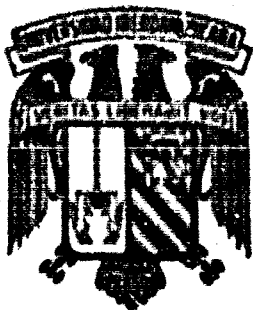


275

UNIVERSIDAD DE QUIMICAS



**CONTROL QUIMICO DE LA FABRICACION
DEL CLORURO DE AMONIO**

TESIS PROFESIONAL

PATRICIA SUSANA GUADALUPE DIVAÑANOS GUERRERO

México, D. F.

1963

725 2



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 IBEROAMERICANA
Incorporada a la U.N.A.M.
Escuela de Ciencias Químicas

**CONTROL QUÍMICO DE LA FABRICACION
DEL CLORURO DE AMONIO**

T E S I S

Que para obtener el título de:

Q U Í M I C O

p r e s e n t a:

PATRICIA SUSANA GUADALUPE ORVANANOS GUERRERO

MEXICO. D. F.

1963

A la memoria de mi Padre

A mi Madre

A mi Hermana

A mis compañeros y amigos

A mi Hermana

A mis compañeros y amigos

con gratitud a la
Srita. Araceli Sánchez

Agradecido a Industrial Química
Pernault en colaboración

I N D I C E

CAPITULO I	Introducción
	a) Generalidades
	b) Diagrama de la planta de trabajo
CAPITULO II	Método Industrial de obtención del Cloruro de amonio
CAPITULO III	Parte Experimental
	1 Métodos Analíticos de control
	a) De las Materias Primas
	b) Del Proceso
	c) Del Producto terminado
	2 Determinación de las propiedades Físicas
CAPITULO IV	Control de calidad por métodos Estadísticos
	a) De las materias primas
	b) Del producto terminado
CAPITULO V	CONCLUSIONES
CAPITULO VI	BIBLIOGRAFIA

INTRODUCCION

El establecimiento de una industria es la producción de cloruro de amonio, se debe a la demanda que tiene esta sal dentro del comercio en sus múltiples aplicaciones. El trabajo de la tesis se hizo con la finalidad de llevar a cabo una regulación precisa y exacta para controlar la calidad del cloruro de amonio, dentro de las normas establecidas por cada industria o según el caso, siguiendo normas oficiales.

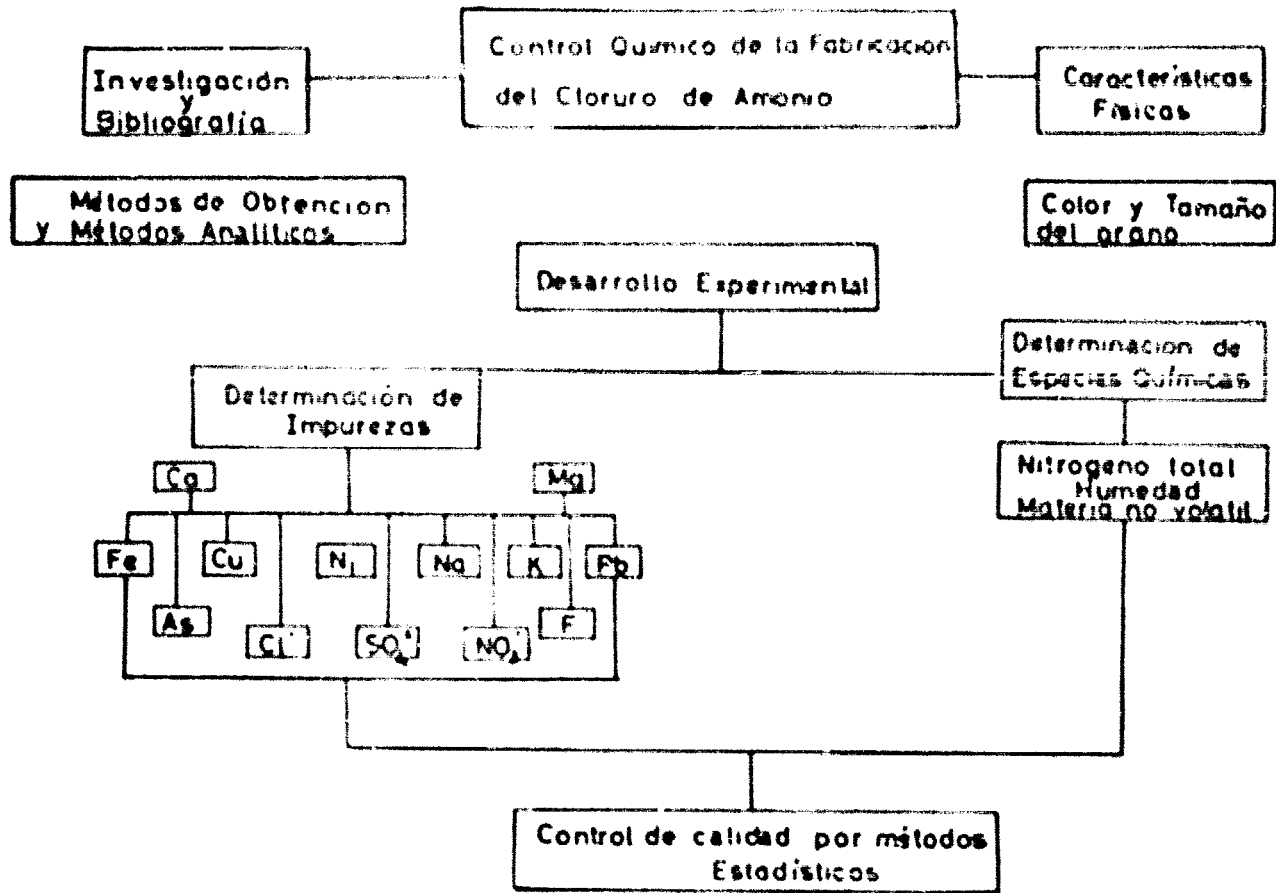
Se explicará de una manera sencilla la obtención de materias primas y posteriormente el trabajo experimental, objeto de la tesis, para poder evidenciar la aparición de impurezas que suelen estar presentes en el cloruro de amonio de grado industrial.

El desarrollo experimental, según el esquema adjunto, comprenderá la determinación de las especies químicas formadoras del cloruro de amonio, es decir determinación de cloruros, nitrógeno amoniacal, y pH. Propiedades físicas del producto como humedad y materia no volátil, tamaño del grano y calor de la muestra. Entre las impurezas se deben determinar: calcio, magnesio, sodio, potasio, fierro, cobre, níquel, plomo, arsénico, cloruros, nitratos y sulfatos.

Se tienen que seguir las normas establecidas para el control de las impurezas; y en ésta tesis se proponen algunos métodos que se ensayaron en aquellos casos en que los procedimientos -

establecidas carecen de sensibilidad para revelar las impurezas que aparecen en proporciones consideradas casi de microanálisis.

Los métodos oficiales se enunciarán primero; después los que se proponen para las determinaciones carentes de sensibilidad o especificidad y por último, los resultados obtenidos en ambos casos. En las conclusiones se darán a conocer los resultados del estudio efectuado.



GENERALIDADES

El cloruro de amonio es llamado también sal amoníaco, — clorhidrato de amoníaco comercial, cuya fórmula es NH_4Cl .

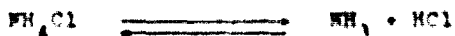
El cloruro de amonio es un sólido, incoloro y cristalino, de gusto salado, estíptico y penetrante, muy soluble en el agua, produciendo una reacción entotérmica considerable cuando cristaliza lo hace en forma de arborescencias caprichosas.

El cloruro de amonio se sublima condensándose como una masa cristalina fibrosa; alrededor de $340^{\circ}C$ y la densidad del vapor a $350^{\circ}C$ es de 14.52, en donde el valor teórico para el cloruro de amonio es 26.75, es decir la densidad observada es muy poco superior a la mitad del valor que sería pronosticado, dato se explica suponiendo que la molécula está disociada en amoníaco — y ácido clorhídrico, al se produce una disociación completa la densidad del vapor sería: 13.175, de modo que a $350^{\circ}C$ el vapor contiene alrededor de 17% de cloruro de amonio y 83% de una mezcla de volumen igual de amoníaco y ácido clorhídrico, al enfriarse los dos gases se condensan formando nuevamente cloruro de amonio, pero es posible separar los dos gases del vapor caliente — por difusión (según la ley de Graham) en condiciones compara---

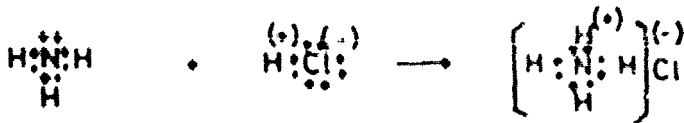
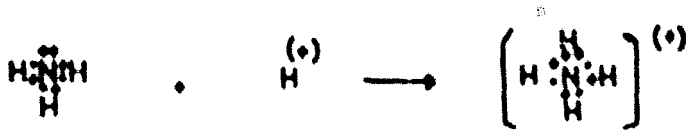
bles, las velocidades relativas de difusión de los gases son inversamente proporcionales a las raíces cuadradas de sus densidades relativas), esta ley se aplica para la separación de gases mezclados y para la determinación de la densidad de los gases.

Comprobando su existencia se puede hacer lo siguiente, - por medio de un aparato sencillo que consiste en colocar un poco de cloruro de amonio en la parte media de un tubo de vidrio inclinado, poniendo un poco más abajo un trozo de papel azul de tornasol, encima de la sal se coloca un tapón de alianto sin ajuste perfecto y luego un trozo de papel tornasol rojo, al calentar el cloruro de amonio, el amoníaco que es menos denso se difunde más rápidamente que el ácido clorhídrico, en consecuencia, el azul de tornasol se enfriará por el exceso de ácido clorhídrico que se difunde lentamente en la parte interior del tubo, y el de tornasol será azulado por el amoníaco que pasa hacia la parte superior del tubo antes que el ácido clorhídrico.

Este experimento muestra solo la producción de cierta disociación ya que la sal de amoníaco es reversible, así tenemos que:



El amoníaco y el ácido clorhídrico desecados a fondo no se combinan al mezclarse; Baker (2) afirmó que el cloruro de amonio intensamente desecado no se disocia cuando es calentado, pero esto ha sufrido controversias y ahora se cree en realidad, que el cloruro de amonio desecado totalmente sí sufre disociación



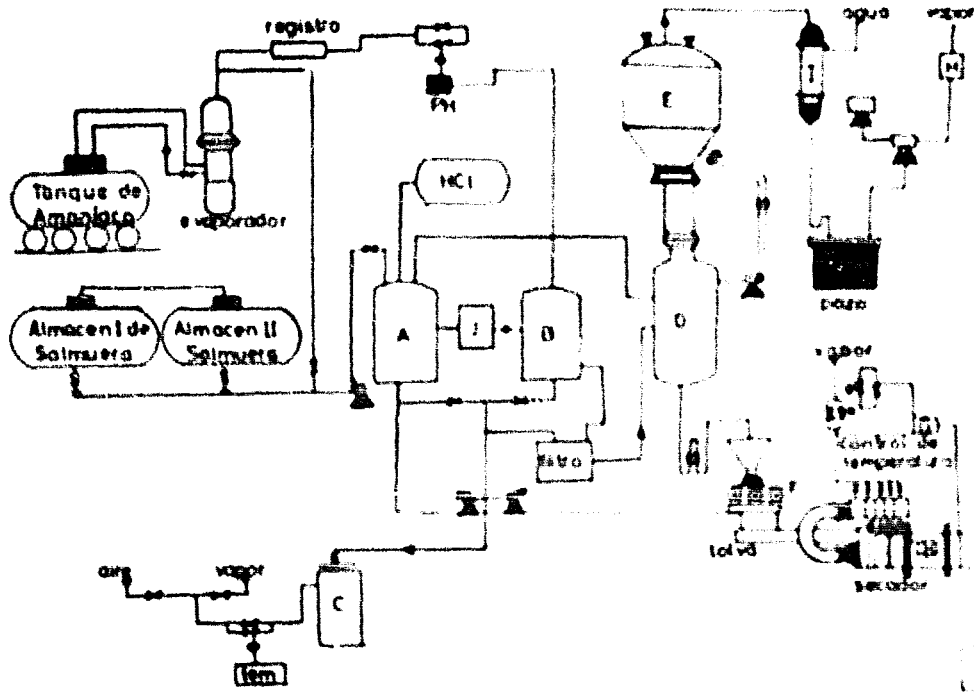
En la estructura del cloruro de amonio, el Nitrógeno tiene 5 electrones ns² np³ o mejor, la hibridación sp³ y los 4 átomos de Hidrógeno contribuyen con un electrón cada uno. Habría así 9 electrones disponibles, uno más de los requeridos para formar la constitución estable de 8; por lo tanto se pierde uno cediendo el anión, quedando el grupo con una sola carga positiva. De este modo los compuestos de amonio, como el cloruro de amonio son sustancias electrovalentes. El amoniaco (NH₃) se unió con el Hidrógeno protónico del ácido clorhídrico formando un grupo nuevo: el amonio en el cloruro de amonio, éste grupo amonio presenta caracteres parecidos a los metales monovalentes, a los cuales reemplaza y por quienes es también substituido al formarse dicho radical, el Nitrógeno aumenta su valencia, pasando de + 3 a + 5.

CAPITULO II

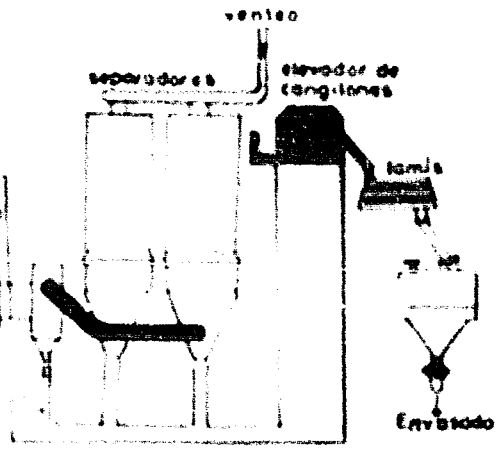
METODO INDUSTRIAL DE OBTENCION DEL CLORURO DE AMONIO

El ácido clorhídrico se alimenta directamente al reactor "A" en estado líquido. El amoniaco pasa directamente en estado líquido a través de un evaporador enchafetado y sale al reactor "A", donde se efectúa la reacción (exotérmica) pasando por válvulas de ahí, pasa al tanque "B", donde se controla el pH que no debe exceder de 6.2 al primer reactor se le llama tanque de reacción y al segundo, tanque neutralizador. De aquí la salmuera — con 1.063 de densidad a 35°C, se bombea del cambiador que pasa a una bomba de velocidad variable que a la vez extrae salmuera del evaporador y lo bombea hasta la parte superior de éste, donde se hace el vacío a 21.5 mm Hg. por medio de unos eyectores (6 Kg./cm² a la entrada) y el agua evaporada y condensada cae a un pozo. La otra parte de salmuera pasa por el cambiador de calor para elevar la temperatura a 60°C. por medio de una bomba y pasa a través de un filtro tipo bujías y regresa al reactor "A"

Los cristales formados en el evaporador caen al tanque de suspensión (acumulador de cristales), en donde a un determinado -



- A Tanque de reacción A
- B Tanque de reacción B
- C Cambiador de calor
- D Acumulador de cristales
- E Evaporador
- F Centrifuga
- G Ventilador
- H Separador, vapor agua
- I Condensador
- J Trampa de steam



tamaño del cristal y a 12°C . se alimenta por medio de una bomba de velocidad variable a una centrifuga, donde se separa la salmuera de los cristales, que caen a una tolva que tiene en la parte inferior un transportador helicoidal que alimenta a un secador rotatorio y trabaja con aire calentado por medio de un radiador de vapor a 110°C como mínimo y sale a 65°C de aquí pasa a otro transportador helicoidal que lo lleva a un vibrador que elimina los grumos y alimenta a otro transportador helicoidal, de aquí a un transportador de cangilones que lo pasa a una tolva que llega al departamento de envase.

La salmuera separada por la centrifuga regresa al reactor "A".

C A P I T U L O III

MÉTODOS ANALÍTICOS DE CONTROL DE MATERIAS

PRIMAS

DETERMINACION DE ACIDO CLORHIDRICO:

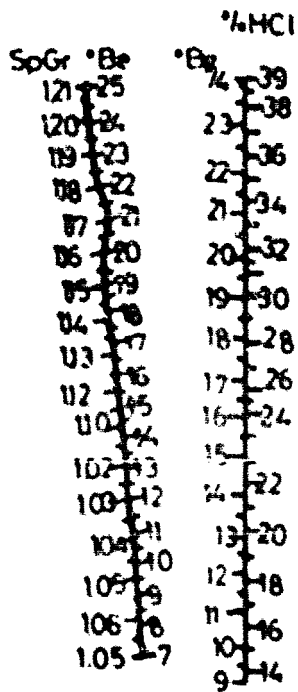
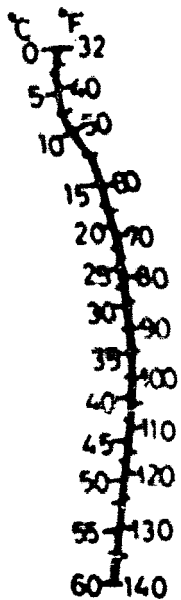
Se toma un pesafiltro que contenga el ácido clorhídrico - problema y se pesa en una balanza de precisión, se vierte el contenido del pesafiltro en un matraz aforado de 250 ml y se vuelve a pesar el pesafiltro, de modo que por diferencia de pesos se saquen los gramos de ácido que se pesaron.

El matraz aforado se llena con agua destilada hasta la — marca, se toma una alícuota de 25 ml y se titula con hidróxido de sodio, usando como indicador rojo de metilo.

CALCULOS:

$$\% \text{ de HCl} = \frac{(\text{ml de NaOH gastados}) \times 36.5 \times 100}{\text{gramos de muestra}}$$

Por otro lado se toma una probeta de 250 ml y se llena con el ácido clorhídrico, se mide la densidad, (de 1.000 a 1.200) ~~SE ABOYA OTRA DENSIDAD, SE LE TOMA LA TEMPERATURA, Y CON AMBOS~~



datos se consulta la gráfica del ácido clorhídrico.

HCl	densidad	1.193	a	15°C	Máx.
		1.165	a	15°C	Mín.

Nota:

El amoníaco como viene en estado gaseoso se considera - completamente puro, por lo que no se controla antes de entrar al proceso.

METODO ANALITICO DE CONTROL DE PROCESO

DETERMINACION DE AMONIACO:

Reactivos:

Acido sulfúrico 0.1 N

Indicador rojo de alizarina S. alcohólica al 0.05 %

PROCEDIMIENTO:

Se toma una porción de 10 ml de solución del condensado - de evaporación (la muestra problema), se transfiere a un matraz erlenmeyer, se añaden unas gotas del indicador rojo de alizarina S y se titula con ácido sulfúrico 0.1N, hasta observar el vir - de morado a amarillo en la solución.

CALCULOS:

Anotados los mililitros gastados se usa la fórmula siguiente para sacar gramos por litro:

$$\frac{\text{ml} \times 0.017 \times 1000 \times 0.1}{10}$$

de donde:

0.017 es el miliequivalente de amoníaco

0.1 es la normalidad del ácido sulfúrico

10 ml es la alícuota tomada

Si se desea ahorrar tiempo se consultan unas tablas previamente calculadas, que a continuación se expresan.

DETERMINACION DEL HCl

Ver método analítico de control de materias primas (3).

También se controla el pH y la densidad de la salmuera.

MÉTODOS ANALÍTICOS DE CONTROL
DE PRODUCTO TERMINADO.

- 1.- Determinación del Nitrógeno en cloruro de amonio.
- 2.- Determinación de materia no volátil
- 3.- Determinación de humedad.

Esta sal se encuentra generalmente impurificada con: fierro, cobre, plomo, níquel, sulfatos, nitratos, calcio, magnesio, sodio y potasio, por lo que se hacen las siguientes determinaciones:

- 1.- Determinación de Fierro
- 2.- Determinación de Cobre
- 3.- Determinación de Níquel
- 4.- Determinación de Plomo
- 5.- Determinación de sulfatos
- 6.- Determinación de nitratos
- 7.- Determinación de calcio y magnesio como óxido de calcio
- 8.- Determinación de sodio
- 9.- Determinación de potasio
- 10.- Determinación de fluoruros
- 11.- Determinación de arsénico

La determinación de las propiedades físicas se hacen en:

- 1.- Determinación del tamaño de la partícula o finura
- 2.- Color de la muestra

regularizar la ebullición.

Por otra parte se ponen en el matras erlenmeyer 100 ml de ácido bórico al 4% y 2 gotas del indicador araranjado de metilo. El matras erlenmeyer deberá estar a una altura tal que permita al extremo del refrigerante penetrar uno o dos milímetros dentro de la solución de ácido bórico, esto tiene por objeto evitar pérdidas por volatilización del amoníaco.

En estas condiciones de trabajo no es fácil saber cuando ha sido destilado todo el amoníaco, por lo que la ebullición se prolonga por espacio de 10 o 15 minutos o bien, se pueden destilar las dos terceras partes del líquido indicándolo con una marca en el matras erlenmeyer.

Se conecta todo el aparato y con un movimiento rotatorio se mezcla bien la solución y se principia la destilación. Terminada ésta se separa el matras erlenmeyer del refrigerante, pero para esto se retira primero el mechero, con el fin de que durante el enfriamiento pueda penetrar el aire para que el ácido sea reabsorbido. El refrigerante se desconecta y se enjuaga con el chorro de una piseta, recogiénolo en el mismo matras del ácido, — donde se hizo la recolección del destilado.

Los cálculos se efectúan de la siguiente manera:

$$N_2 \text{ \% } = \frac{\text{ml} \times N \times 0.014 \times 100}{\text{gr de muestra}}$$

$$NH_4Cl \text{ \% } = \frac{\text{ml} \times N \times 0.0535 \times 100}{\text{gr de muestra}}$$

DETERMINACION DE MATERIA NO VOLATIL

O RESIDUO POR CALCINACION

Se pesan 10 g de muestra, se colocan en una cápsula de porcelana, se le añade 1 ml de ácido sulfúrico concentrado, se calienta a una temperatura baja, para volatilizar toda la sal de amonio, luego se calienta con un mechero más potente y por último se pone en horno mufla por espacio de 10 minutos a 300°C. Terminada esta calcinación, se saca de la mufla y se coloca dentro de un desecador, cuando la cápsula está fría, se pesa.

Durante el calentamiento hay desprendimiento de amoníaco y ácido clorhídrico:



Los cálculos necesarios para esta determinación se efectúan teniendo en cuenta el peso inicial de la cápsula tarada y el de ésta después de calcinar, así como los gramos de muestra - de este modo relacionado a 100, obtendremos el porcentaje de la materia no volátil.

DETERMINACION DE HUMEDAD

Se pesan de 5 a 10 g de cloruro de amonio en una caja de aluminio anotando los pesos respectivos. Se introduce en una estufa a 105°C por espacio de 12 a 14 horas, después se coloca dentro de un desecador. Una vez fría la caja se vuelve a pesar.

0.1 gr = 100 mg

Por lo tanto:

$$\frac{100 \text{ mg}}{100 \text{ ml}} = 1 \text{ mg/ml} \times 10 \quad \frac{10}{1000} = 0.01 \text{ mg/ml}$$

Entonces tenemos:

1 ml = 0.01 mg de Fe

1 ml = 0.00001 g de Fe

La solución se prepara:

Se pesan 0.700 g de sulfato ferroso anhídrico, se disuelven en 10 ml de ácido sulfúrico al 10%, se afere a 100 ml con agua -- destilada; se toman 10 ml de ésta, se añaden otros 10 ml de ácido sulfúrico y se afere a 1000 ml con agua destilada.

PROCESO:

Se pesan 2 g de cloruro de amonio, se disuelven en 10 ml de agua destilada, se añaden 2 ml de ácido clorhídrico concentrado, se agitan, se diluye a 40 ml y se pesan a un tubo de Nessler.

Se agregan de 10 a 40 mg de persulfato de amonio ($(\text{NH}_4)_2 \text{S}_2\text{O}_8$) y se vuelve a agitar, hasta la resolución de los cristales de persulfato de amonio y se le agregan 3 ml de solución de sulfocianuro de amonio, se mezcla bien para que el color se homogenice y se compara la coloración producida con una solución tipo que la preparamos con un ml de la solución antes citada con la misma cantidad de reactivo.

0.1 gr = 100 mg

Por lo tanto:

$$\frac{100 \text{ mg}}{100 \text{ ml}} = 1 \text{ mg/ml} \times 10 \quad 10 : \quad 0.01 \text{ mg/ml}$$
$$\frac{\quad}{\quad} \quad \frac{\quad}{1000}$$

Intancia lehenesi:

1 ml : 0.01 mg de Fe

1 ml : 0.00001 gr de Fe

La solución se prepara:

Se pesan 0.703 g de sulfato ferroso anhídrico, se disuelven en 10 ml de ácido sulfúrico al 10%, se añaden a 100 ml con agua — destilada; se toman 10 ml de ésta, se añaden otros 10 ml de ácido sulfúrico y se añaden a 1000 ml con agua destilada.

PROCESO:

Se pesan 7 g de cloruro de amonio, se disuelven en 10 ml de agua destilada, se añaden 7 ml de ácido clorhídrico concentrado, se agitan, se diluye a 10 ml y se pasan a un tubo de Nessler.

Se agregan de 10 a 40 mg de persulfato de amonio ($(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$) y se vuelve a agitar, hasta la disolución de los cristales de persulfato de amonio y se le agregan 3 ml de solución de sulfocianuro de amonio, se mezcla bien para que el color se homogenice y se compara la producción con una solución tipo que la preparamos con un ml de la solución antes citada con la misma cantidad de reactivo.

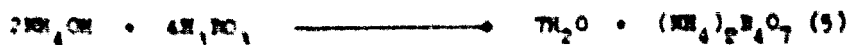
DETERMINACION DE NITROGENIO AMONIACAL

POR EL METODO KJEDAH

Este método está basado en la reacción que tiene lugar — entre el cloruro de amonio y el hidróxido de sodio, como lo muestra la reacción (4).



El amoníaco desprendido es arrastrado por una corriente de vapor y recibido en una solución de ácido bórico al 4%. La valoración se efectúa con ácido sulfúrico de normalidad conocida, — utilizando amaranjado de metilo como indicador.

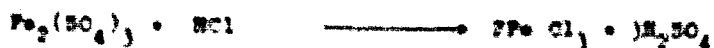


El procedimiento a seguir es el siguiente:

Se pesan un gramo de muestra, se coloca dentro del matras Kjeldahl, se diluye con 200 ml de agua destilada, se agregan 50 ml de solución de hidróxido de sodio al 50%, resbalándola por las — paredes, y se deja enfriar ya que el hidróxido de sodio al diluir se desprende calor y puede haber pérdida del amoníaco. Una vez — enfriada la solución del matras Kjeldahl, se le ponen unas perlititas de vidrio, o bien pedacitos de porcelana porosa con el fin de

Si la muestra está más alta que la solución tipo, se corrige contra esta diferencia hasta igualar ambas.

La reacción que aquí se efectúa es la siguiente:



Los cálculos que se hacen se reportan como partes por $\frac{1}{1000}$ millón.

Tenemos que:

$$1 \text{ ml} = 0.01 \text{ mg}$$

Observación: La determinación también se puede hacer por medio de un fotocolorimétrico (6).

DETERMINACION DEL COBRE

REACTIVOS:

Solución de citrato al 20 %

Solución de dietilditiocarbamato de sodio al 0.1 %

Alcohol anílico

Solución tipo de Sulfato de Cobre

Donde 1 ml - 0.0001 mg de Cobre (ver determinación de —
hierro)

PROCEDIMIENTO:

Se pesan 0.5 g de la muestra, se disuelven en 10 ml. de
agua destilada, se le agregan 5 ml. de citrato de sodio, 1 ml. —
de solución de dietilditiocarbamato de sodio, se transfiere a un
tubo Nessler, se agita vigorosamente, y se le ponen por último 5
ml de alcohol anílico, se vuelve a agitar, la capa de alcohol se
colorea de amarillo, según sea la concentración del cobre, esta
muestra se compara con una solución tipo preparada con 5 ml de —
la solución previamente hecha con el mismo volumen de reactivos.

Si la coloración de la muestra es mayor a la de la tipo,
se va concentrando hasta igualarlas, poniendo en el fondo un —
papel blanco.

REACCIONES:





OBSERVACIONES:

El citrato de sodio se pone para obtener ión coada (de -- sodio). El alcohol amílico es únicamente absorbente de la coloración que se forma con el cobre y la solución de dietilditiocarbamato. (7)

CALCULOS:

Tenemos que la solución preparada equivale:

1 ml: 0.0001 mg de cobre, pero como muestra solución tipo tiene 5 ml: 0.0005 mg, se transforma a g y se divide entre el peso de la muestra, obteniendo el resultado en ppm.

DETERMINACION DE NIQUEL

REACTIVOS:

Solución de dimetilgloxima al 1 % en solución alcohólica

Agua de bromo

Acido tartárico al 10%

Hidróxido de amonio

Solución tipo de níquel, donde 1 ml : 0.00001 mg de Ni.

CALCULO:

Se anotan los mililitros que se usaron para igualar la muestra problema, se transforman a gramos y se divide entre el peso de la muestra, obteniendo el resultado en partes por millón.

DETERMINACION DE PLOMO

REACTIVOS:

Solución de ácido acético (10 ml de acético glacial a 100 ml de agua)

agua sulfúrica.

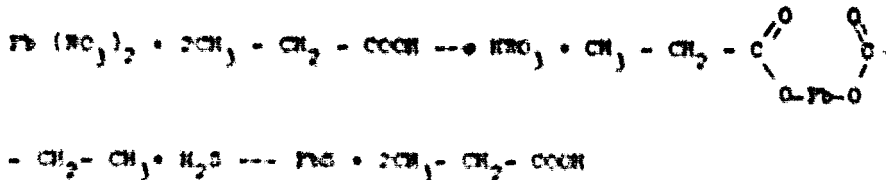
Solución tipo de nitrato de plomo, donde 1 ml : 0.00001 g de plomo (ver cálculo de la solución de fierro).

PROCEDIMIENTO:

Se pesan 5 g de cloruro de amonio, se disuelven en 40 ml de agua destilada, se pasan a un tubo de Nessler de 50 ml, se le agregan 2 ml de la solución de ácido acético, se agita, se le añaden 10 ml del agua sulfúrica previamente preparada, se agita vigorosamente y se deja reposar 10 minutos. Pasado este tiempo se compara con una solución tipo que se efectúa al mismo tiempo que la determinación sola.

Si la solución patron está más baja, se le agrega poco a poco más solución tipo hasta igualarlas con un blanco en la parte posterior.

Los cálculos se hacen tomando en cuenta los mililitros gastados y el peso de la muestra (ver determinación de Fe)



DETERMINACION DE SULFATOS

REACTIVOS:

Carbonato de sodio 3. 7.

Solución de ácido clorhídrico 1:20

Agua de bromo

Solución de cloruro de Bario al 10 %

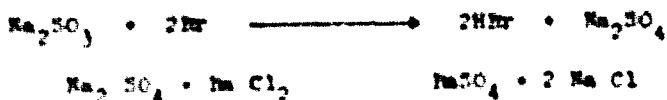
Solución tipo de sulfato de sodio: 1 ml 0.01 mg (ver -- determinación de fierro)

PROCEDIMIENTO:

Se pesan 2 g de cloruro de amonio y 0.01 g de carbonato de sodio anhidro, se disuelven en 6 ml de agua destilada en un vaso de precipitados de 150 ml., se evapora a sequedad en un baño maría a 17° C o bien en una plancha o parrilla caliente. Una vez llevada la muestra a sequedad, se eliminan los vapores de cloruro de amonio, se deja enfriar el vaso, se disuelve con 1 ml. de ácido clorhídrico 1:20 y 10 ml de agua destilada, se añade 1 ml de agua de bromo y se hierve hasta la desaparición de --

los vapores de bromo, si tiene muchas impurezas se deja enfriar y se filtra, se pasa a un tubo de Nessler de 50 ml perfectamente lavado y enjuagado con la misma solución de cloruro de bario y se compara con una muestra patrón exactamente igual, sólo que hecha con la solución tipo de sulfato de sodio, se va aumentando o disminuyendo, el uno o el otro, hasta que ambas muestras estén iguales. La turbidez no deberá excederse de 1 ml de la solución tipo, si la turbidez es mayor a lo anotado antes, si la luz natural no permite compararlos perfectamente, se utilizan una lámpara con luz artificial a modo de nefelómetro.

Los cálculos se hacen a partes por millón (ver determinación de hierro)



DETERMINACION DE NITRATOS.

Se pesan 6.66 g de cloruro de amonio problema y se disuelven en 15 ml de agua destilada y caliente. Se le agregan 2 o 3 gotas indicador litmigo de Carmin (150 mg. en 100 ml de agua) se le añaden después 10 ml. de ácido sulfúrico concentrado con cuidado y el color azul producido por el indicador no deberá desaparecer en 10 minutos, lo que equivale a 0.006 % de nitratos, como máximo 0.01 %.

NOTA: El indicador no deberá usarse después de treinta días de preparación.

DETERMINACION DE CALCIO Y MAGNESIO COMO

OXIDO DE CALCIO

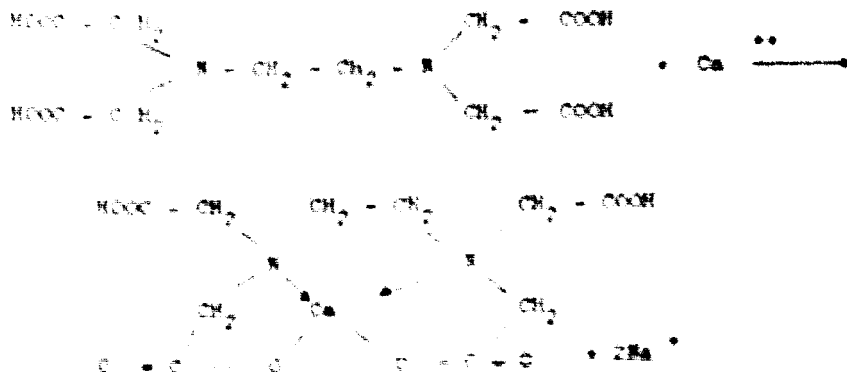
REACTIVOS:

- Acido clorhídrico concentrado
- Hidróxido de amonio
- Solución de Versenato 0.001 Molar
- Indicador eriocromo negro T

PROCEDIMIENTO:

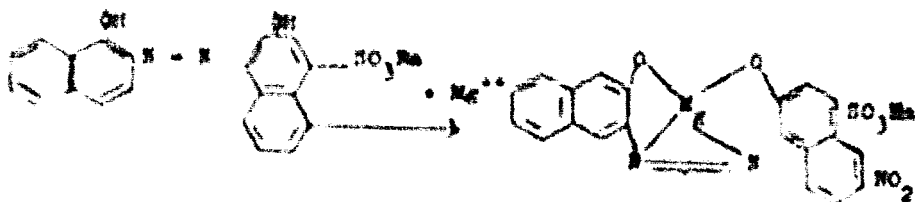
Se toma el residuo de la calcinación (de materia no volátil) y se le agregan 2 ml. de ácido clorhídrico concentrado y 50 ml. de agua destilada, se pasa a un vaso de precipitados de 400 ml en donde se ajusta el pH a 10.5 con hidróxido de amonio, luego se le adicionan aproximadamente 6 gotas del indicador eriocromo negro T y se titula con solución de Versenato 0.001 Molar hasta coloración azul.

REACCION:



Observaciones:

La sal de Versenato forma con el ión una sal incolora, - pero se une de una manera fuerte, uniéndose el calcio al nitrógeno por medio de covalencia, siendo un compuesto bastante estable. El eriocromo negro T forma con el magnesio compuesto tipo quelado (8).



$$\frac{\% \text{ de CaO: } (\% \text{ de versenato}) \times M \times 0.056 \times 100}{\text{g de muestra (originales de la calcinación)}}$$

donde: M : Molaridad del Versenato; 0.056 miliequivalente del CaO

DETERMINACION DE METALES ALCALINOS

SODIO Y POTASIO

Aparatos:

Fotómetro de llama.

Soluciones:

Solución estándar de sodio (0.294 g de cloruro de sodio - S. p.) a 1 lit., para 10 ppm haciendo las divisiones adecuadas para construir una gráfica.

Solución estándar de potasio (0.017 g de cloruro de potasio S. p. a 1 lit), dando 10 ppm.

PROCEDIMIENTO:

Primeraente para efectuar esta determinación se debe haber una solución estándar previamente preparada, así como, conocidas las respectivas gráficas o curvas de calibración graficando, lectura del aparato contra partes por millón, estando calibrado y ajustado el aparato y con sus correspondientes filtros usando el del sodio de 889 milimicras y la de potasio 767 milimicras (9).

Se pesa 0.5 g de muestra, se disuelve en agua destilada y se le agregan unos 5 ml. de clorhídrico concentrado y se deja en digestión en una parrilla caliente a temperatura baja unos 15 minutos aproximadamente; con esta solución se llena el dispositivo del aparato en donde entra la aguja atomizadora, se toma la lectura y se consultan las curvas, cambiando para cada metal a respectivo filtro.

DETECCION DE FLUORURO

La primera acción del ácido fluorhídrico es fuerte



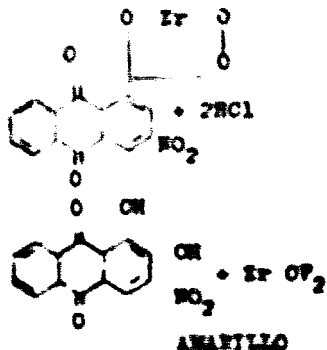
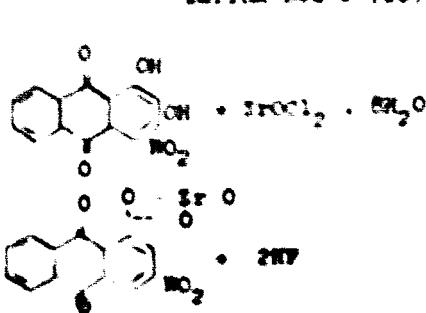
El fluor forma un complejo con las sales de circonio y - la alizarina, en particular con la alizarina S, que da una coloración roja, pero en presencia del fluor la hace desaparecer, — formando entonces un complejo con el ión Er^{4+} y da una coloración amarillo paja (10)

REACTIVO:

Solución de cloruro de Zirconio saturada en ácido clorhídrico

Solución de alizarina S al 0.005 % en agua

Nota: Usar solamente alizarina S, de ningún modo la alizarina Red D (11)



Para sacar la sensibilidad de los fluoruros, se hace una serie de soluciones tipo Internas, de 1000 gamma, 500, 100, 50, 20, 10, etc.

De necesidad de la primera solo 0.1 ml, 0.5 ml, 5.0 ml, 7 ml, 15 ml y 20 ml respectivamente, por lo que saqué la conclusión de que la impureza que hay en el cloruro de amonio, que no los detectó ni con 10 ml de la solución 100 μ de éste, por lo que existe menos de 0.2 μ g por mililitro.

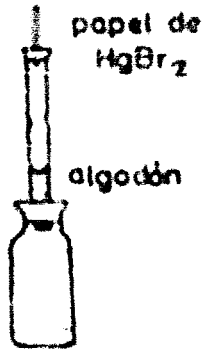
DETERMINACION DE ARSENICO

Se pesan 5 g de muestra, se disuelven en 10 ml de agua — destilada, se pasan a un frasco especial, como lo muestra la figura, enseguida 5 ml. de solución de yoduro de potasio, 5 ml. de cloruro estannoso y 1.5 g de granalla de zinc, esto se pone después de haber lavado el tubo superior que contiene el algodón — previamente con solución de acetato de plomo al 1% y bien seco, — mediante una bomba de vacío, que coloca el papel especial de bromuro mercurico y se tapa el frasco en el que colocamos el problema, se deja reaccionar durante unos 10 minutos aproximadamente, — al cabo de este tiempo se saca la tira de papel, que se ha manchado de amarillo oscuro y se compara con el o los patrones hechos de la misma forma. También se puede comparar con una escala de — alrdo litro (12%).

La muestra tipo se prepara de la siguiente forma:

Se ponen en un frasco igual al del problema 5 ml. de so-

lución de yoduro de potasio y 3 ml. de la solución de cloruro estancoso (80 g/500 de HCl) y 30 ml. de agua, más 1 o 2 ml de la solución tipo (que varía en concentración) y 1.5 de granalla de zinc, inmediatamente se inserta el tubo superior conteniendo el algodón previamente lavado, y se deja reaccionar.



DETERMINACION DE
PROPIEDADES FISICAS

Determinación del tamaño de la partícula.

Se pesan en una balanza granataria 100 g del cloruro de amonio, se pasan por una malla # 30 (de acero inoxidable) y mediante suaves golpes se hacen pasar los granos, hasta que dejan de caer más.

Se vacía cuidadosamente el contenido del cloruro de amonio que se quedó en el tamiz y se pesan en la misma balanza.

Para saber el porcentaje del grano que ha pasado y el que permaneció en la malla, se relaciona a 100 y el peso de la —

muestra, restándolo de 100 se obtiene el porcentaje de cloruro de amonio que se quedó retenido en dicha maya.

COLORES Y PRESENTACION

Debe ser un grano uniforme, blanco cristalino, limpio sin nada de hecurnas ni papales; envasando convenientemente en unas -- bolsas de papel que está perfectamente identificado.

DETERMINACION DE PLOMO

OTROS METODOS

REACCION DE LA DITHIONA:

Reactivos:

La solución de hidroxilamina (hidrocloruro de) que se ligan a 100 ml de agua.

Solución de dithionna, 100 ml. a 1 litro de tetracloruro de carbono.

Solución reguladora: 40 ml. de ácido acético.

400 ml. de agua.

150 ml. de amoníaco concentrado.

70 g de sulfito de sodio

30 g de cianuro de potasio

Manera de operar:

Se coloca 1 g de muestra y se le pone un ml. de solución de hidrocloruro de hidroxilamina al 40 % y 2 ml. de amoníaco con-

centrado; se rectifica el pH para ver si efectivamente es alcalino, y en seguida se agregan 75 ml. de la solución buffer y se vuelve a controlar el pH, que debe de estar entre 10.5 y 11.0 (13).

Con 5 ml. de la solución de tetracloruro de carbono y ditiononas se extrae el plomo hasta no tener la coloración rosa pálido y tener una solución incolora o ligeramente verdosa que indique la ausencia de plomo. Se pasa a la celdilla del aparato y se lee en el fotocolorímetro con filtro de 510 milímetros.

Se calcula por medio de la siguiente ecuación:

$$\frac{\text{Absorción del problema} \times 5 \times \text{volumen}}{\text{Absorción del estándar}}$$

DETERMINACION DE NITRATOS

REACCION DE LA BRUCINA

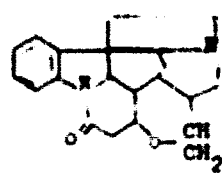
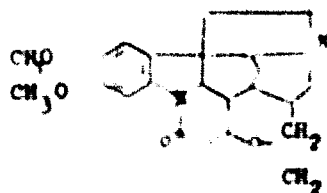
El reactivo se prepara disolviendo 0.1 g de brucina a 100 ml de sulfúrico concentrado.

MANERA DE OPERAR

Se trata la muestra con tres veces su volumen de ácido sulfúrico q. p. se le agrega 1 ml. de brucina, se produce una coloración roja que rápidamente desaparece y se transforma en anaranjada y por último ya no da ésta reacción (14).

Para saber la sensibilidad de la reacción, se efectuaron una serie de soluciones estándar internoci: se disolvió el cloruro de amonio en 100 ml de agua caliente (1 g de cloruro de -

amonio se disuelve en 1.4 ml, o 1.4 g de agua caliente) y se fue agregando una solución tipo de nitrato de potasio, efectuando la reacción cada vez, hasta ver cual era el límite y saber el mínimo de impurezas que tiene dicha sal; de ese modo se hizo la solución de 200 grmas, 50, 20 y 10 grmas por mililitro. Se necesitó de — cada una de ellas respectivamente : 0.1 ml, 0.2 ml, 0.4 ml, 1.0 ml, y 1.5 ml, por lo que llegué a la conclusión de tener menos de 15 grmas /ml, lo que es igual a 0.015 mg/ml.



REACCION DIRECTA CON DIFENILAMINA

El reactivo se prepara disolviendo 0.5 g de difenilamina en 100 ml. de sulfúrico concentrado.

MANERA DE OPERAR

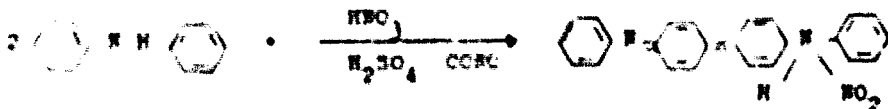
Se ponen en un tubo de ensayo unos mililitros de la difenilamina en medio fuertemente ácido (sulfúrico) y cuidadosamente se coloca por las paredes del tubo la solución por ensayar, que es — el cloruro de amonio, después de algunos minutos se forma en la zona de contacto de los dos líquidos una coloración azul (15').

De igual manera que el método anterior se hacen soluciones

estandar interna en grama, 50, 30 grama etc, necesitando para -
la cual las siguientes cantidades : 0.1 ml y 0.5 ml, por lo que -
de la misma forma la sensibilidad dada esta vez fue de menos de -
10 grama/ml.

Con la experimentación dada por los métodos anteriores -
está que la reacción de la brucina y la de la difenilamina es -
exactamente igual de efectiva.

La reacción que tiene lugar es la siguiente:



CAPITULO IV

CONTROL DE CALIDAD POR METODOS ESTADISTI-

COS DE LA MATERIA PRIMA (MC1)

n	X (g)	X-In	(X-In)	(X-In) ²
1	32.0	31.95-32.0	-0.05	0.0025
2	31.9	31.95-31.9	0.05	0.0025
3	31.8	31.95-31.8	0.15	0.0225
4	31.7	31.95-31.7	0.25	0.0625
5	32.2	31.95-32.2	-0.25	0.0625
6	32.1	31.95-32.1	0.15	0.0225
7	31.7	31.95-31.7	-0.25	0.0625
8	32.0	31.95-32.0	0.05	0.0025
9	31.9	31.95-31.9	0.05	0.0025
10	32.2	31.95-32.2	0.25	0.0625

$\Sigma X = 319.5$
 $\bar{X} = \frac{319.5}{10} = 31.95$

$$\Sigma (X - \bar{X})^2 = 0.3050$$

$$s = \sqrt{\frac{0.3050}{10}}$$

$$s = \sqrt{0.0305} = 0.17$$

CAPITULO IV

CONTROL DE CALIDAD POR METODOS ESTADISTI-

COS DE LA MATERIA PRIMA (MC1)

n	X (d)	X-In	(X-In)	(X-In) ²
1	12.0	11.95-12.0	-0.05	0.0025
2	11.9	11.95-11.9	0.05	0.0025
3	11.6	11.95-11.6	0.35	0.1225
4	11.7	11.95-11.7	0.25	0.0625
5	12.2	11.95-12.2	-0.25	0.0625
6	12.1	11.95-12.1	0.15	0.0225
7	11.7	11.95-11.7	-0.25	0.0625
8	12.0	11.95-12.0	0.05	0.0025
9	11.9	11.95-11.9	0.05	0.0025
10	12.2	11.95-12.2	0.25	0.0625
Σ	119.5			$\Sigma (X-In)^2 : 0.3050$
\bar{X}	$\frac{119.5}{10} = 11.95$			$\sigma = \sqrt{\frac{0.3050}{10}}$
				$= 0.1746$

DENSIDAD CON PICHOMETRO

n	X	X-Xn	(X-Xn)	(X-Xn) ²
1	1194	1194.5-1194	0.5	0.25
2	1195	1194.5-1195	-0.5	0.25
3	1194	1194.5-1194	0.5	0.25
4	1195	1194.5-1195	-0.5	0.25
5	1194	1194.5-1194	0.5	0.25
6	1195	1194.5-1195	-0.5	0.25
7	1194	1194.5-1194	0.5	0.25
8	1195	1194.5-1195	-0.5	0.25
9	1194	1194.5-1194	0.5	0.25
10	1195	1194.5-1195	-0.5	0.25

$\Sigma X = 11945$

$\Sigma (X-Xn)^2 = 2.50$

$\bar{X} = \frac{11945}{10} = 1194.5$

$\sigma = \pm \sqrt{\frac{2.5}{10}} = \pm 0.25$

DENSIDAD POR MEDIO DE UN DENSIOMETRO

n	X	X-Xn	(X-Xn)	(X-Xn) ²
1	1162	1161.4-1162	-0.6	0.36
2	1161	1161.4-1161	0.4	0.16
3	1160	1161.4-1160	1.4	1.96
4	1162	1161.4-1162	-0.6	0.36
5	1163	1161.4-1163	-1.6	2.56
6	1161	1161.4-1161	0.4	0.16
7	1160	1161.4-1160	1.4	1.96
8	1162	1161.4-1162	-0.6	0.36
9	1161	1161.4-1161	0.4	0.16
10	1162	1161.4-1162	-0.6	0.36

$\Sigma X = 11614$

$\Sigma (X-Xn)^2 = 8.60$

$\bar{X} = \frac{11614}{10} = 1161.4$

$\sigma = \pm \sqrt{\frac{8.6}{10}} = \pm 0.93$

$\sigma = \pm 0.73$

CONTROL ESTADISTICO DEL PRODUCTO TERMINADO- NITROGENO

APCWIACO

n	X	X-Xn	(X-Xn)	(X-Xn) ²
1	99.9	99.72-99.9	-0.18	0.0144
2	99.8	99.72-99.8	-0.08	0.0064
3	99.8	99.72-99.8	-0.08	0.0064
4	99.8	99.72-99.8	-0.08	0.0064
5	99.7	99.72-99.7	0.02	0.0004
6	99.6	99.72-99.6	0.12	0.0144
7	99.6	99.72-99.6	0.12	0.0144
8	99.7	99.72-99.7	0.02	0.0004
9	99.7	99.72-99.7	0.02	0.0004
10	99.6	99.72-99.6	0.12	0.0144

$\bar{x} : 997.2$

$\Delta : 0.078$

$\bar{X} : \frac{997.2}{10} = 99.72$

$\sigma : \frac{\sqrt{0.078}}{10} = \sqrt{0.0078}$

$\sigma : \pm 0.088$

MATERIA NO VOLATIL

n	X	X-Xn	(X-Xn)	(X-Xn) ²
1	0.021	0.024-0.021	0.003	0.000009
2	0.039	0.024-0.039	-0.015	0.000225
3	0.021	0.024-0.021	0.003	0.000009
4	0.026	0.024-0.026	-0.002	0.000004
5	0.021	0.024-0.021	0.003	0.000009
6	0.024	0.024-0.024	0.000	0.000000
7	0.027	0.024-0.027	-0.003	0.000009
8	0.021	0.024-0.021	0.003	0.000009
9	0.027	0.024-0.027	-0.003	0.000009
10	0.026	0.024-0.026	-0.002	0.000004

$\bar{x} : 0.245$

$\sum (X-Xn)^2 : 0.000282$

$\bar{X} : \frac{0.2456}{10} = 0.024$

$\sigma : \frac{\sqrt{0.000282}}{10}$

$\sigma : \pm \sqrt{0.0000282}$

$\sigma : \pm 0.005$

IMPUREZAS

n	X	X-In	(X-In)	(X-In) ²
1	0.033	0.0303-0.033	-0.0027	0.00000729
2	0.027	0.0303-0.027	0.0033	0.00001089
3	0.048	0.0303-0.048	-0.0177	0.00031329
4	0.0124	0.0303-0.0124	0.0150	0.00022500
5	0.048	0.0303-0.048	-0.0177	0.00031329
6	0.021	0.0303-0.021	0.0123	0.00015129
7	0.0119	0.0303-0.0119	0.0227	0.00050729
8	0.03	0.0303-0.03	0.0003	0.00000009
9	0.029	0.0303-0.029	0.0013	0.00000169
10	0.021	0.0303-0.021	0.0093	0.00008649

$$\bar{x} = \frac{0.3033}{10}$$

$$\bar{x} = 0.0303$$

$$s = \sqrt{\frac{0.00101666}{10}}$$

$$s = \sqrt{0.00010166}$$

$$s = 0.00317$$

CONTROL DE CALIDAD POR METODOS ESTADISTICOS DEL PRODUCTO TERMINADO (Pp)

n	X(ppm)	X-In	(X-In)	(X-In) ²
1	0.25	0.335-0.25	0.085	0.007225
2	0.5	0.335-0.50	-0.165	0.027225
3	0.25	0.335-0.25	0.085	0.007225
4	0.25	0.335-0.25	0.085	0.007225
5	0.5	0.335-0.50	-0.165	0.027225
6	0.25	0.335-0.25	0.085	0.007225
7	0.25	0.335-0.25	0.085	0.007225
8	0.5	0.335-0.50	-0.165	0.027225
9	0.25	0.335-0.25	0.085	0.007225
10	0.25	0.335-0.25	0.085	0.007225

$$\bar{x} = \frac{3.75}{10} = 0.375$$

$$s = \sqrt{\frac{0.1221}{10}}$$

$$s = 0.11$$

COBOL

n	X	X-In	(X-In)	(X-In) ²
1	0.4	0.453-0.4	0.053	0.0028
2	0.4	0.453-0.4	0.053	0.0028
3	0.5	0.453-0.5	0.047	0.0022
4	0.4	0.453-0.4	0.053	0.0028
5	0.4	0.453-0.4	0.053	0.0028
6	0.56	0.453-0.56	-0.107	0.0114
7	0.51	0.453-0.51	-0.057	0.0032
8	0.56	0.453-0.56	-0.107	0.0114
9	0.4	0.453-0.4	0.053	0.0028
10	0.4	0.453-0.4	0.053	0.0028

$$\bar{X} = 4.53$$

$$\bar{X} = \frac{4.53}{10} = 0.453$$

$$\sum (X - \bar{X})^2 = \sum 0.0452$$

$$\sigma = \sqrt{\frac{0.0452}{10}}$$

$$\sigma = \sqrt{0.00452}$$

$$\sigma = 0.067$$

NIQUEL

n	X	X-In	(X-In)	(X-In) ²
1	0.05	0.0053-0.05	0.0447	0.00198
2	0.051	0.0053-0.051	0.0457	0.00208
3	0.05	0.0053-0.05	0.0447	0.00198
4	0.051	0.0053-0.051	0.0457	0.00208
5	0.05	0.0053-0.05	0.0447	0.00198
6	0.05	0.0053-0.05	0.0447	0.00198
7	0.05	0.0053-0.05	0.0447	0.00198
8	0.05	0.0053-0.05	0.0447	0.00198
9	0.05	0.0053-0.05	0.0447	0.00208
10	0.051	0.0053-0.051	0.0457	0.00198

$$\bar{X} = 0.053$$

$$\bar{X} = \frac{0.053}{10} = 0.0053$$

$$\sum (X - \bar{X})^2 = \sum 0.02019$$

$$\sigma = \sqrt{\frac{0.02019}{10}}$$

$$\sigma = \sqrt{0.002019}$$

$$\sigma = 0.045$$

FLOW

n	X	X-In	(X-In)	(X-In) ²
1	5	4.46-5	-0.54	0.2916
2	4	4.46-4	0.46	0.2116
3	5	4.46-5	-0.54	0.2916
4	4	4.46-4	0.46	0.2116
5	4	4.46-4	0.46	0.2116
6	5	4.46-5	-0.54	0.2916
7	4.6	4.46-4.6	-0.14	0.0196
8	4.4	4.46-4.4	0.06	0.0036
9	4	4.46-4	0.46	0.2116
10	4.6	4.46-4.6	-0.14	0.0196

$$\Sigma = 44.6$$

$$\bar{X} = \frac{44.6}{10} = 4.46$$

$$\Sigma = 1.754$$

$$\sigma = \sqrt{\frac{1.754}{10}} = \sqrt{0.1754}$$

$$\sigma = 1.0 . 131$$

SULFATES

n	X	X-In	(X-In)	(X-In) ²
1	20	20.16-20	0.16	0.0256
2	20.5	20.16-20.5	-0.34	0.1156
3	20.3	20.16-20.3	-0.14	0.0196
4	20.0	20.16-20.0	0.16	0.0256
5	20.5	20.16-20.5	-0.34	0.1156
6	20.0	20.16-20.0	0.16	0.0256
7	20.0	20.16-20.0	0.16	0.0256
8	20.3	20.16-20.3	-0.14	0.0196
9	20.0	20.16-20.0	0.16	0.0256
10	20.0	20.16-20.0	0.16	0.0256

$$\Sigma = 201.6$$

$$\bar{X} = \frac{201.6}{10} = 20.16$$

$$\Sigma = 0.3040 \quad \sigma = \sqrt{\frac{0.304}{10}}$$

$$\sigma = \sqrt{0.0304} = 0.17$$

CONCLUSIONES

1.- La investigación del ión cobre se efectuó con reactivo de mercuritiocianato de potasio, pero debido a las interferencias con el ión férrico y los iones cianuro, se prefirió llevar a cabo su determinación con el método de dietiliodiocartamato de sodio. Los resultados ponen de manifiesto la precisión del método que se propone.

2.- El método establecido para investigación del plomo es inespecífico, por lo que se propone el método de cuanteo de plomo con reactivo de ditizona.

3.- El uso de agua destilada y aun de agua bidestilada -- introduce error en la cuantificación pues los tubos que se tenían como control o "blancos" de las determinaciones, daban color. Se recomienda el uso de agua desionizada que se obtiene con un filtro cambiador de iones; el que se utilizó en la tesis fue de la marca Demiac y resultó de muy buena calidad.

4.- Para la determinación de nitrógeno amoniacal se utilizó el método de Fjeldahl modificado. Esta modificación consistió en cambiar el ácido donde se recoge el destilado, se utilizó ácido bórico y los resultados fueron más precisos debido a que el

complejo que fija el antraceno, lo hace de un modo seguro que con ácido sulfúrico y así se evita por volatilización.

5.- Se ensayaron métodos cromatográficos, pero los resultados requeridos no se pudieron obtener, debido a que las impurezas se encuentran en cantidades de partes por millón y no fueron detectadas.

C A P Í T U L O VI

BIBLIOGRAFIA

- 1.- Manual de Química Moderna
F. Eduardo Vitoria S. J.
Séptima edición
Casa Editorial Caspe 10ª, Barcelona 1923
Ediciones 96, No. 110 y 181.
- 2.- Química Inorgánica Moderna
Fellor, traducida por el Dr. Enrique V Zappi
Librería y Editorial El Ateneo, Buenos Aires, 1942.
Ediciones 107 y 108.
- 3.- Análisis Química Cuantitativo.
Fernando Torres
Editorial Ierusa.
tercera edición, 1927
Edición 163.
- 4.- Methods of Analysis of the Association of
Official Agricultural Chemists.

- Method Mikrokjeldal, Editorial Board 'a edition,
1955
Páginas 805.
- 5.- Analytical Chemistry
Treatwell Hall, Vol. II Quantitative
Ninth English Edition
Páginas 453
- 6.- "ACAC" Editorial Board, 2a. edition, 1955.
Páginas 579
- 7.- Biochemical J. 34.
Eden A and Green H. H.
1940
Pág. 1202
- 8.- EDTA Titrations and Introduction to Theory and
Practice.
H. A. Flaschka P. h. D.
Pergamon Press 1959.
Páginas 17, 17 y 10
- 9.- Instrumental Methods of Analysis.
Robert H Millard Lynne L. Merritt Jr, John A Dean.
E. Van Nostrand Company Inc Princeton New Jersey
Third edition, 1962
Páginas 254 y 257
- 10.- Teoría y Métodos Nuevos de Química.
Análisis Cuantitativa G Charlot
Editorial Aguilar, 1964
Páginas 101 y 102.

- 11.- Analytical Chemistry Junio 1960
Página 84) Vol. 12 No. 7
- 12.- Standard Methods of Chemical Analysis
Wilfred W. Scott, Sc. D.
9a. Edition D. Van Nostrand Company
Vol. I, 1919, Página 107
- 13.- Microtechniques of Clinical Chemistry
Katselson S.
22a., edition 1961
Ch. C. Thomas
Páginas 278 y 282
- 14.- Análisis Químico Cuantitativo
Willard Furman Frecker
Editorial Marín S. A.
1915
Página 249.
- 15.- Tratado de Química Analítica
Análisis Cualitativo Tomo I, 7a. edición
Treadwell Hall, 1958
Página 444
- 16.- Chemical Analysis
Herbert A. Laitien
Mc. Graw Hill
Series in Advanced Chemistry, 1960
Página 506 y siguientes
- 17.- Teoría y Métodos Nuevos de Química Analítica.
Cuantitativa C. Charlot
Editorial Aguilar, 1954
Páginas 272 y 273.