

**UNIVERSIDAD IBEROAMERICANA**  
**INCORPORADA A LA U.N.A.M.**  
**ESCUELA DE CIENCIAS QUIMICAS**

**DETERMINACION ESPECTROFOTOMETRICA DEL HIDROXIDO**  
**DE ALUMINIO CON AURIN TRI CARBOXILATO**  
**DE AMONIO**  
**COMPARACION CON OTROS METODOS GRAVIMETRICOS**

**TESIS**

**PARA OPTAR POR EL TITULO DE**

**QUIMICO**

**M. ESTHILA DE LOS DOLORES CARRILLO GARIBAY**

**MEXICO, D.F.**

**1964**



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.

**CON GRATITUD A MIS QUERIDOS PADRES**

**A MIS HERMANOS**

**ENRIQUE Y LETICIA.**

**A MIS MAESTROS,**

**EN ESPECIAL AL SR.**

**ING. ALBERTO OBREGON**

**A MIS AMIGOS Y COMPAÑEROS**

**CON GRATITUD AL PERSONAL DEL LABORATORIO  
DE CONTROL DE LA CIA. MEDICINAL LA CAMPA-  
NA, S.A. DE C.V., QUE ME HICIERON POSIBLE-  
LA REALIZACION DE MI TRABAJO, EN ESPECIAL A  
LA SRITA. Q.F.B. MA. DE JESUS RUBIO.**

## SUMARIO

		<u>Pág.</u>
I	INTRODUCCION	1
II	DATOS GENERALES SOBRE EL HIDROXIDO DE ALUMINIO	4
III	METODOS A USAR EN LAS DE- TERMINACIONES Y BASES DE DICHOS METODOS	10
IV	RESULTADOS DE LAS PRUEBAS	24
V	CONCLUSIONES	42
VI	BIBLIOGRAFIA	45

## I.- INTRODUCCION.

## INTRODUCCION

Dentro de los métodos analíticos usados en la actualidad para la determinación de hidróxido de aluminio en diferentes tipos de productos, es nuestro objetivo tratar de encontrar uno que por su aplicación, sencillez y exactitud, sea el más conveniente para la valoración de dicho material.

Ya que trabajar con la totalidad de productos que tengan en su formulación este material sería demasiado tardado, se tomaron como base, una sustancia pura y dos productos farmacéuticos, que representan la mayoría de los existentes en el mercado, ya que como se sabe el hidróxido de aluminio, se usa ampliamente como antiácido.

Los métodos usados en este trabajo fueron escogidos de tal forma que se encontraron datos representativos al comparar los resultados de tres de las ramas básicas usadas en Análisis Cuantitativo; es decir Gravimétrico, Volumétrico y Colorimétrico.

Para los dos primeros procedimientos indicados, la base del método es la misma es decir, lograr precipitar cuantitativamente, el hidróxido de aluminio de la solución en la muestra, con la variante posterior, de

que en el primero de ellos, dicho precipitado se calcina, obteniéndose el resultado en forma de óxido de aluminio; en el segundo, se determina el exceso de reactivo que se usó en la precipitación del hidróxido de aluminio, por titulación.

En el tercer procedimiento, se usa un método espectrofotométrico, utilizando como reactivo el Aurin tri carboxilato de Amonio conocido con el nombre trivial de Aluminón, que reacciona con el hidróxido de aluminio dando un complejo colorido, bastante estable como para poder medir con precisión su absorbancia en el espectro visible. Este método esta fundado en la Ley de Beer.

En los próximos capítulos se da una relación exacta de los trabajos llevados a cabo, y las conclusiones a las que se llegó.

## II.- DATOS GENERALES SOBRE HIDROXIDO DE ALUMINIO.

## II. - DATOS GENERALES SOBRE HIDROXIDO DE ALUMINIO.

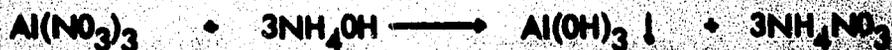
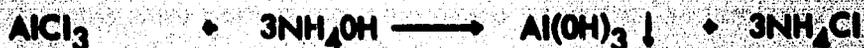
## DATOS GENERALES SOBRE HIDROXIDO DE ALUMINIO

**Estado Natural.** - En la naturaleza se encuentran tres hidratos de aluminio  $Al_2O_2(OH)_2$  en masas translúcidas o en cristales rómbicos, la bauxita, que parece contener al hidrato  $Al_2O(OH)_4$  asociado al óxido de hierro y a la sílice, la gibbsita o hidrargirita  $Al_2(OH)_6$  en estalactitas o en cristales monoclinicos.

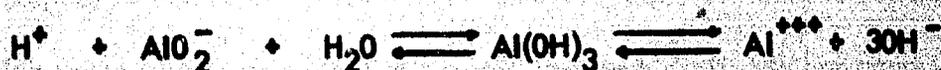
**Obtención.** - El hidróxido de aluminio se obtiene como un precipitado blanco gelatinoso con todas las características inherentes de este tipo de precipitados: absorción de sales, dificultad de filtración y retención de una gran cantidad de agua; raras veces y sólo en condiciones especiales forma microcristales.

A un pH de 4.2 empieza la precipitación del hidróxido de aluminio y a medida que sube este pH el aluminio se redissuelve formando aluminatos, estas características se deben a su carácter anfótero.

Al añadir amoníaco u otro hidróxido alcalino (sodio o potasio) tiende a mantenerse en suspensión coloidal precipitando las disoluciones de sales aluminicas por los iones hidroxilo según las reacciones siguientes:

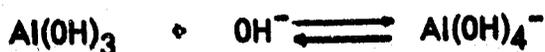
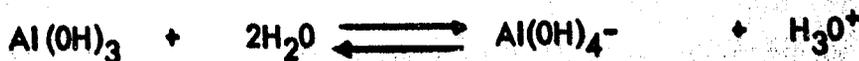


El carácter anfótero del aluminio es decir su capacidad de actuar como ácido o como base queda expresado por:



Este equilibrio hace que quede favorecido el miembro de la derecha de la ecuación por cualquier proceso que consuma oxhidrilos por Ej. por la adición de iones hidronio.

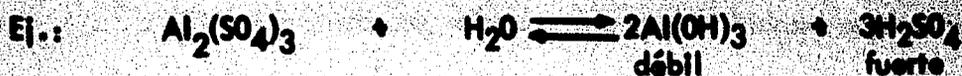
Por otra parte el equilibrio que favorece la formación del ión aluminato se disocia al adicionar iones oxhidrilo.



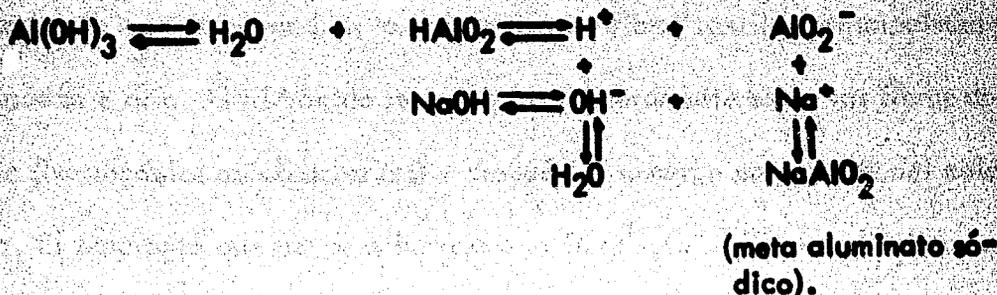
En consecuencia el hidróxido de aluminio se disolverá tanto en los álcalis como en las bases.

El hidróxido de aluminio al disolverse en los ácidos forma -

las sales de aluminio tales como el cloruro, sulfato o nitrato. Las soluciones acuosas de estas sales poseen reacción ácida debida a la hidrólisis.



El hidróxido de aluminio en presencia de bases fuertes (hidróxido sódico) se deshidrata parcialmente de manera que se forma la sal del meta ácido (meta aluminato sódico que es fácilmente hidrolizado por agua y su disolución tiene reacción alcalina fuerte).



El hidróxido de aluminio es insoluble en hidróxido de amonio, puesto que el  $\text{Al}^{+++}$  no forma un ión complejo con el amonio, no se disuelve en agua pero tiene gran tendencia a formar disoluciones coloidales, es parcialmente soluble en forma de coloide en un exceso de  $\text{NH}_3$ .

El ión  $\text{Al}^{+++}$  precipita por los fosfatos solubles dando un fos

fato  $\text{AlPO}_4$  insoluble en agua y en ácido acético, y las sales alcalinas de ácidos débiles como el carbonato y el sulfuro precipitan hidróxido.

El ácido tartárico, cítrico, compuestos hidraxi orgánicos como el azúcar y otros compuestos análogos, impiden la precipitación del hidróxido por formarse complejos.

Cuando el hidróxido de aluminio precipita en una disolución que contiene una substancia orgánica coloreada, esta es adsorbida por el hidróxido coloidal y al producto se le denomina laca de adsorción. Se saca provecho de esta propiedad en la coloración de fibras textiles principalmente algodón e hilo. El hidróxido se precipita primeramente sobre las fibras del tejido (haciéndolos no absorbentes) y después se sumerge en el baño del colorante. El colorante que no se adheriría a la fibra sola se fija en el tejido a causa de hidróxido de aluminio.

En consecuencia el hidróxido de aluminio recibe el nombre de fijador de colorantes o mordiente, de suma utilidad en tintorerías.

El hidróxido de aluminio precipita a partir del sulfato, se utiliza para satinar el papel, en la purificación de agua por el método de coagulación; para impermeabilizar los géneros finos se saturan con una diso-

lución de acetato de aluminio y se hierven para provocar una hidrólisis.

El hidróxido de aluminio constituye en la técnica el producto intermedio más importante para la fabricación del metal y de los compuestos aluminicos, obteniéndose a partir de la bauxita (hidrato de aluminio al estado natural) por diversos procedimientos.

El hidróxido de aluminio al ser calentado a 650° C produce su correspondiente compuesto anhidro:



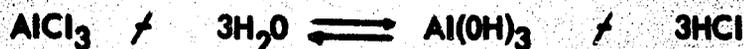
III.- METODOS A USAR EN LAS DETERMINACIONES Y BASES DE DICHS METODOS.

## MÉTODOS A USAR EN LAS DETERMINACIONES Y BASES DE DICHS METODOS

Los métodos estudiados en esta tesis para la determinación -  
cuantitativa del hidróxido de aluminio, fueron:

A).- Método de Stock.

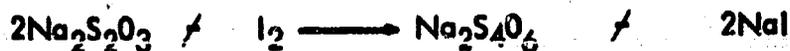
Muchas sales de aluminio tratadas en solución acuosa sufren  
una hidrólisis efectuándose la reacción siguiente:



Si se logra eliminar el ácido formado el cual es la causa de  
que el hidróxido se forme, entonces éste precipita, este ácido puede eliminar  
se mediante la adición de una mezcla de yoduro yodato de potasio, teniendo  
lugar la siguiente reacción:



El yodo liberado se elimina con tiosulfato de sodio según la  
reacción:



El hidróxido de aluminio ya separado por filtración se calci-

na para transformarlo en óxido que es como se pesa.

En este método la exactitud es satisfactoria debido a la gran insolubilidad del hidróxido de aluminio

En este método no interfiere la presencia de calcio, magnesio o ácido bórico, pero no puede emplearse en la presencia de sustancias orgánicas semejantes al ácido tartárico, ácido cítrico o azúcar los cuales previenen, como ya se dijo la precipitación del hidróxido de aluminio.

#### Reactivos:

Acido Clorhídrico

Solución acuosa de Yoduro de Potasio al 25% P/V

Solución acuosa saturada de Yodato de Potasio

Solución de Tiosulfato de sodio al 20% P/V

Solución de Nitrato de Amonio al 2% P/V

#### Material empleado:

Matraces Erlenmeyer, pipetas, papel filtro, papel indicador, embudo de cola larga, vasos de precipitado, crisol de porcelana previamente tarado, etc.

### Técnica seguida:

- 1.- Pesar exactamente una cantidad de muestra.
- 2.- Pasarla a un vaso y agregarle 25 ml. de ácido clorhídrico
- 3.- Tapar el vaso y digerirlo en baño maría durante hora y media o dos horas.
- 4.- Enfriar y pasar cuantitativamente a un matraz volumétrico de 100 ml. con agua destilada y aforar.
- 5.- Mezclar y filtrar la solución desechando los primeros 20 ml. del filtrado.
- 6.- Tomar una muestra de 25 ml. y llevarla a sequedad.
- 7.- Agregar agua y comprobar la reacción de la solución - (con papel indicador) la cual deberá ser neutra o ligeramente ácida.
- 8.- Adicionar un ligero exceso de solución reactivo de yoduro yodato de potasio (yoduro de potasio al 25% y una solución saturada de yodato de potasio).
- 9.- Dejar en reposo por 5 minutos.
- 10.- Decolorar la solución con solución reactivo de tiosulfato de sodio al 2 %.
- 11.- Agregar 2 ml. más de la solución reactivo de yoduro yodato de potasio para asegurar la precipitación completa del aluminio.

- 12.- Calentar por 15 minutos.
- 13.- Filtrar a través de papel filtro.
- 14.- Lavar el precipitado con porciones sucesivas de solución caliente de nitrato de amonio al 2 %
- 15.- Secarlo a la estufa a 100-110°C durante 20 minutos.
- 16.- Calcinar a la mufla a 400°C durante 30-45 minutos.
- 17.- Dejar enfriar en desecador.
- 18.- Pesarlo hasta obtener peso constante.

B).- El segundo método gravimétrico para la determinación del hidróxido de aluminio es el de la 8 Hidroxiquinolina.

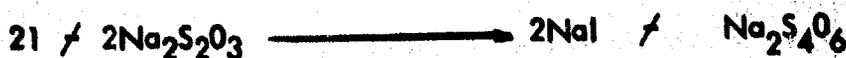
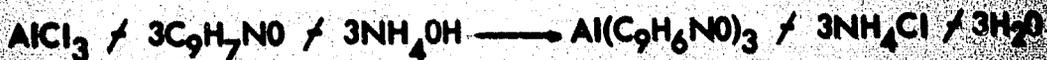
La 8 Hidroxiquinolina ( $C_9H_7ON$ ) tiene una acción más que específica selectiva.



Al tratar las sales de aluminio en medio ligeramente ácido con solución de 8 Hidroxiquinolina, precipita cuantitativamente la oxima de forma cristalina y fácil de filtrar, por lo que en esta forma se separa, se seca y se pesa. Además tiene la ventaja analítica de ser de alto peso molecular, por lo que la exactitud del método es elevada, pues el peso del aluminio es bastante bajo.

Es conveniente un método volumétrico para completar la de-  
terminación, para lo cual el hidroxiquinolinato de aluminio se disuelve en -  
 ácido clorhídrico 4N, se le añaden 0.5 g. de bromuro de potasio y dos gotas  
 de rojo de metilo como indicador, después se agrega en exceso bromato de po-  
 tasio y por último se titula el yodo desprendido con tiosulfato de sodio, usán-  
 do engrudo de almidón como indicador.

Las reacciones llevadas a cabo en este método son:



12 átomos de bromo están indicados por átomo de aluminio  
 en estas reacciones, así que el peso equivalente de aluminio en esta determi-  
 nación es de 1/12 de su peso atómico.

Reactivos:

Acido Clorhídrico

### **Solución de Acetato de Amonio**

**8 Hidroxiquinolina (2.5 g./100 ml. ác. acético 2N)**

**Acido acético 2N.**

#### **Material empleado:**

**Vasos de precipitado, matraz aforado de 100 ml., pipetas, varilla de vidrio, etc.**

#### **Técnica seguida:**

- 1.- Pesar exactamente una cantidad de muestra.**
- 2.- Pasarla a un vaso y agregarle 25 ml. de ácido clorhídrico.**
- 3.- Tapar el vaso y digerirlo a baño maría durante hora y media o dos horas.**
- 4.- Pasarlo cuantitativamente a un matraz aforado de 100 ml. con agua destilada y aforar.**
- 5.- Mezclar y filtrar la solución desechando los primeros 20 ml. del filtrado.**
- 6.- Tomar una muestra de 25 ml. y pasarla a un vaso.**
- 7.- Agregar 10 ml. de acetato de amonio.**
- 8.- Agregar gota a gota y agitando con una varilla de vidrio**

una solución de 8 Hidroxiquinolina (preparada disolviendo 2.5 g. en 100 ml. de ácido acético 2N) hasta precipitación completa que se comprueba porque la adición del reactivo no produce turbidez.

9.- Calentar hasta que el precipitado se haya cristalizado.

10.- Filtrar en filtro de vidrio, previamente tarado.

11.- Lavar el precipitado con pequeñas porciones sucesivas de agua fría.

12.- Secarlo a la estufa a 100-110°C durante 30-45 minutos.

13.- Dejarlo enfriar en desecador.

14.- Pesarlo.

C).- Un tercer método para la determinación del hidróxido de aluminio es el espectrofotométrico, usando como reactivo, el Aurin tri carboxilato de Amonio (Aluminón).

Este método está basado en la formación de una laca fuertemente colorida con un reactivo adecuado. Estas lacas han sido vistas como complejos internos de aluminio en el cual existe una solución coloidal, o como hidróxido coloidal de aluminio, en el cual el compuesto orgánico es adsorbido en una forma o en otra con un pronunciado cambio de color.

Basándose en las relaciones estequiométricas de las reaccio

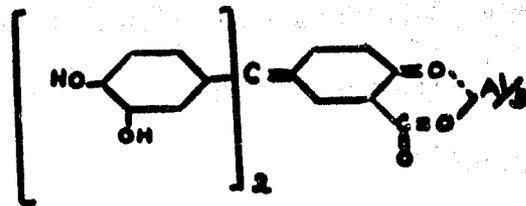
nes entre ciertos colorantes y el aluminio se puede suponer la formación de complejos bien definidos como producto de estas reacciones.

Los productos obtenidos son poco solubles y forman suspensiones coloidales de mayor o menor estabilidad.

Una solución neutra o débilmente ácida de Aurin tri carboxilato de Amonio tiene un color amarillo café con una intensidad máxima a un pH 4; el color pasa a ser amarillo pálido cuando la solución se alcaliniza.

La adición de ácidos minerales precipita el ácido aurin tri carboxílico. En medio ligeramente ácido con un amortiguador de acetato y ácido acético, o en medio neutro, el reactivo da un color rojo intenso con poquerrimas cantidades de aluminio.

El color rojo es un complejo interno de una sal cuya fórmula es la siguiente:



El color se desarrolla lentamente a temperatura ambiente y a temperaturas elevadas debe usarse un coloide protector para estabilizar la suspensión, aún cuando la intensidad de color cambie con el tiempo.

Muchos metales principalmente el hierro férrico y el cobre nítrico forman también lacas fuertemente coloridas y muchos aniones tienden a reducir la intensidad de color, formando complejos bastante estables con el aluminio, en un medio débilmente ácido en el cual la reacción es usualmente llevada a cabo. La acidez afecta la velocidad de formación de las lacas y el exceso de color del reactivo.

Las ventajas de hacer la solución básica después de la formación de la laca en medio ácido es para que el exceso de color del reactivo sea menor, pues este exceso influye al usar otro aparato que no sea el espectrofotómetro.

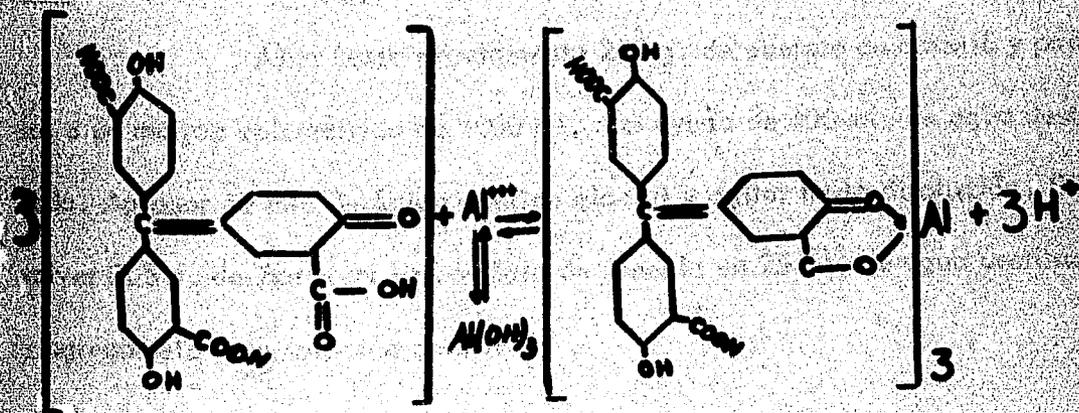
Por otro lado la sensibilidad de reacción se reduce en medio básico, la laca llega a ser menos estable y la precipitación de ciertos metales ocurre.

La intensidad de color puede no ser estrictamente proporcional a la concentración de aluminio, pero es posible apearse estrictamente a las condiciones establecidas para obtener buena reproductividad de este método.

La calidad del Aurin tri carboxilato de Amonio es un factor importante en la determinación, pues si éste es fuertemente colorido da origen a soluciones inestables.

En solución acuosa el Aluminón es estable por cinco semanas para la solución mezclada de Aluminón y Acetato de Amonio sólo puede usarse si no se tiene guardada más de una semana, después de ese tiempo la solución se decolora parcialmente y se obtienen nuevas coloraciones con el compuesto de aluminio.

La reacción llevada a cabo en este método es:



Los reactivos empleados en este método espectrofotométrico

son los siguientes:

- 1.- Acido Clorhídrico.
- 2.- Solución concentrada de Aluminio.

Pesar exactamente 0.3428 g. de viruta de aluminio lavada en cloroformo, pasarla a un matraz volumétrico de 1000 ml., agregar 10 ml. de ácido clorhídrico y 10 ml. de agua. Calentar el contenido del matraz a baño maría hasta disolución completa. Enfriar y aforar con agua destilada.

Cada ml. de esta solución contiene 0.648 mg. de  $Al_2O_3$

**Solución del patrón de aluminio:**

Medir 15 ml. de la solución anterior en un matraz volumétrico de 100 ml. y aforar con agua.

10 ml. de esta solución contienen 0.0972 mg. de  $Al_2O_3$

**3.- Solución amortiguadora del Aluminón:**

A).- Pesar exactamente 250 g. de acetato de amonio y pasarlos a un matraz volumétrico de 1000 ml. con ayuda de 400 ml. de agua destilada. Agregar 40 ml. de ácido acético glacial y agitar hasta disolución. Disolver 0.5 g. de Aurin tri carboxilato de Amonio en 25 ml. de agua destilada y agregárselo a la solución anterior.

Disolver 1 g. de ácido benzoico en 10 ml. de alcohol metílico, agregárselo a la solución y aforar con agua destilada.

B).- Mezclar 5 g. de gelatina con 125 ml. de agua y calentar hasta disolución. Pasarla a un matraz aforado de 500 ml. que contenga 200 ml. de agua destilada y aforar.

**Equipo:**

Para la determinación espectrofotométrica del hidróxido de

alumino se utilizó el espectrofotómetro Beccman modelo DU, y material común de laboratorio como: matraces aforados, pipetas, vasos de precipitado, etc.

#### Técnica seguida:

- 1.- Pesar exactamente una cantidad de muestra.
- 2.- Pasarla a un vaso y agregarle 25 ml. de ácido clorhídrico.
- 3.- Tapar el vaso y digerirlo en baño maría durante hora y media o dos horas.
- 4.- Enfriar y pasar cuantitativamente a un matraz volumétrico de 100 ml. con agua destilada, aforar y mezclar.
- 5.- Filtrar la solución desechando los primeros 20 ml. del filtrado.
- 6.- Medir exactamente 5 ml. del filtrado en un matraz volumétrico de 1000 ml.
- 7.- Aforar con agua destilada y mezclar.
- 8.- Disponer tres matraces aforados de 100 ml. y medir en el 1o. 10 ml. de la solución anterior; en el 2o. 10 ml. de la solución patrón de alumino y en el 3o. 10 ml. de agua destilada.
- 9.- A cada uno de estos matraces agregarle 15 ml. de agua

destilada y exactamente 15 ml. de solución amortiguadora de aluminio.

10.- Calentar a baño maría durante cinco minutos.

11.- Inmediatamente enfriar a temperatura ambiente y afear con agua destilada.

12.- Mezclar vigorosamente y determinar la absorbancia de la solución patrón, del blanco y de la solución problema en un espectrofotómetro Beckman DU o equivalente, a una longitud de onda de 540 m $\mu$  ajustando el aparato a cero de absorbancia con agua destilada.

Cálculos:

$$\frac{(A-B)}{(S-B)} \quad \frac{0.0000972}{10} \quad \frac{1000}{5} \quad \frac{100}{W} \quad 100 = \% \text{ de Al}_2\text{O}_3$$

Siendo:

A: Lectura del problema

B: Lectura del blanco

S: Lectura del patrón

W: Gramos de muestra.

#### **IV.- RESULTADO DE LAS PRUEBAS.**

## RESULTADO DE LAS PRUEBAS

En la Compañía Medicinal La Campana, S. A. de C. V. en donde se llevó a cabo esta tesis, se aplicaron los métodos mencionados tanto a la Materia Prima como a dos productos farmacéuticos cuya composición es la siguiente:

**Producto No. 1 (forma farmacéutica tabletas)**

Hidróxido de Aluminio cuyo contenido varía de 0.226 a --  
0.263 g. / tableta.

Azúcar Glass

Azúcar Granulada U.S.P.

Almidón

Magnesio Estearato

Calcio fosfato tribásico N.F.

Sabor de Menta

Agua.

**Producto No. 2 (forma farmacéutica tabletas)**

Hidróxido de Aluminio cuyo contenido varía de 0.140 a  
0.160 g. / tableta.

Pentaeritrol tetra nitrato (PETN)

Estearato de Magnesio U.S.P.

Lactosa

Amino filina

Alcohol Isopropílico N.F.

Poliétilen Glicol 6000

Almidón

Agua.

El contenido de Aluminio de la Materia Prima analizada fué de 86.4% de  $Al_2O_3$  que corresponde a 86.3% de  $Al(OH)_3$ .

Tiene una tolerancia de:

50 a 57 % de  $Al_2O_3$

76.5 a 87.2 % de  $Al(OH)_3$

Producto No. 1 (forma farmacéutica; tabletas)

El producto analizado contenía 0.1675 g. de  $Al_2O_3$  que corresponde a 0.2575 g. de  $Al(OH)_3$  por tableta.

La tolerancia por tableta de este producto es de:

0.148 a 0.172 g. de  $Al_2O_3$

0.226 a 0.264 g. de  $\text{Al}(\text{OH})_3$

El peso promedio de estas tabletas fué de 1.285 g.

Producto No. 2 (forma farmacéutica: tabletas)

El producto analizado contenía 0.0972 g. de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  que corresponde a 0.1487 g. de  $\text{Al}(\text{OH})_3$  por tableta.

La tolerancia por tableta de este producto es de:

0.140 a 0.160 g. de  $\text{Al}(\text{OH})_3$

0.0915 a 0.104 g. de  $\text{Al}_2\text{O}_3$

El peso promedio de estas tabletas fué de 0.3 g.

Los resultados obtenidos en los diferentes métodos fueron los

siguientes:

## PRODUCTO No. 1

### Método Espectrofotométrico:

Las lecturas obtenidas para 1.5 g. de muestra fueron:

B: 0.061

S: 0.44

P: 0.44

### Calculos:

$$\frac{(A-B)}{(S-B)} \times \frac{0.0000972}{10} \times \frac{1000}{5} \times \frac{100}{W} \times T = \text{g. Al}_2\text{O}_3 / \text{tableta}$$

Siendo:

A: Lectura del problema

B: Lectura del blanco

S: Lectura del Patrón

W: Gramos de muestra

T: Peso de la tableta

$$\frac{0.44 - 0.061}{0.44 - 0.061} \times \frac{0.0000972}{10} \times \frac{1000}{5} \times \frac{100}{1.5} \times 1.285 = \text{g. Al}_2\text{O}_3 / \text{tableta.}$$

$$\frac{0.001945}{5} \times 1.285 = 0.1675$$

0.1675 g. de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> / tableta

Para obtener los resultados en  $\text{Al}(\text{OH})_3$  se multiplica por el siguiente factor:

$$\text{Factor} = \frac{\text{Al}(\text{OH})_3}{\text{Al}_2\text{O}_3} = 1.53$$

0.2575 g. de  $\text{Al}(\text{OH})_3$  / tableta

Lo mismo se hizo con diferentes cantidades de muestra y se obtuvieron los siguientes datos:

Para 1 g. de muestra las lecturas fueron:

B: 0.061

S: 0.44

P: 0.30

Resultados por tableta:

0.1685 g. de  $\text{Al}_2\text{O}_3$

0.2588 g. de  $\text{Al}(\text{OH})_3$

Para 3 g. de muestra las lecturas fueron:

B: 0.061

S: 0.44

P: 0.821

Resultados por tableta:

0.1674 g. de  $\text{Al}_2\text{O}_3$

0.2571 g. de  $\text{Al}(\text{OH})_3$

PRODUCTO No. 1

Método de Stock.

Para 1 g. de muestra se tiene:

Peso del crisol con precipitado ----- 14.7720

Peso del crisol vacío ----- 14.6415

Peso del precipitado ----- 0.1315 g.

Cálculos:

1 g. ----- 100

0.1315 ----- x = 13.15

0.1315 x 1.285 = 0.1689

0.1689 g. de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  / tableta

El resultado anterior corresponde a:

0.2582 g. de  $\text{Al}(\text{OH})_3$  / tableta

Se hizo lo mismo con diferentes cantidades de muestra y se

obtuvo lo siguiente:

Para 1.5 g. de muestra los resultados fueron:

Peso del precipitado ----- 0.196 g.

0.1681 g. de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  / tableta

0.2571 g. de  $\text{Al}(\text{OH})_3$  / tableta

Para 3 g. de muestra se obtuvo:

Peso del precipitado ----- 0.3918 g.

0.1678 g. de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  / tableta

0.2570 g. de  $\text{Al}(\text{OH})_3$  / tableta

#### PRODUCTO No. 1

Por el método gravimétrico de la 8 Hidroxiquinolina se obtuvieron los siguientes resultados:

Peso de muestra 1 g.

Cálculos:

Peso del crisol con precipitado ----- 31.158

Peso del crisol vacío ----- 29.073

Peso del precipitado ----- 1.185 g.

$$\text{Factor } \frac{\text{Al}_2\text{O}_3}{\text{Al}(\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})_3} = 0.111$$

$$1.185 \times 0.111 \times 1.285 = 0.1681$$

0.1681 g. de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  / tableta

Este dato equivale a:

0.2586 g. de  $\text{Al}(\text{OH})_3$  / tableta

### PRODUCTO No. 2

Método Espectrofotométrico:

Las lecturas para 1 g. de muestra fueron:

B: 0.056

S: 0.412

P: 0.651

Resultados por tableta:

0.0972 g. de  $\text{Al}_2\text{O}_3$

0.1487 g. de  $\text{Al}(\text{OH})_3$

Las lecturas para 1.5 g. de muestra fueron:

B: 0.056

S: 0.412

P: 0.946

Resultados por tableta:

0.097 g. de  $Al_2O_3$

0.1487 g. de  $Al(OH)_3$

Las lecturas para 3 g. de muestra fueron:

B: 0.056

S: 0.412

P: 1.783

Resultados por tableta:

0.0975 g. de  $Al_2O_3$

0.149 g. de  $Al(OH)_3$

### PRODUCTO No. 2

Método de Stock.

Para 1 g. de muestra se obtuvo:

Peso del precipitado ----- 0.325 g.

Resultados por tableta:

0.0975 g. de  $Al_2O_3$

0.149 g. de  $Al(OH)_3$

Para 1.5 g. de muestra se tiene:

Peso del precipitado ----- 0.4845 g.

Resultados por tableta:

0.0969 g. de  $Al_2O_3$

0.1482 g. de  $Al(OH)_3$

Para 3 g. de muestra se obtuvo:

Peso del precipitado ----- 0.972 g.

Resultados por tableta:

0.0972 g. de  $Al_2O_3$

0.1487 g. de  $Al(OH)_3$

### PRODUCTO No. 2

Método de la 8 Hidroxiquinolina:

Para 1 g. de muestra se obtuvo:

Peso del precipitado ----- 0.291 g.

Resultados por tableta:

0.0969 g. de  $Al_2O_3$

0.1482 g. de  $Al(OH)_3$

Para 1.5 g. de muestra se tiene:

Peso del precipitado ----- 0.4378 g.

Resultados por tableta:

0.097 g. de  $Al_2O_3$

0.1487 g. de  $\text{Al}(\text{OH})_3$

Para 3 g. de muestra se obtuvo:

Peso del precipitado ----- 0.8676 g.

Resultados por tableta:

0.0963 g. de  $\text{Al}_2\text{O}_3$

0.1473 g. de  $\text{Al}(\text{OH})_3$

#### MATERIA PRIMA

Método Espectrofotométrico.

Las lecturas obtenidas para 1 g. de muestra fueron:

B: 0.061

S: 0.44

P: 1.16

Resultados:

56.37 % de  $\text{Al}_2\text{O}_3$

86.24 % de  $\text{Al}(\text{OH})_3$

Para 1.5 g. de muestra las lecturas fueron:

B: 0.061

S: 0.44

P: 1.72

Resultados:

56.37 % de  $\text{Al}_2\text{O}_3$

86.24 % de  $\text{Al}(\text{OH})_3$

Para 3 g. de muestra no se obtiene lectura pues es muy grande la cantidad de aluminio.

### MATERIA PRIMA

Debido a la gran cantidad de precipitado floculento, para las determinaciones gravimétricas de la Materia Prima se tomaron muestras pequeñas.

Método de Stock.

Para 0.1 g. de muestra se tiene:

Peso del precipitado ----- 0.0566 g.

Resultados:

56.6 % de  $\text{Al}_2\text{O}_3$

86.6 % de  $\text{Al}(\text{OH})_3$

Para 0.15 g. de muestra se obtuvo:

Peso del precipitado ----- 0.0847 g.

Resultados:

56.5 % de  $\text{Al}_2\text{O}_3$

86.4 % de  $\text{Al}(\text{OH})_3$

Para 0.3 g. de muestra se tiene:

Peso del precipitado ----- 0.1689 g.

Resultados:

56.3 % de  $\text{Al}_2\text{O}_3$

86.13 % de  $\text{Al}(\text{OH})_3$

#### MATERIA PRIMA

Método de la 8 Hidroxiquinolina.

Para 0.1 g. de muestra se obtuvo:

Peso del precipitado ----- 0.508 g.

Resultados:

56.4 % de  $\text{Al}_2\text{O}_3$

86.19 % de  $\text{Al}(\text{OH})_3$

Para 0.15 g. de muestra se tiene:

Peso del precipitado ----- 0.763 g.

Resultados:

56.46 % de  $\text{Al}_2\text{O}_3$

86.5 % de  $\text{Al}(\text{OH})_3$

Para 0.3 g. de muestra se obtuvo:

Peso del precipitado ----- 1.540 g.

Resultados:

56.6 % de  $Al_2O_3$

86.5 % de  $Al(OH)_3$

En las siguientes tablas se reúnen los resultados para observar  
mejor las variaciones en los diferentes métodos.

PRODUCTO No. 1

RESULTADOS OBTENIDOS POR TABLITA SENSIDA EL PERO

TIPO DE TABLITA	PESO DE MUESTRA	METODO ESPECTRO- FOTOMETRICO (MILIMON)		METODO DE SPECT	
		AL <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
1.	1g.	0.125%	0.125%	0.125%	0.125%
2.	1.5g.	0.125%	0.125%	0.125%	0.125%
3.	2g.	0.125%	0.125%	0.125%	0.125%

PRODUCTO No. 3

ANÁLISIS QUÍMICO POR TABLETA MEDIO 0.100 mg

DATOS DE ANÁLISIS	PESO DE MUESTRA	MÉTODO ESPECTROFOTOMÉTRICO (ALUMINIO)		MÉTODO DE STOCK	
		Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
1.1g	0.100g	0.100g	0.100g	0.100g	0.100g
1.2g	0.100g	0.100g	0.100g	0.100g	0.100g
1.3g	0.100g	0.100g	0.100g	0.100g	0.100g

**RESULTADOS OBTENIDOS EN LA  
MATERIA PRIMA**

DATOS TEORICOS	PESO DE MUESTRA	METODO ESPECTROFO- TOMETRICO (ALLUMINON)		METODO DE STOCK		METODO DE STOCK
		Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al(OH) <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al(OH) <sub>3</sub>	
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.1g.	-	-	56.5%	56.5%	56.5%
Al(OH) <sub>3</sub>	0.1g.	-	-	56.5%	56.5%	56.5%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.5g.	-	-	56.5%	56.5%	56.5%
Al(OH) <sub>3</sub>	1g.	56.5%	56.54%	-	-	-
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.5g.	56.5%	56.54%	-	-	-
Al(OH) <sub>3</sub>	3g.	no se obtiene lectura.		-	-	-

## V.- CONCLUSIONES.

## CONCLUSIONES

En este capítulo resumimos las conclusiones y observaciones de mayor interés, sobre los métodos anteriormente descritos.

El método espectrofotométrico del Aurin tri carboxilato de Amonio tiene como ventajas las siguientes:

Es sumamente sensible y sobre todo el tiempo en que se lleva a cabo, es inferior al requerido para los métodos gravimétricos (Stock y 8 hidroxiquinolina).

Los métodos gravimétricos tienen la ventaja de permitir el uso de cantidades mayores y el de no emplear material especial de laboratorio, pero tienen la desventaja de efectuarse en un tiempo bastante elevado, lo que representa pérdidas en una compañía.

Basándose en los datos obtenidos experimentalmente se puede concluir que el método espectrofotométrico es capaz de dar resultados satisfactorios y que su reproductividad es adecuada siempre que se lleva a cabo bajo las siguientes condiciones:

**Acidez:** pH 5, pues en él la laca de aluminio es cuantitativamente formada, a una acidez mayor se afectaría la velocidad y extensión de las lacas, alterando también el exceso de color del reactivo.

**Temperatura:** Mantener la solución a 100°C ya que a temperatura ambiente el color se desarrolla lentamente y para altas temperaturas - debe usarse un coloidal protector estabilizando en esta forma la suspensión.

**Tiempo:** El tiempo requerido para hacer la lectura debe ser de 15 minutos máximo, pues de lo contrario la intensidad y estabilidad de las lacas se ve afectada.

**VI.- BIBLIOGRAFIA.**

## BIBLIOGRAFIA

- J. Welcher, Organic Analytical Reagents Vol. II**  
Van Nostrand: Macmillan 1947-48  
2a. Edición.
- H. F. Walton, Principals and Methods of Chemical Analysis**  
Prentice Hall 1952.
- E.B. Sandell, Colorimetric Determination of Traces of Metals**  
Interscience Publishers 1950  
2a. Edición.
- I.M. Kolthoff and, E.B. Sandell Text Book of Quantitative Analysis.**  
Revised Edition. Macmillan 1943.
- W. Wagner, J. Hull y E. Markle. Advanced Analytical Chemistry.**  
Reinhold Publishing Corporation 1956.
- W. F. Hillebrand y G. F. Lundell Applied Inorganic Analysis.**  
John Wiley 1953.
- W. H. Smith, E. E. Sagerand y I. J. Siewers. Analytical Edition**  
Vol. 21 pág. 1335 (1949).
- H. Moissan, Traité de Chemie Minerale**  
Masson Et. Cie. 1905.
- H. Dichl G. F. Smith, Quantitative Analysis**  
John Wiley 1955.
- E. Hutcherison, Química de los elementos y sus reacciones.**  
Editorial Reverté S. A. 1960.

**W. Ostwald, Elementos de Química  
G. Gili 1917.**

**J. A. Babor, Química General  
J. Marín 1943  
2a. Edición.**

**A. Classe, Análisis Químico  
G. Gili 1922  
7a. Edición.**

**W. W. Werner Merkleburg, Tratado de Química  
2a. Edición.**

**W. Hall, Química Analítica  
9a. Edición.**

**Smith Kendal, Química General  
2a. Edición.**