100 MG DE ÁCIDO ASCÓRBICO Y 10 ML DE AMONIACO CONCENTRADO. TITÚLESE CON SOLUCIÓN 0.05 M DE VERSENATO DISÓDICO HASTA QUE EL INDICADOR ERIOCROMO NEGRO PASE A ROSA O VERDE SI HABÍA ROJO DE METILO EN LA SOLUCIÓN.

DETERMINACION PIEZRO TOTAL CON

TIOCIANATO

APARATO LANGE UNIVERSAL "J"

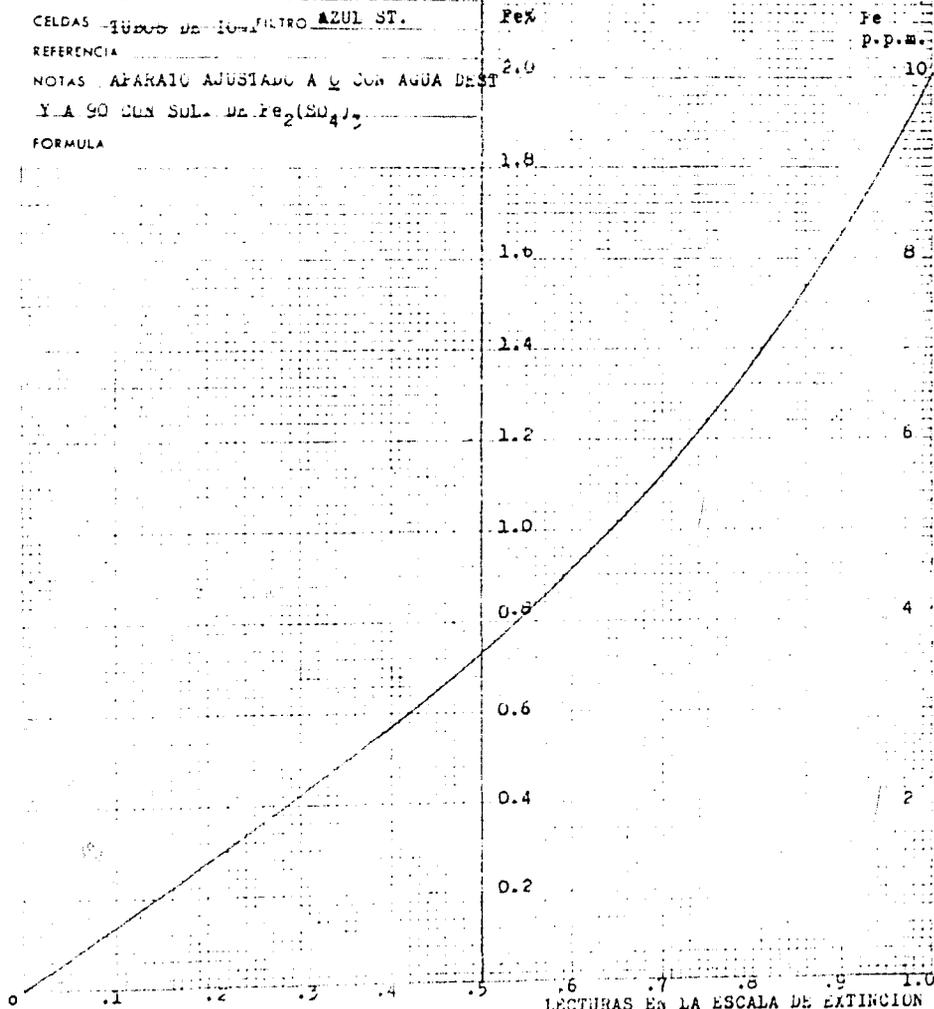
CELDA 18200 DE 104 FILTRO AZUL ST.

REFERENCIA

NOTAS APARATO AJUSTADO A 0 CON AGUA DEST

Y A 90 CON SOL. DE $Fe_2(SO_4)_3$

FORMULA



DEPENDENCIA INSTITUTO DE GEOLOGIA
LABORATORIO DE QUIMICA

50 MG / ML _____ 100 %
 0.025 _____ X

$$X = 0.05 \% \text{ DE FE}$$

CÁLCULO DE LA MUESTRA No 6

50 MG / ML _____ 100 %
 0.011 _____ X

$$X = 0.02 \% \text{ DE FE}$$

CÁLCULO DE LA MUESTRA No 7

50 MG / ML _____ 100 %
 0.005 _____ X

$$X = 0.01 \% \text{ DE FE}$$

RESULTADO TOTAL DEL FOSFORO.

EXTINCION	LECTURA EN LA GRAFICA EN P.P.M.	% DE FOSFORO
3.-0.018	3.8	0.15

CÁLCULO DE LA MUESTRA No 3

$$3.8 \text{ MG / LT} = 0.38 \text{ MG / 100 ML}$$

2000 MG _____ 200 AFORO
 X _____ 25 ALICUOTA

$$X = 250 \text{ MG}$$

250 _____ 100 %

0.38 _____ X

$$X = 0.15 \% \text{ DE P.}$$

DETERMINACION FOSFORO COMO ACIDO FOS-
FOVANADOMOLIBDICO

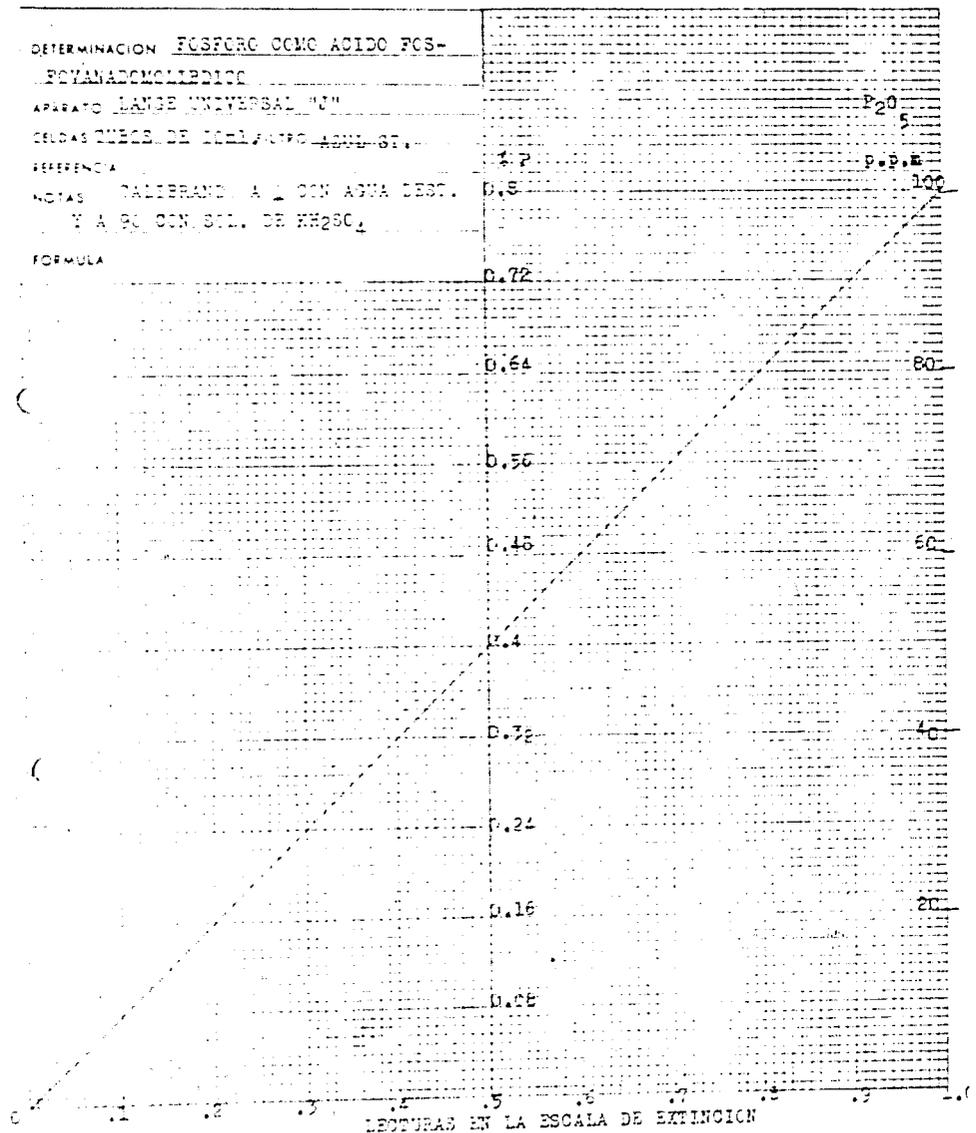
APARATO LANGE UNIVERSAL "U"

CELAS TUBOS DE REFLUJO 400L-3T.

REFERENCIA

NOTAS CALIBRANDO A 1 CON AGUA DEST. 0.8
Y A 90 CON SOL. DE KH₂PO₄

FORMULA



INSTITUTO DE GEOLOGIA
LABORATORIO DE QUIMICA

RESULTADO TOTAL DEL MANGANESO

EXTINCCION	LECTURAS EN LA GRAFICA EN P.P.M.	% DE MANGANESO
1.-0.001	0	0
2.-0	0	0
3.-0.28	0.58	0.23
4.-0.221	0.3	0.12
5.-0.078	0.9	0.036
6.-0.02	0	0
7.-0	0	0
8.-0	0	0
9.-0	0	0

CÁLCULO DE LA MUESTRA No 3

$$\begin{array}{r}
 200 \text{ MG} \quad \underline{\hspace{2cm}} \quad 200 \\
 X \quad \underline{\hspace{2cm}} \quad 25 \text{ ALICUOTA} \\
 X = 250 \text{ MG}
 \end{array}$$

$$\begin{array}{r}
 0.58 \text{ MG / LT} = 0.58 \text{ MG / 100 ML} \\
 250 \quad \underline{\hspace{2cm}} \quad 100 \% \\
 0.058 \quad \underline{\hspace{2cm}} \quad X \\
 X = 0.023 \% \text{ DE MN}
 \end{array}$$

CÁLCULO DE LA MUESTRA No 4

$$\begin{array}{r}
 250 \quad \underline{\hspace{2cm}} \quad 100 \% \\
 0.03 \quad \underline{\hspace{2cm}} \quad X \\
 X = 0.012 \% \text{ DE MN}
 \end{array}$$

CÁLCULO DE LA MUESTRA No 5

$$\begin{array}{r}
 250 \quad \underline{\hspace{2cm}} \quad 100 \% \\
 0.09 \quad \underline{\hspace{2cm}} \quad X \\
 X = 0.036 \% \text{ DE MN.}
 \end{array}$$

DETERMINACION DE ANGRIMOSO POR CALIBRACION

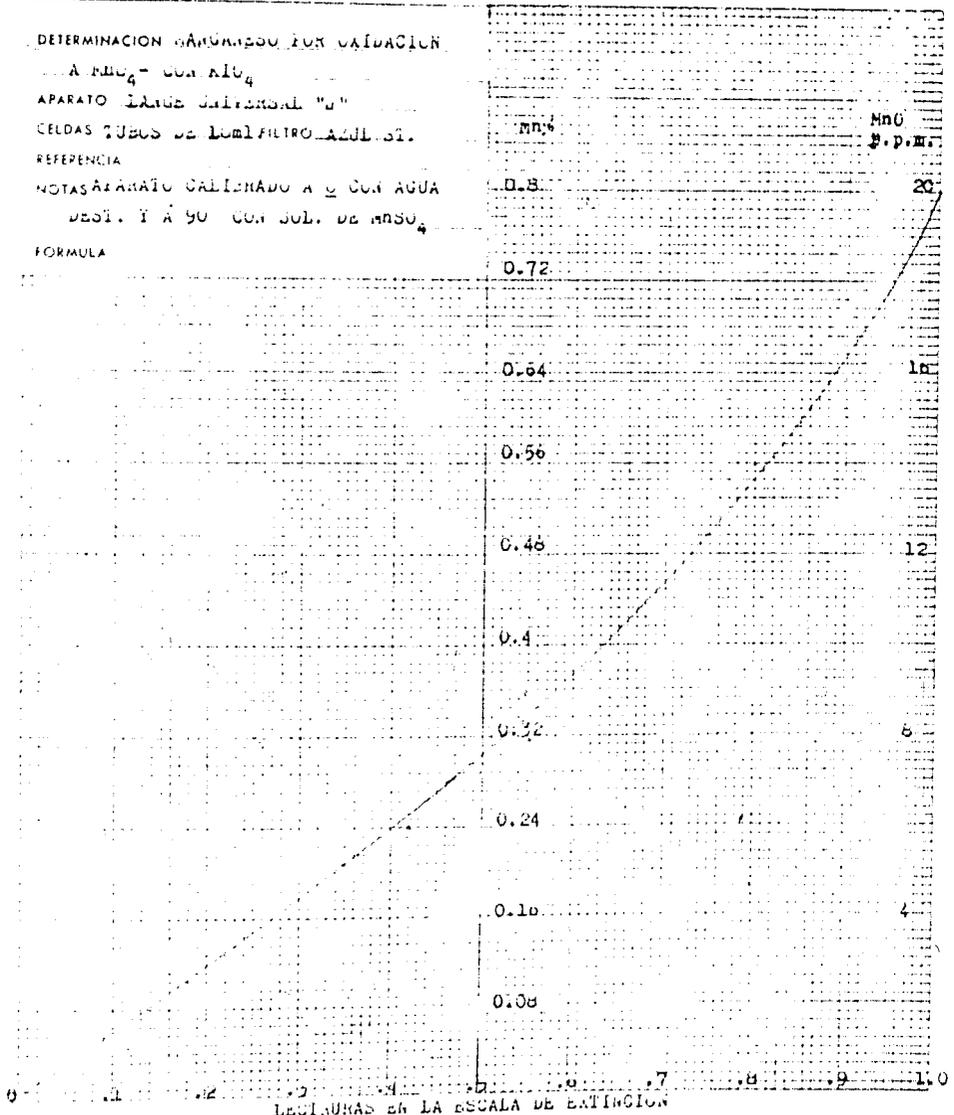
A MnO_2 - con $KMnO_4$
APARATO TITULO UNIVERSAL "U"

CELDA TUBOS DE LOMI FILTRO AADL 31.

REFERENCIA

NOTAS APARATO CALIBRADO A 0 CON AGUA
DESI. Y A 90 CON SOL. DE $MnSO_4$

FORMULA



DEPENDENCIA
DEPARTAMENTO

INSTITUTO DE GEOLOGIA
LABORATORIO DE QUIMICA

DETERMINACION VOLUMETRICA DEL CALCIO

VOLUMEN DE ML KMNO ₄	% DE CA
1.- 132.2	98.49
2.- 78.4	54.41
3.- 93.6	59.60
4.- 132.4	98.64
5.- 27.6	20.56
6.- 121.40	90.44
7.- 78.00	58.11
8.- 132.9	99.01
9.- 53.2	33.88

NORMALIDAD DEL KMNO₄ = 0.149

$$\% \text{ CaCO}_3 = \frac{\text{VOL KMNO}_4 \times \text{NORMALIDAD} \times \text{MILIEQUI} \times 100}{4 \times \text{PESO DE LA MUESTRA}}$$

PESO DE LA MUESTRA

MILIEQUIVALENTE DEL CaCO₃ = 0.050

DETERMINACION VOLUMETRICA DE MAGNESIO

VOLUMEN DE EDTA EN ML	VOLUMEN DE MgCl ₂ EN ML	% DE Mg
1.- 12.2	25.4	0.20
2.- 45.0	0.0	37.86
3.- 40.0	1.8	35.47
4.- 0.7	17.4	0.69
5.- 13.5	14.3	60.20
6.- 12.1	24.0	0.67
7.- 40.0	1.0	41.08
8.- 12.7	5.7	63.41
9.- 3.0	0.0	1.0

M DEL EDTA = 0.1061

MgCl₂ = 0.05 M.

% MgCO₃

RESULTADOS DEL ANALISIS DE CALIZAS DOLOMITAS Y MAGNESITAS

C A L C U L O S.
E N
%

NOMBRE	% CaCO ₃	% SiO ₂	% Fe	% Mn	% Al	% MgCO ₃	% TOTAL
CaCO ₃ MINOMESA	98.49	0.32	.04	0	.09	00.20	99.14
MAGNESITA 66-1	54.41	0.41	.05	0	.07	37.86	92.80
MAGNESITA 66-2	59.60	2.70	.30	0	.83	35.47	99.90
CALIZA 66-1	98.64	0.09	.00	0.28	.09	00.69	99.55
CALIZA 66-2	20.56	5.84	.05	0.12	.89	60.20	87.66
CALIZA 66-3	90.44	3.97	.02	0.03	.08	00.67	95.22
DOLOMITA 66-1	58.11	0.2	.01	0	0.1	41.08	99.33
DOLOMITA	33.88	1.59	0	0	0.1	63.41	99.65
CALIZA	99.01	0.00	0	0	0.0	1.0	100.00

CALCULOS DEL ERROR DE CALCULO EN LOS DOS TIPOS DE ANALISIS.

% CA VOLUMÉTRICO	% CA FLAMOFOTOMÉTRICO	% CA ERROR
1.- 99.49	98	0.49
2.- 54.41	60	- 1.59
3.- 59.60	60	- 3.40
4.- 98.64	97	1.64
5.- 20.56	27	- 6.44
6.- 90.44	91	- 0.56
7.- 58.11	97	1.11
8.- 33.88	34	- 1.12
9.- 99.01	99	- 0.01

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

EL PROPÓSITO FUNDAMENTAL DEL PRESENTE TRABAJO ERA EL ESTUDIO DE LAS POSIBILIDADES DE EMPLEAR AL EQUIPO DE QUE SE DISPONÍA EN LOS ANÁLISIS DE MUESTRAS DE CALIZAS Y DOLOMITAS. COMO EL APARATO QUE SE DESEABA EMPLEAR ERA UN FLUORÍMETRO DEL MODELO MÁS SENCILLO, ES DECIR, EQUIPO SOLOAMENTE CON FILTROS Y CUYO MEDIO DE EXCITACIÓN ESTABA LIMITADO AL USO DE PROPANO, ERA NECESARIO DETERMINAR ÚNICAMENTE CALCIO Y A PARTIR DE ESTE DATO CALCULAR LA PUREZA DEL MATERIAL. DESDE LUEGO LOS ANÁLISIS HECHOS EN ESTA FLAMA NO ESTABAN MUCHO DE SER COMPLETOS, PERO PARA PROPÓSITOS DE EXPLORACIÓN GEOQUÍMICA DE MANTOS Y YACIMIENTOS DE CALIZAS Y DOLOMITAS RESULTARON CON SUFICIENTE APROXIMACIÓN PARA PODER EMPLEARLOS EN LOS TRABAJOS EMPRENDIDOS POR EL INSTITUTO DE GEOLOGÍA. CUANDO LAS MUESTRAS LO AVERGÜABAN SE PODÍA EMPLEAR MÉTODOS COMPLEMENTARIOS. DESDE LUEGO LA DETERMINACIÓN DE CALCIO POR VOLUMETRÍA, YA SEA DE SU OXALATO O POR COMPLEJOMETRÍA CON MÉTODOS SUMAMENTE SENCILLOS PERO SIN EMBARGO DEMANDAN EL USO DE REACTIVOS Y UNA CANTIDAD DE TIEMPO ADICIONAL. ES OBVILO QUE SI SE DISPONE DEL FLUORÍMETRO CON EL FILTRO ADECUADO, SE TRATE DE LOGRAR POR SU MEDIO LOS RESULTADOS EN UN TIEMPO MÍNIMO Y SIN NECESIDAD DE REACTIVOS. EN GENERAL FUE SIEMPRE POSIBLE DETERMINAR VISUALMENTE LA CANTIDAD DE MATERIAL INSOLUBLE, SI ERA MUY ABUNDANTE AUTOMÁTICAMENTE SE PODÍA SUPONER QUE EL MATERIAL POR ANALIZAR SERÍA DE MUY BAJOS CONTENIDOS DE CARBONATOS Y EN NUMEROSAS OCASIONES SE PODÍA DESCARTAR LA MUESTRA, YA QUE SIENDO DE BAJOS PRECIO ÚNICAMENTE SE BUSCABAN MATERIALES DE ALTA PUREZA. SI LA CANTIDAD DE INSOLUBLE ERA PEQUEÑA, LA DETERMINACIÓN DE CALCIO NOS INFORMABA LA CANTIDAD DE CARBONATO QUE CONTENÍA LA MUESTRA, Y COMO PRIMERA APROXIMACIÓN SE DABA EL CARBONATO DE MAGNESIO MEDIANTE COMPLEJOMETRÍA Y CALCIO, MÁS MAGNESIO MEDIANTE COMPLEJOMETRÍA DE UNA ALICUOTA DE LA MISMA SOLUCIÓN.

EL MÉTODO HA QUEDADO INCORPORADO A LOS MÉTODOS DE ANÁLISIS DEL INSTITUTO DE GEOLOGÍA, Y HA SIDO POSIBLE CALIBRAR LOS APARATOS DE LA FACULTAD DE QUÍMICA PARA QUE LOS ESTUDIANTES PUEDAN CORROBORAR SUS DATOS VOLUMÉTRICOS MEDIANTE UN ANÁLISIS INSTRUMENTAL DEL MISMO ELEMENTO.

B I B L I O G R A P H I A

- 1.- BLAEDEL, W. J., & MELOCHE V. W.,
ELEMENTARY QUANTITATIVE ANALYSIS
ED. HARPER & ROW, PUBLISHERS
New. YORK.
1963
- 2.- HILLEBRAND. W. F., & LUNDELL. G.E.F.,
APPLIED INORGANIC ANALYSIS
ED. JOHN WILEY & SONS. INC.
New. YORK.
1929.
- 3.- HILLEBRAND. W. F., & LUNDELL. G. E. F.,
APPLIED INORGANIC ANALYSIS
ED. JOHN WILEY & SONS. INC.
New. YORK.
1951
- 4.- KOLTHOFF T.M. & SANDELL E. B.
TEXTBOOK OF QUANTITATIVE INORGANIC
ED. MACMILLAN Co.
3^o Ed.
New. YORK.
1952
- 5.- SANDELL E. B.
COLORIMETRIC DETERMINATION OF METALS
ED. INTERSCIENCE PUBLISHERS
2. Ed.
New. YORK.
1950.

6.- WELCHER F. J.
THE ANALYTICAL USES OF EDTA.
ED. VAN NOSTRAND Co.
PRINCETON U. S.A.
1958.

7.- WILLARD. H. H., & MERRITT, L. L.,
METODOS INSTRUMENTALES DE ANALISIS
ED. CONTINENTAL.
MÉxico, D.F.
1965.



QUÍMICA

I N D I C E

Núm.	Pág.
1.- INTRODUCCION	1
2.- GENERALIDADES DE CALIZAS Y DOLOMITAS	2 - 5
3.- GENERALIDADES DE FLAMOFOTOMETRIA	5 - 33
4.- TITULACIONES COMPLEJOMETRICAS	34- 40
5.- DATOS EXPERIMENTALES	41- 57
6.- CONCLUSIONES.	58
8.- BIBLIOGRAFIA.	59- 60

ESTA TESIS SE IMPRIMO EN MARZO DE 1971
EMPLEANDO EL SISTEMA DE REPRODUCCION
XEROX - OFFSET, EN LOS TALLERES DE
IMPRESOS OFFSALI-G, S. A., AV. COLONIA
DEL VALLE NO. 531 (ESQ. ADOLFO PRIETO)
TEL. 5-23-21-05 OFICINAS MIER Y PESADO
NO. 349-A TEL. 5-23-03-33 MEXICO 12, D. F.