

UNIVERSIDAD IBEROAMERICANA
INCORPORADA A LA UNAM
ESCUELA DE CIENCIAS QUIMICAS

**Revisión de Métodos Modernos de
Análisis de Aleaciones de Cobre**

Tesis que para obtener el título de:

QUIMICO

presenta:

LUIS KAIM GEBARA

MEXICO, D. F.

1 9 6 7



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.

Jurado inicialmente asignado:

**Presidente: Eduardo Schmitter V.
Vocal: Q. Sánchez Araceli.
Secretario: I. Q. Alberto Obregón.**

Sitio donde se desarrolló el tema:

Laboratorios del Instituto de Geología.

Sustentante:

Luis Kaim G.

Asesor del tema:

Ing. Q. Alberto Obregón.

*Con admiración y gratitud
a la memoria de mi padre,*

Dr. HABIB KAIM.

*A mi madre con
especial cariño.*

*A mi hermana
OLIVIA.*

Con especial estimación y gratitud a mi maestro

**I. Q. ALBERTO OBREGON que por su
cooperación he visto realizada esta tesis**

Y al asesoramiento técnico de los maestros:

Prof. EDUARDO SCHMITTER V.

Prof. ARACELI SANCHEZ

REVISION DE METODOS MODERNOS DE ANALISIS DE COBRE

INTRODUCCION:

Los métodos existentes para el análisis de cobre y sus aleaciones no presentan ninguna dificultad técnica. En todos los libros de análisis cuantitativo se encuentra el procedimiento a seguir, y con modificaciones mínimas es prácticamente el mismo, a saber: determinación de antaño como ácido metacostánico, por gravimetría; determinación de cobre o de cobre y plomo por electrolysis; determinación de fierro y aluminio por gravimetría o volumetría; determinación de zinc por diferencia o por gravimetría como pirofosfato.

Este proceso es fácil y sin duda el que ofrece los resultados más exactos pero en la parte práctica tiene varios inconvenientes: en primer lugar hay que considerar el precio del equipo para análisis electrolíticos, sobre todo en lo que respecta a los electrodos de platino que se necesitan. Si se usa ocasionalmente no es probable que se recupere el precio de éstos; y si se usa en fundiciones hay que considerar que para cada muestra se necesita un ánodo y un cátodo. Por otro lado, si la cantidad de plomo en la muestra es de consideración no es muy recomendable hacer su determinación por depositación anódica, sino separarlo en forma de sulfato de plomo; operación que lleva aparejada la evaporación a humos de SO_2 de toda la solución nítrica; esta operación alarga considerablemente el tiempo de análisis, y es muy frecuente que se pierda solución por sobre ebullición. La separación final de zinc como sulfuro, también es una operación sumamente engorrosa.

Los inconvenientes mencionados han propiciado una serie de investigaciones cuyo resultado han sido procedimientos en los que se aprovecha fundamentalmente el avance logrado en la quí-

mica analítica merced a los nuevos agentes complejantes, especialmente los versátiles y los conocimientos cada vez más amplios en la posibilidad de enmascarar selectivamente determinadas cationes para titular otros.

Sin embargo, no están los métodos tan definidos como parece: en algunos casos los viros son inciertos, en otros las cantidades de agentes enmascarantes no son suficientes, en ciertos casos siguiendo al pie de la letra el procedimiento no se logra hacer virar el indicador, probablemente por la presencia de algún elemento extraño que no debía estar en esa alcañón.

En una palabra el objeto de la presente tesis es integrar con los métodos de que se tiene noticia y con los elementos instrumentales de que se tienen en cualquier industria o escuela un procedimiento de análisis que acorte realmente el tiempo necesario para valorar estos materiales y que abarque la mayor cantidad de elementos que puedan estar presentes como impurezas, indicando la calidad de los viros, tiempo del análisis y costo de los reactivos y mano de obra. Se indicará también en caso de que se tengan viros poco precisos qué elemento es el responsable y como dato importante se incluye en el esquema de análisis la determinación colorimétrica de estaño en alguna de las etapas del procedimiento.

Como comprobación de los datos obtenidos se contó con las muestras reales de latones y bronceos suministrados amablemente por la metalúrgica Almena, la cual dió los datos obtenidos en sus laboratorios por los procedimientos usuales en el análisis de las mencionadas muestras.

GENERALIDADES

Las principales aleaciones que suele formar el cobre con el estaño y con el zinc, son los broncees y los latones.

Las más usuales de éstas aleaciones tienen la siguiente composición, en porciento:

Cu	_____	50	—	90
Zn	_____	20	—	40
Sn	_____	0	—	6
Pb	_____	0	—	2
Fe	_____	0	—	3

Además de estos elementos suelen presentarse pequeñas cantidades de aluminio, níquel, fósforo, etc.

Existen diferentes tipos de broncees, según la cantidad de estaño que contengan y reciben diversos nombres según el uso a que se destinen, a saber: Los de moneda, los de campana, de artesanía, los laminables y de conducción éste último con cantidades pequeñas de estaño. Se utilizan para partes importantes de maquinarias, por ej., cojinetes, tuberías, armaduras, fabricándose además como hilos, aunque el hilo de bronce si bien mecánicamente es más resistente que el hilo de cobre, su conductividad eléctrica es inferior.

Los métodos existentes para el análisis de estas aleaciones son numerosas, pero desgraciadamente, son bastante tardados y en algunos casos bastante inciertos, por lo cual en una industria resultan incosteables.

Recientemente Kinnunen y Merikanto (7) y Kinnunen y Wennerstrand (7) han estudiado la aplicación de las posibilidades de titulación con vorreno, a las aleaciones de cobre, y elaborado varios métodos mencionados por Welcher (7): en los cuales presentan las técnicas para la determinación de cobre, hierro, plomo, manganeso y zinc, en ella misma muestra por titulaciones sucesivas, usando diversos agentes para enmascarar los cationes ya titulados o que interfieren.

Posteriormente Dozinel (8) hace una revisión crítica de los diversos procedimientos y añade algunos nuevos.

METODO USUAL PARA EL ANALISIS DE ALEACIONES DE COBRE

ATAQUE: Pesar 1.0 g. de la muestra y atacarla con 25 ml. de HNO_3 en un matraz de 400 ml. Calentar hasta que los sólidos se separen. Agregar 50 ml. de H_2O y poner a calentar la mezcla durante 1 hora. Se le adiciona pulpa de papel filtro previamente tratada con ácido nítrico concentrado.

ESTAÑO: Filtrar el ácido metaestánico en papel filtro de poro muy cerrado, lavar varias veces el precipitado y filtro con HNO_3 diluido y caliente. El filtrado se usa para la determinación de plomo, cobre y zinc.

El precipitado se pasa a un cristal de porcelana previamente tarado se calcina a 1000°C . durante 30 minutos. El óxido estánico es ligeramente amarillento sin embargo, tiene una fuerte tendencia a englobar impurezas dando diversas coloraciones, si está impurificado con Cu será negro, si está impurificado con fierro será café.

Los resultados se informan en porciento de estaño impuro. La cantidad de impurezas depende de la cantidad de estaño, con 5% de estaño las impurezas serán de 0.2 a 0.3%.

El estaño impuro se puede purificar por la volatilización con ioduro de amoníaco.

PLOMO: A el filtrado anterior (al cual ha sido añadido el residuo disuelto del proceso del ioduro de amoníaco

para la corrección del óxido estánico impuro, si se usó). Se agrega 10 ml. de ácido sulfúrico diluido (1:1) y se calienta hasta humos blancos densos de sulfúrico para eliminar el ácido nítrico, se enfría y se lavan las paredes del recipiente con agua, y volver a evaporar hasta humos densos. Enfrar y diluir con agua hasta 75 ó 100 ml. Dejar la solución reposar 2 horas con agitación ocasional. Filtrar a través de un crisól selas de fondo previamente tarado, lavar el precipitado con ácido sulfúrico diluido (1:20). Reservar el filtrado para la determinación de cobre. Colocar el crisól selas en un crisól de porcelana y calentar suavemente al principio, y finalmente hasta que se vea ligeramente rojo el crisól durante 30 minutos. La calcinación se lleva a cabo en una mufla eléctrica entre 500 y 600° C. Se pesa el sulfato de plomo y se informa por ciento de plomo.

COBRE: El cobre se determina electrolíticamente, conservando la solución para otras determinaciones. Usando un cátodo de gasa y una densidad de corriente de 2 amp/dm² se va hacer la electrolisis con agitación de la solución o de 0.2 amp/dm² si se va dejar electrolizando sin agitación por toda la noche. Para que el depósito de Cu sea adherente y corresponda al metal sin oxidaciones la solución debe contener aproximadamente 5% de ácido sulfúrico, un poco de nitrato de amonio y huellas de algún cloruro alcalino.

FIERRO: Agregar 40 ml. de HNO₃ conc. y 20 ml. de HCL conc. al filtrado anterior y evaporar hasta cerca de la sequedad, a eliminar el exceso de tiocianato. Agregar 4 ml. de HCL y diluir con 70 ml. de agua. El precipitado formado es óxido férrico hidratado Redisolver el precipitado con HCL caliente y lavar con agua destilada., y volver a reprecipitar el fierro.

ZINC: Se añaden 25 ml. de ácido nítrico y 25 ml. de ácido clorhídrico al filtrado proveniente de la determinación de fierro y evaporar a humos del sulfúrico para destruir la mayor parte de las sales de amonio. Se diluye la solución a 75 ml., si la solución no está clara debido a la presencia de sílice, filtrar y lavar el filtro con HCL dil (1:50). Añadir rojo de metilo a la solución y neutralizar exactamente la solución con amoniaco filtrado. Preparar una solución de 6 g. de fosfato dibásico de amonio en 30 ml. de agua; añadir 1 gota

de fenolftaleína y añadir el amoníaco suficiente para colorear la solución de rosa. Calentar la solución de Zn a ebullición y agregar la solución de fosfato con agitación ocasional. Se deja enfriar la solución durante 2 horas. El precipitado debe ser cristalino. Filtrar a través de un crisól de porcelana previamente tarado. Lavar el precipitado con agua fría, colocar el crisól dentro de otro crisól de porcelana y calentar al rojo. Finalmente calcinar el precipitado durante 30 minutos al calor total del mechero. Enfriar y pasar. El factor para convertir pirofosfato de Zinc a Zinc es de 0.4201.

METODO POR TITULACIONES SUCCESIVAS PARA ALEACIONES DE COBRE

Por éste método se determinan: Cobre, plomo, fierro, manganeso y zinc.

ATAQUE: Se disuelven en un erlenmayer de 250 ml, 0.5 g. de muestra en rebabas en 10 ml. de H_2SO_4 (1:1) agregando en pequeñas cantidades 10 ml. de H_2O al 30%. Cuando la aleación esté totalmente disuelta, hiérvase por 10 min. para descomponer el exceso de H_2O y dilúyase con 25 ml. de agua. Si hay un precipitado blanco granuloso se tratará de $PbSO_4$.

PLOMO: Filtrese el precipitado por un filtro de 7 cm. de poro cerrado y lávese 5 veces con agua acidulada con sulfúrico al 2% en caliente y dos veces con agua caliente. Pácese filtro y precipitado al matraz en que se hizo el ataque y agréguesele 20 ml. de acetato de amonio saturado. Hiérvase por 10 minutos y agréguesele 2 g. de ácido tartárico y 50 ml. de amoniaco al 20%. Calientese a hervir y titúlese el plomo usando versenato disódico en solución M/100 y negro de eriocromo como indicador.

COBRE: A la solución libre de plomo agréguesele amoniaco hasta coloración azul intenso y hiérvase nuevamente por 5 minutos. Póngase ácido sulfúrico (1:1) gota a gota, hasta que el color azul intenso desaparezca y enfríese perfectamente. Agréguesele 1 g. de bifluoruro de amonio y agítese; agréguesele 10 ml. de la solución de NI y agítese. Titulando el iodo liberado por la reducción de las sales cúbricas usando tiosulfato de sodio y como indicador almidón.

FIERRO: A la solución anterior, agregar 50 ml. de solución de ácido bórico y 10 ml. de H_2SO_4 (1:1) titulando nuevamente con el mismo tiosulfato la cantidad de iodo liberado por la reducción de las sales férricas.

MANGANESO: Agregar a la solución 2 grs. de ácido tartárico, 0.2 g. de ácido ascórbico y 20 ml. de KCN al 20% (HACER ESTA OPERACION DENTRO DE LA CAMPANA); agitar y agregar 20 ml. de amoniaco concentrado. Enfriar y agregar unas gotas de solución de negro de eriocromo, titulando inmediatamente con verseno, hasta desaparición del color rojo. Usese solución M 100.

ZINC: Después de la titulación del manganeso, agréguese a la solución 20 ml. de solución de formaldehido y ti-

túlese hasta desaparición del color rojo producido. Agréguese nuevamente 10 ml. de formaldehído para comprobar que todo el zinc fue liberado del complejo que formaba con el cianuro, si se produce nuevamente el color rojo, terminar la titulación. Usese para esta titulación versenato disódico M/10.

CALCULOS

ml de versenato $\times 2 \times M \times 0.207 \times 100$: % de Pb en la muestra.
ml de tiosulfato $\times 2 \times N \times 0.00357 \times 100$: % de Cu en la muestra.
ml de tiosulfato $\times 2 \times N \times 0.05585 \times 100$: % de Fe en la muestra.
ml de versenato $\times 2 \times N \times 0.055 \times 100$: % de Mn en la muestra.
ml de versenato $\times 2 \times M \times 0.06538 \times 100$: % de Zn en la muestra.

SOLUCIONES

- 1) H₂SO₄ (1:1).
- 2) Perhidrol H₂O₂ al 30%.
- 3) Acetato de Amonio Saturado.
- 4) Acido Tártarico.
- 5) Amoníaco concentrado.
- 6) Bifluoruro de amonio NH₄HF₂.
- 7) Ioduro de sodio o de potasio en solución al 40%.
- 8) Almidón.
- 9) Acido bórico, sol sat 4%.
- 10) Acido ascóbio.
- 11) Cianuro de potasio en solución al 20%.
- 12) Formaldehído en solución al 4%.
- 13) Solución de negro de eriocromo en etanol al 0.1%.
- 14) Soluciones tituladas de versenato M/10 y M/100.
- 15) Solución de tiosulfato de sodio N/10.

Discusión:

La técnica anterior es sin duda alguna, una de las más exactas, pero su aplicación en la industria e inclusive en una escuela presenta serios inconvenientes. A continuación se mencionan estos:

En la mayoría de las industrias metalúrgicas, es necesario determinar la totalidad de los elementos, lo que hace del procedimiento anterior una técnica incompleta ya que no determina todos estos elementos.

El procedimiento anterior determina el plomo por precipitación como sulfato de plomo lo cual alarga considerablemente el tiempo de análisis.

Cualquier error en la titulación del cobre aún cuando sea de poca importancia en relación a la cantidad usualmente tan grande (60-90%) de éste elemento, repercutirá en la titulación subsiguiente del hierro cuya pequeña cantidad se verá afectada por un error relativo muy grande.

El estaño cuya determinación es fundamental en bronces no ha sido tomado en cuenta en el método anterior.

La determinación del manganeso se efectúa en presencia de KCN, por lo cual éste método necesita cuidados especiales ya que el cianuro es uno de los reactivos más peligrosos.

El complejo que forma el zinc con el cianuro, hace que el viro en la titulación con versenato sea poco preciso y el resultado por consiguiente pueda ser erróneo.

METODO MODERNO PARA EL ANALISIS DE ALEACIONES A BASE DE COBRE

Este método incluye las determinaciones de plomo, por volumetría, titulando con sulfato ferroso; la de cobre, por volumetría, titulando con tiosulfato de sodio; la determinación colorimétrica de fierro, por medio de la reacción de color con versenato; manganeso colorimétricamente, oxidando con peryodato; el estaño colorimétricamente. El zinc se puede determinar al final en forma de sulfuro o de fosfato, pero estos métodos son en general tan tardados que aún los procedimientos del A.S.T.M. recomiendan que el zinc se informe por diferencia.

ATAQUE: Se pesan 0.5 g. de muestra y en un matraz de 300 ml. se disuelven con 10 ml. de HCl y 10 ml. de H₂O₂, enfriar después de unos minutos, hasta disolución completa. Hervir suavemente para eliminar el exceso de peróxido. Enfriar la solución y pasarla a un matraz aforado de 100 ml. completando el volumen con agua destilada y mezclando perfectamente.

DETERMINACION VOLUMETRICA DEL COBRE

Se toma de la solución madre una alícuota de 10 ml., y se agregan 10 ml. de la solución de ioduro de potasio y agítese.

Titúlese el iodo liberado por la reducción de las sales cúpricas usando tiosulfato de sodio y como indicador almidón.

Notas:

El fierro da una interferencia muy pequeña por lo que no se toma en cuenta.

En algunos libros (5) se menciona la posibilidad de determinar el Zinc en la misma alcuota del cobre, por medio de la urotropina, desgraciadamente el vire es poco preciso.

DETERMINACION COLORIMETRICA DIRECTA DE ESTAÑO (1)

Reactivos:

HCl (1:13).

H₂O₂ (30%).

Tiourea (100 g/l).

HCl (2.4N).

Quercetina (0.400 g/l en etanol o metanol).

Procedimiento:

Pasar a un matraz volumétrico de 100 ml., la alícuota (5 ml.) de la solución madre y agregar los siguientes reactivos: 5 ml. de tiourea, el precipitado blanco que se forma, re-disolverlo con el exceso de reactivo, 10 ml., de HCl 2.4N y 50 ml. de Quercetina; aforar hasta la marca con agua y mezclar perfectamente.

Medir la densidad óptica después de 10 minutos con el colorímetro de Klett a una longitud de onda de 440 a 470 mμ. y con una celda de 1 a 2 cm.

Notas:

- 1.—Para calibrar el aparato a cero se puede usar cobre electrolítico (conteniendo 0.001% de estaño).
- 2.—La curva de calibración se establece con cobre puro y adiciones apropiadas de solución normal de estaño.
- 3.—La calibración de la curva es influenciada por la acidez.

- 4.—Si se nota un color amarillo en la solución después de añadir la tiourea, esto se debe probablemente a la presencia de antimonio o bismuto. Estos elementos interfieren poco y se puede hacer una corrección. El aluminio también interfiere poco.
- 5.—Esto es posible para determinar pequeñas cantidades de estaño (0.001 — 0.10%) adicionando 20 ml. de tiourea y 5 ml. de HCl
- 6.—Selig indicó la posibilidad de extracción del complejo del estaño con quercetina
- 7.—El color formado es muy estable y hace que esta determinación no presente mayor problema.

DETERMINACION VOLUMETRICA DE PLOMO (2)

Reactivos:

- (a) Acido nítrico diluido.
- (b) Mezcla dicromato — acetato: disolver 130 g. de acetato de amonio con 200 ml. de agua (pH 6.5 — 7.0), disolver 980 mg de dicromato de potasio en 100 ml de agua. Mezclar las dos soluciones y diluir a 1000 ml.
- (c) Indicador concentrado: Disolver 0.5 g. de difenil amina en 90 ml. de ácido sulfúrico concentrado más 10 ml. de agua.
- (d) Mezcla del indicador-Acido: En 200 ml. de agua poner 30 ml. de ácido sulfúrico y 60 ml. de ácido fosfórico concentrado; enfriar y adicionar 1 ml. de indicador y diluir a 1 litro.
- (e) Sulfato ferroso: Pesar 10 g. de sal de Mohr y disolver en 200 ml. de agua, adicionar 25 ml. de ácido sulfúrico concentrado, diluir a 1000 ml.

Procedimiento:

Pesar la alícuota tomada (10 ml.) a un matraz de 500 ml. y agregarle 25 ml. de la mezcla dicromato-acetato (b). Cubrirlo, y calentarlo. El calentamiento es lento y durante 3 minutos; se produce un precipitado naranja cuando hay presencia de plomo

Enfriar a la temperatura ambiente y diluir con 125 ml. de agua.

Adicionar 25 ml. de la mezcla indicador — ácido (d) e inmediatamente titular con sulfato ferroso (e). La solución la cual es primero amarillenta se transforma en azul oscuro antes del punto final. Cuando se tiene el punto final la solución vira a un color verde. Debido a que el vire no es instantáneo, cuando está cerca el punto final debe esperarse 10 segundos entre cada gota.

Nota:

Cuando no es claro el punto final se debe agregar otras gotas del indicador (c) a la mezcla del indicador-ácido (a).

DETERMINACION COLORIMETRICA DE FIERRO (5)

Esta determinación está basada en la acción colorimétrica que tiene el E.D.T.A. con algunos metales y que al formar el complejo producen un color característico.

En este caso se observó que al añadir el H₂O₂ a la solución amoniacal que contiene los iones férricos y E.D.T.A. se forma un color púrpura.

Solución normal de fierro:

Se disuelven 0.1000 g. de fierro puro en 4 ml. de ácido nítrico (1:1) y se diluye a 1 litro.

Preparación de la curva de calibración:

Se colocan en dos matraces volumétricos de 25 ml. con pipeta 1 ml. de la solución standard de fierro. Agregar 10 ml. de E.D.T.A. M/100 y 1 gota de amoníaco

Al contenido de uno de los matraces se le agrega 2 ml. de peróxido y a ambos se le adicionan 3 ml. de amoníaco y se diluye hasta la marca con agua mezclando perfectamente.

Se mide la densidad óptica del color del fierro en una celda de 4 cm. y a una longitud de 450 y 510 mμ. usando el colorímetro de Klett y como referencia la solución que no contiene peróxido.

El procedimiento se repite con cantidades diferentes de la solución standard e inclusive en ausencia de fierro.

La curva puede ser linal y pasar por el origen.)
Procedimiento:

De la solución madre se toma una alícuota de 5 ml. y se pasa a un matraz aforado de 25 ml. Con una pipeta se ponen 10 ml. de versenato M/100 y una gota de amoníaco. Al contenido del matraz se le agrega 2 ml. de peróxido de hidrógeno y 3 ml. de amoníaco, aforando hasta la marca con agua, mezclar perfectamente.

Se mide la densidad óptica del color del fierro en una celda de 4 cm. y una longitud de onda de 450 mμ, usando el colorímetro de Klett.

Notas:

- 1.—Este método da buenos resultados, pues el color que da el fierro es bastante estable y no interfiere ningún otro elemento.
- 2.—La rapidez de ésta determinación acorta notablemente el tiempo de análisis y los resultados son bastante aceptables.

Tomando diferentes cantidades de fierro y midiendo la densidad óptica de cada uno se encontraron los siguientes resultados, los cuales se presentan en la gráfica correspondiente:

ml. Fe	ml. EDTA	NH.	ml. H.O.	ml. NH.	Lecturas
0.0	10	1 gota	—————	3	0
0.0	"	"	2	"	3
0.5	"	"	"	"	15
1.0	"	"	"	"	27
2.0	"	"	"	"	44
3.0	"	"	"	"	70
4.0	"	"	"	"	85
5.0	"	"	"	"	100

20

40

30

20

10

0

2.5

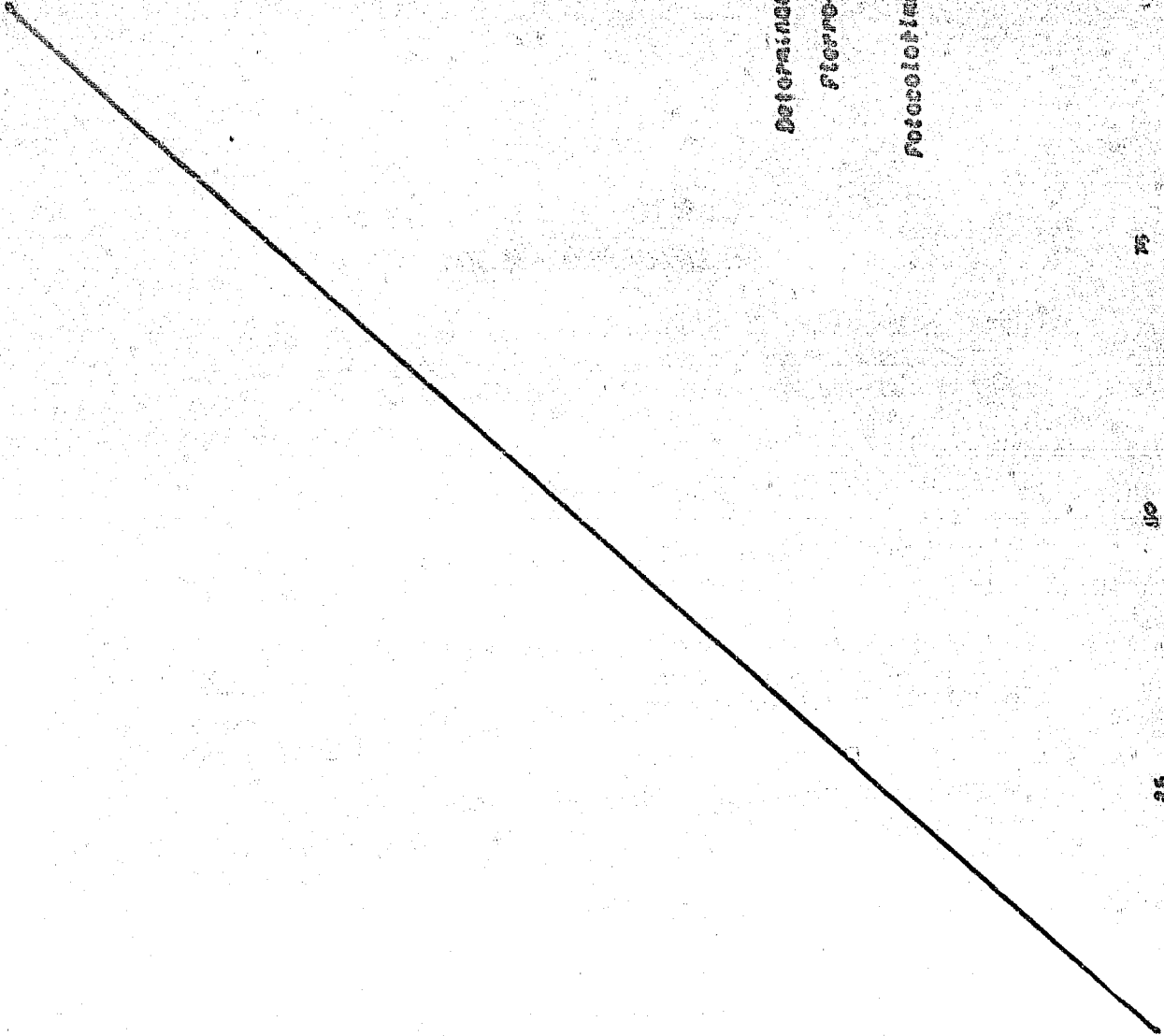
10

75

100

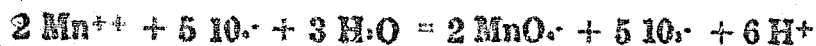
Determinación de
Fluoro

Fotodensitometro Klett Summag



DETERMINACION COLORIMETRICA DE MANGANESO (5)

Esta determinación está basada en la oxidación de una solución ácida de sales de manganeso a permanganato por la acción oxidante del peryodato de potasio, de acuerdo con la siguiente reacción:



Este método ha sido seleccionado por las ventajas que presenta con relación al método del persulfato.

El método del peryodato es mucho más rápido y no necesita agente catalizador y las variaciones en cuanto a la concentración ácida y al exceso del peryodato no afectan la intensidad del color.

La solución oxidada que contiene un exceso de peryodato es estable y puede guardarse durante meses sin experimentar ningún cambio.

Preparación de la curva de calibración:

Colocar en dos matraces aforados de 10 ml. de solución base y 10 ml. de ácido sulfúrico (1:1); al contenido de uno de los matraces agregarle 1ml de KMnO_4 N/100 y diluir ambos hasta la marca con agua, mezclando perfectamente. Se mide la densidad óptica del color del manganeso en el colorímetro Klett a una longitud de onda de 545 m μ .

Repetir el procedimiento con cantidades diferentes de KMnO_4 N/100.

El matraz que no se le puso KM .0. es el que nos da la corrección en la calibración.

Pesar 1200 mg. de Cu y 100 mg. de fierro y diluir hasta 1 litro.

Procedimiento:

Se toma una alcuota de la solución madre (10 ml.) y se pasa a un mat. az, se le agregan 10 ml. de H₂SO₄ (1:1), 10 ml. de agua, se le agrega el peryodato y se calienta hasta que aparezca la coloración del manganeso. Se pasa la solución a un matraz aforado de 100 ml. y se afora hasta la marca con agua.

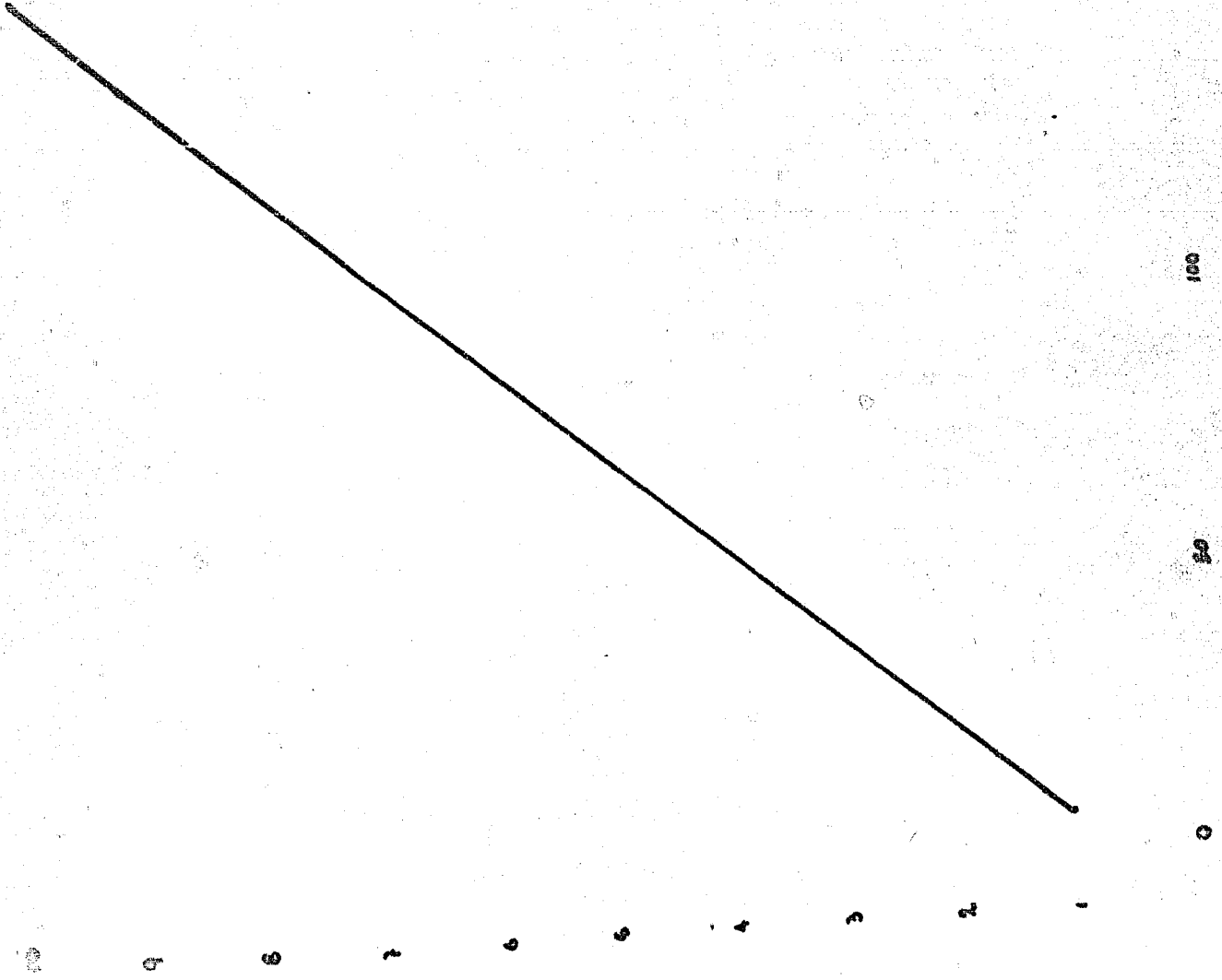
Se mide la densidad óptica del color del manganeso a una longitud de onda de 545 mμ.

Tomando diferentes cantidades de KMnO₄ se encontraron los siguientes resultados:

Sol. Base	H ₂ SO ₄	KMnO ₄	mg. Mn.	Leads
10 ml	10 ml	0	0	2
"	"	1	0.1	5
"	"	2	0.2	7
"	"	3	0.3	28
"	"	4	0.4	53
"	"	5	0.5	71
"	"	6	0.6	90
"	"	7	0.7	102
"	"	8	0.8	137
"	"	9	0.9	152
"	"	10	1.0	150

Determinación de
Manganeso

Fotocolorímetro Klett Summerson



RESULTADOS EXPERIMENTALES:

Los resultados encontrados en el laboratorio fueron satisfactorios, pues el porcentaje de error está dentro del permitido en cualquier industria donde se efectúan estos análisis y el tiempo y costo del procedimiento moderno propuesto en éste trabajo se reduce a la mitad del procedimiento clásico, aunque los resultados no sean tan exactos como éste.

A continuación se mencionan estos resultados que se comprobaron con los proporcionados por la metalúrgica alemana:

Elementos	% Contenido	% Encontrado
Muestra No. 1		
Pb	1.55	1.53
Cu	62.70	62.67
Fe	0.003	—
Zn	34.58	34.45
Muestra No. 2		
Pb	0.27	0.23
Cu	88.33	88.15
Zn	1.68	1.43
Muestra No. 3		
Pb	20.12	20.20
Cu	71.93	71.50
Zn	3.86	3.58

Muestra No. 4		
Cu	67.75	67.62
Fe	2.71	2.50
Mn	6.05	4.90
Zn	20.09	21.50

Muestra No. 5		
Elementos	% Contenido	% Encontrado
Cu	68.63	68.61
Fe	3.40	3.35
Zn	20.00	19.50
Mn	3.42	3.35

Muestra No. 6		
Cu	59.98	60.34
Pb	1.62	1.49
Zn	37.48	36.50

Muestra No. 7		
Cu	60.94	60.73
Pb	7.50	7.45
Fe	3.55	3.46
Mn	2.98	2.84
Zn	37.04	36.56

Muestra No. 8		
Cu	81.17	82.06
Pb	10.45	9.45
Fe	2.51	2.39
Mn	4.95	4.76

Muestra No. 9		
Cu	81.63	82.36
Pb	10.09	8.64
Fe	3.50	3.35
Zn	5.95	6.49

Muestra No. 10		
Cu	82.51	82.67
Pb	9.74	9.09
Muestra No. 11		
Elementos	% Contenido	% Encontrado
Cu	81.83	81.01
Pb	9.06	9.23
Fe	0.002	—
Muestra No. 12		
Cu	83.72	84.60
Pb	5.11	3.41
Zn	14.50	15.60
Muestra No. 13		
Cu	85.78	85.20
Pb	4.35	3.58
Mn	7.43	6.99
Muestra No. 14		
Cu	84.71	84.28
Pb	5.53	5.14
Fe	2.60	3.48
Mn	3.60	3.49
Muestra No. 15		
Cu	83.17	84.05
Pb	5.11	4.97
Zn	13.56	12.78
Muestra No. 16		
Cu	7.07	6.81
Mn	4.50	4.63
Cu	83.47	83.00
Pb	7.07	6.81
Mn	4.50	4.63

Muestra No. 17

Elementos	% Contenido	% Encontrado
Cu	88.19	84.80
Pb	7.54	7.32
Zn	11.95	11.25

Muestra No. 18

Cu	65.48	65.97
Pb	7.50	7.37
Fe	0.003	<hr/>
Mn	3.20	3.10
Zn	35.46	35.28

Muestra No. 19

Cu	60.56	60.48
Pb	6.78	6.56
Fe	2.34	2.27
Mn	3.87	3.78
Zn	36.98	35.52

Muestra No. 20

Cu	87.98	87.65
Pb	5.34	4.23
Fe	3.42	3.48
Mn	3.79	2.98

CONCLUSIONES

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

Los elementos determinados gravimétricamente en el método usual, alargan considerablemente el tiempo del análisis y los instrumentos usados en dicho análisis son de un precio bastante elevado, todo esto lo convierte en un método incostenable para cualquier industria.

En el método de las titulaciones sucesivas se presenta el inconveniente de usar cianuro de potasio que en presencia de medio ácido produce el ácido cianhídrico con los peligros tóxicos inherentes que puede causar grandes problemas en la industria.

Basándose en los datos obtenidos experimentalmente se puede concluir que el método propuesto en ésta tesis es capaz de dar resultados satisfactorios y que su aplicación está al alcance de cualquier metalúrgica, tanto en reactivos como en instrumental. Así como puede ser empleado en los cursos de análisis metalúrgico e industrial.

Además su reproducibilidad, exactitud y tiempo de análisis son bastante aceptables; con este método se eliminan casi todas las interferencias que se presentan.

BIBLIOGRAFIA

- 1.—Cluley H. J. The determination of small Amounts of Iron. *The Analyst* 88 II (1963)
- 2.—Dozinel Ch. M. Modern Methods of Analysis of Cooper and its Alloys. Elsevier Publ. Amsterdam (1962).
- 3.—Mehlig J. P. Colorimetric Determination of Manganese with Periodate. *The Industrial and Engeneering Chemistry* II 274 (1939).
- 4.—Sandell E. P. Colorimetric Determination of Traces of Metals interscience Publishers, inc. (1959).
- 5.—Welcher J. The analytical uses of EDTA. Van Nostrand Inc. 217 Princeton New Jersey (1958).