

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

**CONTROL QUIMICO DEL NIQUELADO
EN EL PROCESO DEL DISCO**

T E S I S
QUE PARA OBTENER
EL TITULO DE
QUIMICO
PRESENTA
MARIO DAVID WILSON SANCHEZ

MEXICO, D. F.

1965



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.

A MIS PADRES

Y HERMANAS

Con agradecimiento al Ing.
Francisco Taboada por la
dirección de esta Tesis.

A la Srita.
Esperanza González B.
por su cooperación.

Con agradecimiento al Sr.
J. Manuel Villarreal Vice-Presidente de
la Organización Latinoamericana de
COLUMBIA RECORDS. INC.

Así como a todo el Personal de
Discos CBS, S. A. de México

INTRODUCCION:

La fabricación del disco fonográfico es una serie de interesantes procesos que son:

Proceso electrónico para grabar una cinta magnética y el paso de esta misma al acetato, similar al disco.

Procesos electrofíticos para la obtención a partir de los acetatos, de los moldes o estampadores para el prensado de los discos.

Proceso de elaboración de la pasta para discos.

El disco exige en sí, que sus procesos de fabricación sean de una alta calidad. El níquelado en el proceso electrofítico, es el que determina en un 70% la calidad del disco, y exige características muy especiales las cuales fueron determinadas, así como las condiciones necesarias para lograrlas.

Se estudiaron los métodos de control, tanto físicos como químicos, para determinar cuál de estos métodos es el más apropiado para el control de Níquelado en esta industria.

**CONTROL QUIMICO DE NIQUELADO
EN EL PROCESO DEL DISCO.**

INTRODUCCION:

- CAP. I.-** Proceso de Fabricación del Disco Fonográfico
- CAP. II.-** Características del Niquelado.
- CAP. III.-** Condiciones necesarias para el niquelado
- CAP. IV.-** Métodos para el control del Niquelado.
- CAP. V.-** Conclusiones.

CAPÍTULO I

PROCESO DE FABRICACION DEL DISCO FONOGRAFICO.

Consta de los siguientes pasos:

- A.- Proceso de grabación de la Cinta.
- B.- Proceso de Cinta a Acetato.
- C.- Proceso de Acetato a Matriz Negativa.
- D.- Proceso de Matriz Negativa a Matriz Positiva.
- E.- Proceso de Matriz Positiva a Estampador.
- F.- Proceso directo de Acetato a Estampador.
- G.- Proceso de elaboración de la Pasta.
- H.- Proceso de prensado de Discos.

Como se ve en el Diagrama Número 1, la primera parte de la elaboración del disco, es la cinta grabada.

A.- Proceso de Grabación de la Cinta.

Este proceso se lleva a cabo en la siguiente forma:

Los micrófonos son del tipo de condensador, que consiste en -- dos pequeñas placas de oro, apenas separadas por un dieléctrico, por las que circula una corriente de bajo potencial - - - (0.4 m.a.) el cual se ve afectado por las vibraciones del sonido, produciendo lo que llamaremos una señal.

Esta señal pasa a un preamplificador donde crece antes de pasar a los controles de volúmenes y al mezclador, donde se unen las señales de varios micrófonos. Estos mezcladores son tres, - y cada uno de ellos emite la señal por tres canales diferentes; saliendo estas señales a un amplificador de línea de donde:

- 1.- Pasan a la máquina grabadora de tres bandas.
- 2.- Pasan a dos mezcladores y luego, por dos amplificadores de línea, a la máquina grabadora binaural ó estereofónica.
- 3.- Pasan a un mezclador y luego a un amplificador de línea y a la máquina grabadora monoaural.

La diferencia entre estas tres máquinas es la siguiente:

- 1.- Máquina grabadora de tres bandas. Graba en cinta de media - pulgada y tiene tres cabezas de grabación colocadas verticalmente (Ver Foto # 1).
- 2.- Máquina binaural. Graba en cinta de un cuarto de pulgada y tiene colocadas verticalmente dos cabezas de grabación (Ver foto # 2).

A.- Proceso de Grabación de la Cinta.

Este proceso se lleva a cabo en la siguiente forma:

Los micrófonos son del tipo de condensador, que consiste en -- dos pequeñas placas de oro, apenas separadas por un dieléctrico, por las que circula una corriente de bajo potencial -- (0.4 m.a.) el cual se ve afectado por las vibraciones del sonido, produciendo lo que llamaremos una señal.

Esta señal pasa a un preamplificador donde crece antes de pasar a los controles de volúmenes y al mezclador, donde se unen las señales de varios micrófonos. Estos mezcladores son tres, -- y cada uno de ellos emite la señal por tres canales diferentes; saliendo estas señales a un amplificador de línea de donde:

- 1.- Pasan a la máquina grabadora de tres bandas.
- 2.- Pasan a dos mezcladores y luego, por dos amplificadores de línea, a la máquina grabadora binaural ó estereofónica.
- 3.- Pasan a un mezclador y luego a un amplificador de línea y a la máquina grabadora monoaural.

La diferencia entre estas tres máquinas es la siguiente:

- 1.- Máquina grabadora de tres bandas. Graba en cinta de media -- pulgada y tiene tres cabezas de grabación colocadas verticalmente (Ver Foto " 1).
- 2.- Máquina binaural. Graba en cinta de un cuarto de pulgada y tiene colocadas verticalmente dos cabezas de grabación (Ver foto " 2).

3.- Máquina Grabadora Monaural, graba en cinta de un cuarto de pulgada y tiene una sola cabeza de grabación (Ver -- foto # 3).

Las cabezas de grabación de cada una de estas máquinas - funcionan de la siguiente forma: son en realidad bobinas que al llevar la señal, producen un campo magnético, el cual orienta las partículas de óxido férrico, impregnado de la cinta, quedando en ésta, grabadas las señales.

B.- Proceso de Cinta a Acetato.

Para este proceso, sólo se usan cintas monaurales, binaurales o estereofónicas.

La cabeza reproductores de las máquinas, es exactamente - igual que la cabeza grabadora; sólo que invierte su función y en vez de crear campos magnéticos, recibe los --- campos magnéticos producidos por la cinta y los trans- -- forma a señal. Esta señal es amplificada al entrar en la máquina cortadora de acetatos. Esta máquina cortadora es una tornamesa con una aguja sujeta a un fuerte campo magnético, en el cual al entrar la señal, produce variaciones del mismo, ocasionando movimientos en la aguja, la -- que va cortando el surco, según las modulaciones de cada señal. (Ver foto # 4 y 5).

Para cortar acetatos estereofónicos, se usa una cinta binaural o estereofónica, la que manda dos señales por diferentes canales las que son amplificadas y pasan a dos -- campos magnéticos diferentes, que producen movimientos mecánicos sobre una sola aguja, y por descomposición de --- fuerza produce un sólo surco, resultante de ambas fuerzas.

C.- Proceso de Acetato a Matriz Negativa

El Acetato pasa al Departamento de Matrices, donde sigue los siguientes procesos:

1.- Plateado.- El plateado consiste en depositar una capa de plata sobre el acetato para darle conductividad. (Ver foto # 7 Plateado de Acetato).

2.- Niquelado.- Después de plateado, se introduce al tanque de niquelado electrolítico donde permanece un corto tiempo - hasta obtener sobre la plata una capa de níquel de 0.5 a 0.7 mm. de grueso.

3.- Cobrizado.- Al salir del tanque de niquelado, recibe un baño de ácido sulfúrico y pasa al tanque de cobre, donde permanece de 50 a 60 horas promedio. Al salir del tanque de cobre, se separa el acetato del depósito metálico, que llamaremos Matriz Negativa, debido a que los surcos quedan realizados

D.- Proceso de Matriz Negativa a Matriz Positiva

La Matriz Negativa así obtenida es oxidada en su capa de plata, mediante un baño en dicromato de Potasio y sigue los procesos electrolíticos de niquelado y cobrizado anteriores, para obtener la Matriz.

Se separa la negativa de la positiva, obteniendo ésta última surcos hacia el interior, lo que la hace audible.

Se pule, limpia y pasa a Control de Calidad, que la escucha para determinar si su calidad es correcta, para producir un estampador.

E.- Proceso de Matriz Positiva a Estampador.

La Matriz Positiva ya aprobada por el Departamento de Control de Calidad, recibe una oxidación similar a la que se dió a la Matriz Negativa y se sumerge en el tanque de Níquel Primario, donde permanece un corto tiempo; se translada al tanque de Níquel Secundario donde permanece de 3 a 4 horas, hasta llegar al peso requerido. Se separa el Estampador de la Matriz Positiva. Este Estampador es negativo y tiene las mismas características de la Matriz Negativa, con respecto al surco.

El Estampador sigue los siguientes pasos: el primero es el centrado, que consiste en que mediante una tornamesa y con ayuda de un microscopio de pantalla, basándose en los surcos, se perfora exactamente el centro del Estampador.

Pasa a la Sección de Cromado, donde es limpiado mediante varios procesos, después se le dá un ligero cromado de tipo brillante. Saliendo del cromado, pasa a la prensa hidráulica, donde con diferentes troqueles, se le dá la forma necesaria para usarse en el prensado de Discos.

F.- Proceso Directo de Acetato a Estampador

Existe este proceso, que tiene la ventaja de la obtención de un Estampador, en un corto tiempo, aunque tiene el inconveniente de que no se puede controlar la calidad del Estampador, hasta llegar al prensado de los discos.

Este proceso consiste en lo siguiente:

- 1.- El plateado se hace en igual forma que la obtención de Matriz Negativa a partir de Acetatos.
- 2.- Introducción del Acetato al tanque primario de Níquel por un corto tiempo.
- 3.- Paso del tanque primario de Níquel al secundario de --- Níquel, hasta llegar al peso requerido.
- 4.- Separación de Acetato de Estampador.
- 5.- Se siguen los mismos procesos de acabado del Estampador, solo que antes de cromado se desuelvo la plata adherida al Estampador con Acido Trómico (Ver foto # 8 Tanques de Niquelado).

G.- Proceso de Elaboración de la Pasta

La elaboración de la pasta es un proceso sencillo que consta de:

- 1.- Mezclado de la materia prima.

Es una mezcla ora de respa, se introduce lo siguiente:

- a).- Cloruro de Polivinilo en polvo
- b).- Catalizador.
- c).- Lubrificante
- d).- Colorante

2.- Formación de la Pasta en el Molino.

De la mezcladora baja una tolva de donde se descarga al --- Molino de rodillos calentados por vapor, ahí se mantiene -- hasta formar una pasta compacta y de color uniforme, que -- cae sobre una banda que tiene unas cuchillas giratorias, -- las cuales cortan la pasta en secciones de 30 x 10 cm. aproxi -- radamente. De ahí pasa a otra banda con circulación de aire para enfriar la pasta; al final de la banda se separan las secciones de pasta, y se empacan. (Ver Foto # 9 y 10; 9 Mez cladora, 10 Molino de Rodillo).

H.- Proceso de Prensado en Discos

Para describir el prensado del Disco, conviene mencionar cier -- tas características de las prensas.

- 1.- El pistón de las prensas es alimentado por una línea de agua a una presión de 160 Kg/cm^2 .
- 2.- Los dados que sostienen los estampadores, son alimentados por vapor de 9 Kg/cm^2 . y por agua fría a 18 Kg/cm^2 .
- 3.- El dado se abre en dos partes y en cada parte, está sujeto un estampador para cada cara del disco.

Mencionadas las características anteriores, el proceso de prensado de Disco, se desarrolla en la siguiente forma:

Junto a la prensa está colocada una mesa calentada con vapor. El prensista coloca sobre la mesa para su calentamiento los panes de pasta. Ya que ablandan, los coloca en el dado abierto sobre el Estampador inferior en medio de las etiquetas.

Un sistema neumático operado por el prensista, cierra el dado y lo introduce en la prensa, abriendo automáticamente la entrada de presión al pistón y la circulación de vapor por el dado, al llegar el pistón a la parte superior, se cierra la válvula de vapor y circula agua fría por el dado, al mismo tiempo que se cierra la válvula de presión del pistón e inicia el descenso. El mismo sistema neumático saca el dado de la prensa y lo abre. (Ver foto No. 11 Prensa de Discos).

El prensista saca el disco y coloca etiqueta y pasta iniciando el ciclo nuevamente, mientras en una cortadora, separa la rebaba del Disco.

Uno de cada 50 discos producidos pasan al Departamento de Control de Calidad para comprobar técnicamente la calidad de los mismos. Según sistema de la Columbia Broadcasting System Inc. Hecho lo anterior, pasan al Departamento de Terminado para su última revisión y empaque.

CAPITULO I I

CARACTERISTICAS DEL NIQUELADO.

Como se vió en el proceso de fabricación del Disco, en Niquelado no es solo un recubrimiento metálico, sino la obtención de una pieza a partir de un molde.

Para la obtención de estas piezas, se han venido utilizando diferentes métodos y metales, de los cuales harémos una breve descripción para poder definir comparativamente las características del Niquelado.

A.- El primer proceso usado para la elaboración de Estampadores, -- fué el de cobre, por su fácil depósito y su control más o menos sencillo, pero tenía las siguientes desventajas:

- 1.- El grueso que se necesitaba para obtener una pieza consistente era de 3 a 5 mm. y era muy difícil lograr un depósito uniforme.
- 2.- Tomaba mucho tiempo la elaboración de cada estampador, debido a que la densidad de corriente usada era muy baja y si se aumentaba el estampador tendía a salir poroso.

- 3.- A pesar de estar recubiertos de una película de cromo, lo blando del cobre acortaba la vida del estampador
- 4.- Cualquier imperfección del depósito tendía a volverlo quebradizo.
- 5.- Por no poder troquelarse, hacía difícil su colocación en la prensa.

B.- El siguiente proceso usado fué el de fierro electrolítico, - el cual tenía las siguientes ventajas:

- 1.- Mayor vida del Estampador.
- 2.- Un depósito uniforme.
- 3.- Corto tiempo de manufactura.
- 4.- Mayor maleabilidad que lo hacía troquelable y facilitaba su colocación en la prensa.
- 5.- Un costo menor de producción

Las desventajas de este proceso son:

- 1.- Las impurezas del depósito que no afectaban en el trabajo rutinario, empezaron a ser críticas para los discos de larga duración.
- 2.- El control de la solución de los tanques, era complicado.
- 3.- Impurificaba demasiado el ambiente con vapores sulfurosos, lo cual dañaba las piezas producidas que se encontraban en el Departamento.

C.- El proceso que se considera más aceptable, es el del depósito electrolítico por medio de solución de Sulfamato de Níquel.

Este proceso tiene las siguientes ventajas:

- 1.- Mayor limpieza de ambiente.
- 2.- Mayor pureza del depósito, muy necesaria para los discos -- de larga duración y estereofónicos.
- 3.- Mayor maleabilidad del depósito

Aunque tiene las siguientes desventajas:

- 1.- Es necesario tener una filtración continua de la solución.
- 2.- El costo de operación y de materia prima es mucho mayor que del proceso del hierro electrolítico, sin embargo, la ventaja está en que se aprovecha el desperdicio del Niquel.
- 3.- Exige un control continuo de los tanques.

Tal como se describe en los procesos anteriores, el níquelado para la fabricación de Estampadores de Discos, es el proceso más conveniente; debe tener las siguientes características:

- 1.- Pureza.- Todo el depósito debe ser completamente puro, ya que cualquier impureza depositada en el Estampador, afectará al Disco.
- 2.- El depósito debe ser maleable, para que en el troquelado no se rompa el estampador.
- 3.- Elasticidad del depósito, ya que debe soportar, sin deformarse grandes presiones en la producción de discos.
- 4.- El proceso de níquelado debe ser rápido por la demanda existente. (Ver foto " 12 Estampador).

CAPITULO III

CONDICIONES NECESARIAS PARA EL NIQUELADO

Para obtener un Niquelado con las características descritas en el capítulo anterior, es necesario trabajar las cubas electrolíticas dentro de las especificaciones necesarias, para lo cual se detallan las siguientes condiciones para el niquelado en este proceso.

- A.- Concentración de Sulfamato de Niquel
- B.- Concentración de Cloruro de Niquel
- C.- Concentración de Acido Bórico.
- D.- pH de la solución
- E.- Temperatura de los tanques.
- F.- Tensión superficial.
- G.- Densidad de Corriente.
- H.- Eficiencia de los Anodos.
- I.- Pureza de las Soluciones

CAPITULO III

CONDICIONES NECESARIAS PARA EL NIQUELADO

Para obtener un Niquelado con las características descritas en el capítulo anterior, es necesario trabajar las cubas electrofíticas dentro de las especificaciones necesarias, para lo cual se detallan las siguientes condiciones para el niquelado en este proceso.

- A.- Concentración de Sulfamato de Níquel
- B.- Concentración de Cloruro de Níquel
- C.- Concentración de Acido Bórico.
- D.- pH de la solución
- E.- Temperatura de los tanques.
- F.- Tensión superficial.
- G.- Densidad de Corrientes.
- H.- Eficiencia de los Anodos.
- I.- Pureza de las Soluciones

J.- Limpieza de Contactos y tanques en general.

A.- Concentración de Sulfamato de Níquel.

La concentración de Sulfamato de Níquel es un factor importante para la rapidez del depósito. La experiencia de trabajo nos ha demostrado que si se mantiene la concentración dentro de sus especificaciones, la solución tenderá a mantenerse constante ó a aumentar la concentración, consumiendo mayor cantidad de níquel en los Anodos. Si la solución se conserva por debajo de estas especificaciones, se consumirá la solución, bajando la concentración, pero sin consumir o consumiendo muy poco los Anodos de Níquel. En esta Industria, como tenemos desperdicio de Níquel de los Estampadores dañados, es preferible mantener nuestras cubas electrolíticas sobre las especificaciones para mayor consumo de nuestros ánodos, los que protejemos con dichos desperdicios.

B.- Concentración de Cloruro de Níquel.

La concentración de Cloruro de Níquel es un factor muy importante puesto que el Níquel de los Anodos es pasivo en presencia de sulfamato. No se comporta así en presencia de iones de cloruro, lo que nos indica la necesidad de adicionar cloruro de Níquel. Esto nos evitará la pasividad descrita anteriormente, así como el desprendimiento de gases originados por la pasividad del Níquel, pues ésta obligaría a los iones sulfamato

a reaccionar con el agua, formando ácido sulfámico desprendiendo oxígeno.

G.- Concentración del Acido Bórico.

Se usa ácido Bórico o cualquier ácido orgánico en la solución de las cubas electrolíticas de níquelado para evitar que el depósito se desprenda en forma de escamas, por la acción del ácido Sulfámico libre en el tanque.

Durante el trabajo no se han encontrado defectos en el depósito, por exceso de ácido bórico, con respecto a las especificaciones en las cubas electrolíticas.

D.- pH en la Solución.

Por efecto del cloruro de Níquel, la solución tiende a subir de pH por lo que se necesita edicionar Acido Sulfámico, o un controlador de pH que se adquiere en el comercio para tal fin.

Cuando el pH llega a subir mucho, el depósito es oscuro o irregular y se desprenden burbujas de hidrógeno, lo que forma vetas mas oscuras

E.- Temperatura de las Cubas Electrofíticas de Níquel.

Es la temperatura de las cubas electrofíticas de Níquel, un factor importante en el proceso, ya que a mayor incremento de temperatura, es mayor la ionización, lográndose mayor velocidad en el depósito.

Si la temperatura llega a bajar el depósito es deficiente y debido a su alta concentración (300 gr/lit) si llega a tomar la temperatura ambiente se cristaliza la solución.

Cuando el pH llega a subir mucho, el depósito es oscuro e irregular y se desprenden burbujas de hidrógeno, lo que forma vetas más oscuras.

F.- Tensión Superficial.

Es muy necesario que la tensión superficial se mantenga dentro de sus especificaciones, para evitar que las burbujas desprendidas en el cátodo queden adheridas al depósito, ocasionando depósitos quebradizos e imperfectos.

Para producir esta tensión se le adiciona al baño soluciones concentradas de jabón que se expenden en el comercio para este fin.

El mejor jabón es el Duponol Dry C que vende la Dupont y es un Sulfato Laurico de Sodio.

G.- Densidad de Corriente.

La intensidad de corriente es el factor más importante en este

tipo de procesos y debe mantenerse siempre dentro de las especificaciones establecidas.

Una alta densidad de corriente produce desprendimiento del depósito, o toma coloraciones pardo negras en los bordes.

Si la densidad de corriente es baja, solo ocasionará depósitos muy lentos

H.- Eficiencia de los ánodos.

Para que el depósito sea del mismo grosor, es necesario que los ánodos estén uniformes o sea que la cantidad de níquel sea la misma en la parte superior que en la inferior, para que la corriente se distribuya uniformemente. Los ánodos son rectangulares.

I.- Partículas en suspensión en las Soluciones.

Para que la solución conserve un grado mínimo de partículas en suspensión se han instalado sistemas de filtración que recogen toda impureza que ocasiona por lo general, diferentes manchas en el depósito.

J.- La limpieza exterior y de los contactos de las cubas electrofíticas es necesaria para:

- 1.- Impedir que caiga suciedad en los tanques
- 2.- Mejor conducción cuando los contactos estén limpios
- 3.- Mejor aspecto de las cubas mismas .

CAPITULO IV

MÉTODOS PARA EL CONTROL DEL NIQUELADO.

Como se dijo en el Capítulo anterior, para el control del Niquelado, es necesario mantener dentro de sus especificaciones la solución y la densidad de corriente en las cubas electrofíticas del Niquelado. Para lo cual se establecerán los siguientes métodos de control.

- A.- Métodos de Control de Níquel Metálico en la solución de las cubas electrofíticas.
- B.- Métodos de Control de Níquel como Cloruro de Níquel.
- C.- Métodos de Control de Níquel como Sulfamato de Níquel.
- D.- Métodos de Control del Ácido Bórico.
- E.- Métodos de Control de pH.
- F.- Métodos de Control de la Tensión Superficial.
- G.- Métodos de Control de la Temperatura.
- H.- Métodos de Control de la Densidad de Corriente.

1.- Métodos de Control de Turbidez de la Solución.

**A.- Métodos de Control de Níquel Metálico en la solución de las -
Cubas Electrolíticas**

Para controlar la concentración de Níquel como níquel metálico, se consideran los siguientes métodos de análisis:

- 1.- Método Volumétrico.
- 2.- Método Gravimétrico.
- 3.- Método Colorimétrico.
- 4.- Método Electrolytico.

1.- METODO VOLUMETRICO (1)

Este método está basado en la precipitación y redisolución de un complejo de Níquel.

Los reactivos para esta determinación son los siguientes:

- a).- Solución 1.0N de Cianuro de Sodio.
- b).- Solución de Ioduro de Potasio, Pirofosfato tetrasódico y Cloruro de Amonio ($KI, Na_4P_2O_7, NH_4Cl$)
- c).- Hidróxido de Amonio concentrado QP de densidad 0.887.

Procedimiento:

- 1.- Se pipetea 5 ml de la muestra en un matraz erlenmeyer de - -
125 ml.
- 2.- Se añaden 25 ml. de la solución de Ioduro de Potasio. Pirofos-
fato tetrasódico y Cloruro de Amonio.
- 3.- Se añaden 4 gotas de Hidróxido de Amonio concentrado.
- 4.- Se titula con solución 1.0 N de Cianuro de Sodio, al princi-
pio se forma un precipitado; se continúa la titulación hasta --
que la solución comience a clarearse.



Según la reacción anterior son necesarios 169 moles de Cianuro de -
Sodio para reaccionar con 231.69 de $\text{Ni}(\text{NH}_3)_6\text{Cl}_2$ en el cual se en-
cuentra el Níquel en un 25.33 %. Como la solución de Cianuro de So-
dio es 1 normal contiene 49 gr. por litro, 6 sea que un ml. contien-
drá 0.049 gr.

$$\begin{array}{r} 169 \text{ ————— } 231.69 \\ 0.049 \text{ ————— } X \\ X = 0.05792 \end{array}$$

Como un mol de $\text{Ni}(\text{NH}_3)_6\text{Cl}_2$ contiene 25.33 % de Níquel

$$\begin{array}{r} 100 \text{ ————— } 25.33 \\ 0.05792 \text{ — } X \\ X = 0.01467 \text{ factor igual a } 0.01467 \end{array}$$

Centímetros gastados por 0.01468 x 200 = g/l. de Níquel Metálico. Como el Cianuro de Sodio no es muy estable a pesar de estar estabilizado con 3.4 g. de Nitrato de Plata formando un complejo que impide la descomposición del Cianuro de Sodio por el medio ambiente.



Se ha preparado una solución de 7.488 g. de Níquel por litro para la cual se necesitaban gastar exactamente 3.0 ml. de solución de Cianuro. En caso de deterioro de la solución, se gastarán menos ó mas de tres cc., pero dividiendo 3 entre los centímetros gastados obtendremos así un factor de corrección, y los cálculos quedarían en esta forma: cc. gastados x factor de corrección x 0.01468 x 200 = g/l. de Níquel Metálico en la solución.

A continuación se dan las tablas de conversión de centímetros cúbicos de Cianuro de Sodio gastados a Níquel Metálico, para los factores de corrección siguientes:

3	cc.	=	1
3.1	"	=	0.9677
2.9	"	=	1.0344
2.8	"	=	0.0714

Tabla de conversión de milímetros pastados a Niquel Metálico cuando el factor de corrección, es igual a 1.

SOL.DE CIANURO DE SODIO	ml	NIQUEL	g/l	SOL.DE CIANURO DE SODIO	ml	NIQUEL	g/l
				32.00	"	79.87	"
				32.2	"	80.37	"
				32.4	"	80.87	"
25.00	"	62.40	"	32.6	"	81.36	"
25.2	"	62.89	"	32.8	"	81.86	"
25.4	"	63.39	"	33.0	"	82.36	"
25.6	"	63.89	"	33.2	"	82.86	"
25.8	"	64.39	"	33.4	"	83.36	"
26.0	"	64.89	"	33.6	"	83.86	"
26.2	"	65.39	"	33.8	"	84.36	"
26.4	"	65.89	"	34.0	"	84.86	"
26.6	"	66.39	"	34.2	"	85.35	"
26.8	"	66.89	"	34.4	"	85.86	"
27.0	"	67.39	"	34.6	"	86.36	"
27.2	"	67.89	"	34.8	"	86.86	"
27.4	"	68.39	"	35.0	"	87.36	"
27.6	"	68.88	"	35.2	"	87.85	"
27.8	"	69.38	"	35.4	"	88.35	"
28.0	"	69.88	"	35.6	"	88.85	"
28.2	"	70.38	"	35.8	"	89.35	"
28.4	"	70.88	"	36.0	"	89.85	"
28.6	"	71.38	"	36.2	"	90.35	"
28.8	"	71.88	"	36.4	"	90.85	"
29.0	"	72.38	"	36.6	"	91.35	"
29.2	"	72.88	"	36.8	"	91.85	"
29.4	"	73.38	"	37.0	"	92.35	"
29.6	"	73.88	"	37.2	"	92.85	"
29.8	"	74.38	"	37.4	"	93.35	"
30.0	"	74.80	"	37.6	"	93.84	"
30.2	"	75.37	"	37.8	"	94.34	"
30.4	"	75.87	"	38.0	"	94.84	"
30.6	"	76.37	"	38.2	"	95.34	"
30.8	"	76.87	"	38.4	"	95.84	"
31.0	"	77.37	"	38.6	"	96.34	"
31.2	"	77.87	"	38.8	"	96.84	"
31.4	"	78.37	"				
31.6	"	78.87	"				
31.8	"	79.37	"				

Tabla de conversión directa de mililitros gastados a Níquel Metálico, cuando el factor de corrección es .9677

SOLDE CIANURO DE SODIO	ml	NIQUEL	g/l	SOLDE CIANURO DE SODIO	ml	NIQUEL	g/l
25.0	"	60.38	"	33.8	"	81.64	"
25.2	"	60.87	"	34.0	"	82.12	"
25.4	"	61.35	"	34.2	"	82.60	"
25.6	"	61.83	"	34.4	"	83.09	"
25.8	"	62.31	"	34.6	"	83.57	"
26.0	"	62.80	"	34.8	"	84.05	"
26.2	"	63.28	"	35.0	"	84.54	"
26.4	"	63.76	"	35.2	"	85.02	"
26.6	"	64.25	"	35.4	"	85.50	"
26.8	"	64.73	"	35.6	"	85.99	"
27.0	"	65.21	"	35.8	"	86.47	"
27.2	"	65.70	"	36.0	"	86.95	"
27.4	"	66.18	"	36.2	"	87.44	"
27.6	"	66.66	"	36.4	"	87.92	"
27.8	"	67.15	"	36.6	"	88.40	"
28.0	"	67.63	"	36.8	"	88.88	"
28.2	"	68.11	"	37.0	"	89.37	"
28.4	"	68.59	"	37.2	"	89.85	"
28.6	"	69.08	"	37.4	"	90.33	"
28.8	"	69.56	"	37.6	"	90.82	"
29.0	"	70.04	"	37.8	"	91.30	"
29.2	"	70.53	"	38.0	"	91.78	"
29.4	"	71.01	"	38.2	"	92.27	"
29.6	"	71.49	"	38.4	"	92.75	"
29.8	"	71.98	"	38.6	"	93.23	"
30.0	"	72.46	"	38.8	"	93.72	"
30.2	"	72.94	"	39.0	"	94.20	"
30.4	"	73.43	"	39.2	"	94.68	"
30.6	"	73.91	"	39.4	"	95.17	"
30.8	"	74.39	"	39.6	"	95.65	"
31.0	"	74.87	"	39.8	"	96.13	"
31.2	"	75.36	"	40.0	"	96.61	"
31.4	"	75.84	"	40.2	"	97.10	"
31.6	"	76.32	"	40.4	"	97.58	"
31.8	"	76.81	"	40.6	"	98.06	"
32.0	"	77.29	"	40.8	"	98.55	"
32.2	"	77.79	"	41.0	"	99.03	"
32.4	"	78.26	"	41.2	"	99.51	"
32.6	"	78.74	"	41.4	"	100.00	"
32.8	"	79.22	"	41.6	"	100.48	"
33.0	"	79.71	"	41.8	"	100.96	"
33.2	"	80.19	"	42.0	"	101.45	"
33.4	"	80.67	"				
33.6	"	81.16	"				

Tabla de conversión de mililitros gastados a Níquel Metálico cuando el factor de corrección es igual a 1.0344.

SOL. DE CIANURO DE SODIO	ml	NÍQUEL	g/l	SOL. DE CIANURO DE SODIO	ml	NÍQUEL	g/l
25.0	"	64.54	"	32.6	"	84.16	"
25.2	"	65.06	"	32.8	"	84.68	"
25.4	"	65.57	"	33.0	"	85.20	"
25.6	"	66.09	"	33.2	"	85.71	"
25.8	"	66.61	"	33.4	"	86.23	"
26.0	"	67.12	"	33.6	"	86.75	"
26.2	"	67.64	"	33.8	"	87.26	"
26.4	"	68.16	"	34.0	"	87.78	"
26.6	"	68.67	"	34.2	"	88.29	"
26.8	"	69.14	"	34.4	"	88.81	"
27.0	"	69.71	"	34.6	"	89.33	"
27.2	"	70.22	"	34.8	"	89.84	"
27.4	"	70.74	"	35.0	"	90.36	"
27.6	"	71.25	"	35.2	"	90.88	"
27.8	"	71.77	"	35.4	"	91.34	"
28.0	"	72.29	"	35.6	"	91.91	"
28.2	"	72.80	"	35.8	"	92.43	"
28.4	"	73.32	"	36.0	"	92.94	"
28.6	"	73.84	"	36.2	"	93.46	"
28.8	"	74.35	"	36.4	"	93.97	"
29.0	"	74.87	"	36.6	"	94.44	"
29.2	"	75.39	"	36.8	"	95.01	"
29.4	"	75.90	"	37.0	"	95.52	"
29.6	"	76.42	"	37.2	"	96.04	"
29.8	"	76.93	"	37.4	"	96.56	"
30.0	"	77.95	"	37.6	"	97.07	"
30.2	"	77.97	"	37.8	"	97.59	"
30.4	"	78.48	"	38.0	"	98.11	"
30.6	"	79.00	"	38.2	"	98.62	"
30.8	"	79.52	"	38.4	"	99.14	"
31.0	"	80.00	"	38.6	"	99.65	"
31.2	"	80.55	"	38.8	"	100.17	"
31.4	"	81.07	"	39.0	"	100.69	"
31.6	"	81.58	"				
31.8	"	82.10	"				
32.0	"	82.61	"				
32.2	"	83.13	"				
32.4	"	83.65	"				

Tabla de conversión de milímetros gastados a Níquel Metálico,
siendo el factor de corrección igual a 1.0714.

SOL. DE CIANURO DE SODIO	mi	NIQUEL	g/l	SOL. DE CIANURO DE SODIO	mi	NIQUEL	g/l
25.0	"	66.85	"	31.8	"	85.04	"
25.2	"	67.39	"	32.0	"	85.57	"
25.4	"	67.92	"	32.2	"	86.11	"
25.6	"	68.46	"	32.4	"	86.64	"
25.8	"	68.99	"	32.6	"	87.18	"
26.0	"	69.53	"	32.8	"	87.71	"
26.2	"	70.06	"	33.0	"	88.25	"
26.4	"	70.60	"	33.2	"	88.78	"
26.6	"	71.13	"	33.4	"	89.32	"
26.8	"	71.62	"	33.6	"	89.85	"
27.0	"	72.20	"	33.8	"	90.39	"
27.2	"	72.74	"	34.0	"	90.92	"
27.4	"	73.27	"	34.2	"	91.46	"
27.6	"	73.81	"	34.4	"	91.99	"
27.8	"	74.34	"	34.6	"	92.53	"
28.0	"	74.87	"	34.8	"	93.06	"
28.2	"	75.41	"	35.0	"	93.59	"
28.4	"	75.94	"	35.2	"	94.13	"
28.6	"	76.48	"	35.4	"	94.66	"
28.8	"	77.01	"	35.6	"	95.20	"
29.0	"	77.55	"	35.8	"	95.73	"
29.2	"	78.08	"	36.0	"	96.27	"
29.4	"	78.62	"	36.2	"	96.80	"
29.6	"	79.15	"	36.4	"	97.34	"
29.8	"	79.69	"	36.6	"	97.87	"
30.0	"	80.22	"	36.8	"	98.41	"
30.2	"	80.70	"	37.0	"	98.94	"
30.4	"	81.29	"	37.2	"	99.48	"
30.6	"	81.83	"	37.4	"	100.01	"
30.8	"	82.36	"	37.6	"	100.55	"
31.0	"	82.90	"	37.8	"	101.08	"
32.2	"	83.43	"	38.0	"	101.62	"
31.4	"	83.97	"	38.2	"	102.15	"
31.6	"	84.50	"	38.4	"	102.69	"

Las soluciones usadas se preparan en la siguiente forma:

Solución de Ioduro de Potasio.

A un litro de agua debe adicionarse 150 g. de Pirofosfato tetrasódico, 150 g. de Cloruro de Amonio y 6 g. de Ioduro de Potasio.

La solución 1.0 N de Cianuro de Sodio se prepara añadiendo 49 g. -- de Cianuro de Sodio y 3.4 g. de Nitrato de plata a un litro de -- agua.

2.- METODOS GRAVIMÉTRICOS.

El Níquel se puede determinar gravimétricamente por dos métodos:

- a).- Determinación gravimétrica como óxido $\text{NiO}^{(2)}$
- b).- Determinación gravimétrica como níquel diacetilgloxima (2)
 $\text{Ni}(\text{C}_4\text{H}_7\text{O}_2\text{N}_2)_2$

a).- Determinación de Níquel como Óxido.

- 1.- Se toman 5 ml de la muestra y se llevan a 100 cc.
- 2.- Se calientan a ebullición
- 3.- Se adicionan 5 ml de Agua de Bromo, Hidróxido de Potasio para precipitar el hidróxido níquelico, más un pequeño -- exceso.
- 4.- Se lava repetidas veces el recipiente, por decantación -- con agua caliente.
- 5.- Se filtra en un crisol de Gooch.

6.- 9. calcina dentro de otro crisol menor con un mechero - -
Bunsen.

El residuo es NiO

$$\text{El factor debe ser } \frac{\text{Ni}}{\text{NiO}} = \frac{58.59}{74.69} = .7858$$

Cálculos.- Se multiplican el peso de óxido de níquel en gramos por el factor, para tener gramos de níquel.

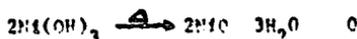
La cantidad obtenida son los gramos de níquel metálico en 5 ml, se multiplican por 200 y se obtendrán los gramos de níquel metálico - por litro. Simplificando, si se multiplica, el peso del precipita- do por 157.16 obtendremos los gramos de níquel metálico por litro.

Notas: el agua del filtrado no debe dar reacción alcalina y en caso de que así sea deben continuarse los lavados.

La oxidación de las sales níquelosas a níquelicas por medio del - - bromo se verifica de acuerdo con las siguientes reacciones en las - que se forma hipobromito de potasio que es el que actúa como oxi- dante.



El hidróxido formado por calcinación se descompone en óxido, agua y oxígeno .



b).- Determinación de Níquel como Níquel Dimetilgloxima.

- 1.- Se toma 1 ml de la muestra y se lleva a 100 ml.
- 2.- Se toma una alícuota de 25 ml y se lleva a 150 ml.
- 3.- Se neutraliza con hidróxido de sodio.
- 4.- Se le añaden de 3 a 5 ml. de ácido clorhídrico 1:1 y se calienta a ebullición.
- 5.- En caliente se trata con 25 ml de una solución alcohólica de dimetilgloxima al 1%.
- 6.- Luego se adiciona gota a gota una solución diluida de hidróxido de amonio y agitando continuamente hasta que se produzca un precipitado rojo de níquel dimetilgloxima.
- 7.- Se agregan unos mililitros del reactivo para asegurarse que la precipitación fué completa.
- 8.- Se deja reposar durante una hora a R. H.
- 9.- Se filtra en crisol de Gooch y se lava con agua caliente, hasta que el filtrado no da reacción de cloruros.
- 10.- Se seca a 110-120°C durante una hora hasta peso constante y se pesa

$$\text{Factor} = \frac{\text{Ni}}{\text{Ni}(\text{C}_4\text{H}_7\text{O}_2\text{N}_2)_2} = 0.20324$$

Cálculos: Se multiplica el factor por el peso del precipitado por ml, y así obtendrán el peso de níquel en la alícuota se multiplica por 4 y obtendremos los gramos por litro de Níquel.

Para formar la curva de concentración contra lectura se usaron las muestras de concentración ascendente descritas anteriormente, obteniéndose la gráfica No. 1.

CONCENTRACION DE NIQUEL	LECTURA	CONCENTRACION DE NIQUEL	LECTURA
10%	71	80 %	9.5
20%	54	90 %	7.1
30%	39	100 %	5.5
40%	27	110 %	4.5
50%	21	120 %	3.2
60%	15.5	130 %	2.8
70%	12.2	140 %	2.2
		150 %	1.5

Para comprobar la concentración de una muestra del tanque de Niquelado, se introduce en el fotocolorímetro una celda con agua destilada y se afora en el indicador a 100, se coloca de inmediato la celda con la solución problema y se toma esta lectura, se lleva a la gráfica en vertical con la intensidad, hasta coincidir con la curva y de ahí se lleva en horizontal a la concentración. (Ver Gráficas # 1 y 2).

4.- METODO ELECTROQUIMICO. (3)

Para efectuar esta determinación se usó el electroanalizador marca Fisher.

Mediante el electroanalizador tenemos una salida de corriente di-

recta de 0. a 10 v. y de 0. a 5 Amp.

El cátodo es rotativo para eliminar burbujas formadas. El ánodo -- que por lo general es de platino, en este caso se usó de níquel ya que el depósito de níquel es difícil de separar cuando se adhiere al platino y se corre el riesgo de deteriorarlo.

Método de Operación:

- a).- Se colocan en el recipiente del electroanalizador 10 ml. de la muestra.
- b).- Se agrega agua destilada hasta cubrir el ánodo y el cátodo, el cual fué previamente lavado con alcohol y pesado.
- c).- Se hace funcionar el rotor del ánodo.
- d).- Se hace circular la corriente a 5 volts y 1.5 amp. por 2.5 cm^2 . hasta desaparición del color verde y reacción negativa con el amoníaco.

Se usa esta densidad de corriente para lograr la mayor velocidad del depósito. No se usa mayor densidad debido a que la solución contiene jabón y se produciría demasiada burbuja que podría derramar la solución.

- e).- Sin suspender la corriente se retira la solución, lavando el --- cátodo con agua destilada y luego con alcohol; se seca con aire y se pesa. Si se suspendiera la corriente podría haber una redissolución del níquel por el Acido Clorhídrico presente y tendríamos posibilidad de error. Es secado con alcohol por su fácil volatilización y no deja residuos que pueden falsear los resultados.

f).- La diferencia en peso se multiplica por 100 y obtendremos los gramos por litro de Niquel Metálico.

B.- Métodos de Control de Niquel como Cloruro de Niquel (?)

Para controlar la concentración de Niquel como Cloruro de Niquel, se consideran los siguientes métodos de análisis.

1.- Método Volumétrico.

2.- Método Gravimétrico.

1.- Método Volumétrico de Mohr.

Este método está basado en la precipitación de cloruros -- como Cloruro de Plata, usando como indicador de la reacción, Cromato de Sodio.

7

Los reactivos para esta determinación son los siguientes:

1.- Nitrato de Plata 0.1 Normal

2.- Cromato de Sodio al 2%

Procedimiento:

1.- Se pipetea 5 ml. de la muestra en un matraz Erlenmeyer de 125 ml.

2.- Se añaden 25 ml. de agua destilada y 5 ml. de Cromato -- de Potasio.

3.- Se titula con nitrato de plata 0.1 normal hasta formación de un precipitado rojo.



Según la reacción anterior se necesitan 291.60 moles de -- AgNO_3 para reaccionar con 129.60 moles de NiCl_2 como un -- mililitro de solución 0.1 N de Nitrato de Plata contiene --

$$\begin{array}{r}
 0.0164 \text{ gr. de } \text{AgNO}_3 \\
 291.60 \qquad \qquad 129.69 \\
 0.0164 \qquad \qquad \times \\
 \hline
 \times = .00755
 \end{array}$$

El NiCl_2 contiene 129.69 de los cuales 71 son Ion Cloruro

$$\begin{array}{r}
 129.69 \qquad \qquad 71 \\
 0.00755 \qquad \qquad \times \\
 \hline
 \times = 0.003546
 \end{array}$$

Cálculos: Los mililitros gastados se multiplican por --
 0.003546, esto por 200 y obtendremos los gramos de Cloruro
 por litro, multiplicados por 3.6552 obtendremos gramos por
 litro de Cloruro de Níquel. Para obtener la cantidad de --
 Níquel Metálico como Cloruro de Níquel se multiplica la --
 cantidad de Cloruro de Níquel por 0.22642.

A continuación se dan las tablas de transformación de cen-
 tímetros gastados a Cloruro de Níquel y a Níquel Metálico
 como Cloruro.

Milímetros de Nitrato de -- Plata	Gramos por litro de Cloruro de -- Níquel.	Níquel corres-- pondiente
3.0	7.777	1.760
3.1	8.036	1.819
3.2	8.295	1.878
3.3	8.554	1.936
3.4	8.813	1.995

Millímetros de Nitrato de -- Plata	Gramos por litro de Cloruro de -- Níquel	Níquel correspondiente
3.5	9.073	2.054
3.6	9.332	2.112
3.7	9.591	2.171
3.8	9.850	2.229
3.9	10.110	2.288
4.0	10.369	2.347
4.1	10.629	2.405
4.2	10.887	2.464
4.3	11.147	2.522
4.4	11.406	2.581
4.5	11.655	2.640
4.6	11.924	2.699
4.7	12.183	2.757
4.8	12.443	2.816
4.9	12.702	2.875
5.0	12.961	2.933
5.1	13.220	2.992
5.2	13.490	3.050
5.3	13.739	3.109
5.4	13.998	3.168
5.5	14.257	3.226
5.6	14.517	3.285
5.7	14.776	3.344
5.8	15.035	3.402
5.9	15.035	3.461
6.0	15.554	3.500
6.1	15.913	3.578
6.2	16.072	3.637
6.3	16.331	3.695
6.4	16.590	3.754
6.5	16.850	3.813
6.6	17.107	3.871
6.7	17.368	3.930
6.8	17.627	3.989
6.9	17.882	4.047
7.0	18.146	4.106
7.1	18.409	4.165
7.2	18.664	4.223
7.3	18.924	4.282
7.4	19.183	4.341

2.- Método Gravimétrico (2)

Esta determinación está basada en la precipitación del Cloruro como Cloruro de Plata.

Procedimiento:

- 1.- Se pipetea 10 ml en un vaso de precipitados de 100 cc.
- 2.- Se adicionan 50 ml. de agua destilada.
- 3.- Se agregan unas gotas de Acido Nítrico 1:10
- 4.- Se calienta sin llegar a ebullición y se precipita agregando gota a gota Nitrato de Plata al 10%. Agitando continuamente hasta que el precipitado se conglomerare y el líquido se aclare.
- 5.- Se dejan resbalar unas gotas de Nitrato de Plata por la pared del vaso para verificar si la precipitación fué completa, en caso de enturbiamiento, se continúa adicionando el Nitrato de Plata.
- 6.- Se deja reposar durante una hora en un lugar obscuro.
- 7.- Se filtra en crisol de Gooch y se lava con agua que contenga unas gotas de Acido Nítrico diluido.
- 8.- Se seca en la estufa a 130° C hasta peso constante.

Cálculos: El peso obtenido se multiplica por el factor 0.2474 x 100 y obtendremos los gramos de cloruro por litro, éstos a su vez multiplicados por 3.6552 y se obtienen los gramos de cloruro de Níquel por litro.

Simplificando se multiplica el peso obtenido por 90.479 se obtendrán los gramos por litro de Cloruro de Níquel.



C.- Método de Control de Níquel como Sulfamato de Níquel.

En la solución de los tanques de Niquelado el Níquel presente se encuentra como Sulfamato y como Cloruro.

En el Inciso II se determinó el Níquel Metálico como Cloruro, si restamos éste del total de Níquel Metálico en la solución, encontraremos el Níquel Metálico como Sulfamato, multiplicando éste por 4.274 que es el factor resultante de - - - - -

$$\frac{\text{Ni(Ni}_2\text{SO}_3)}{\text{Ni}} = \frac{250.870}{58.69} = 4.274$$

Obtendremos así la concentración de sulfamato de Níquel.

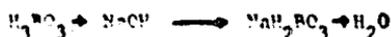
D.- Métodos de Control de Acido Bórico (4)

Sabiendo que el pH se encuentra entre 3 y 4.5 para controlar el ácido bórico usaremos el método volumétrico basado en la formación de un complejo con el manitol o glicerol, ya que el ácido bórico es un ácido muy débil y no reacciona con la sosa. Con la formación de este complejo se forma un ácido derivado de manitol o glicerol, el cual si reacciona con la sosa permitiendo la determinación del ácido bórico.

Procedimiento:

- 1.- Se toman 2 ml. de la muestra en un vaso de precipitados de 50 ml.
- 2.- Se agregan 10 cc. de manitol
- 3.- Se añade un ml de Bromocresol púrpura al.004 %

4.- Se titula con 0.1 de NaOH hasta que el color amarillo --
vire a azul.



Según la reacción anterior el Acido Bórico necesita 40 moles
de NaOH para reaccionar ó sea :

$$40 \text{ ————— } 6.82$$

$$.004 \text{ ————— } x$$

$$x = 0.006182$$

Como se toman 2 ml. de muestra se multiplica por 500, ó sea --
que el factor es igual a 3.1

Cálculos: Sabemos que 1 ml. equivale a 3.1 g/l de Acido Bórico.
Se multiplican los centímetros gastados por 3.1 y nos darán --
los gramos por litro de Acido Bórico.

Tabla de conversión de centímetros cúbicos gastados a gramos --
por litro de Acido Bórico dentro del rango más frecuente en éste
método de control.

ml.	g/l	ml.	g/l
9.0	27.90	9.5	29.45
9.1	28.21	9.6	29.76
9.2	28.52	9.7	30.07
9.3	28.83	9.8	30.38
9.4	29.14	9.9	30.69

ml	g/l	ml.	g/l
10.0	31.00	13.6	42.16
10.1	31.31	13.7	42.47
10.2	31.62	13.8	42.78
10.3	31.93	13.9	43.09
10.4	32.24	14.0	43.40
10.5	32.55	14.1	43.71
10.6	32.86	14.2	44.02
10.7	33.17	14.3	44.33
10.8	33.48	14.4	44.64
10.9	33.79	14.5	44.95
11.0	34.10	14.6	45.26
11.1	34.41	14.7	45.57
11.2	34.72	14.8	45.88
11.3	35.03	14.9	46.19
11.4	35.34	15.0	46.50
11.5	35.65	15.1	46.81
11.6	35.96	15.2	47.02
11.7	36.27	15.3	47.43
11.8	36.58	15.4	47.74
11.9	36.89	15.5	48.05
12.0	37.20	15.6	48.35
12.1	37.51	15.7	48.67
12.2	37.82	15.8	48.98
12.3	38.13	15.9	49.29
12.4	38.44	16.0	49.60
12.5	38.75	16.1	49.91
12.6	39.06	16.2	50.22
12.7	39.37	16.3	50.53
12.8	39.68	16.4	50.84
12.9	39.99	16.5	51.15
13.0	40.30	16.6	51.36
13.1	40.61	16.7	51.77
13.2	40.92	16.8	52.08
13.3	41.23	16.9	52.39
13.4	41.54	17.0	52.70
13.5	41.85	17.1	53.01

E.- Métodos de Control del pH

Para controlar el pH de las soluciones, se usa diariamente el papel universal, para conocer si las cubas electrólíticas se -

encuentran entre 3 y 4, en caso de variaciones es necesario --
usar un medidor de pH. Para esta determinación se usa un medi-
dor de pH Beckman Portátil, el cual se ajusta a 4 con una solu-
ción amortiguadora, luego se ajusta a la temperatura del tanque
y se toma el pH.

9.- Métodos de Control de la Tensión Superficial (5)

Para controlar la tensión superficial, se consideran los si-
guientes métodos:

1.- Método de Tensiómetro de Du Noüy

2.- Método del Escalacómetro.

1.- Método de Tensiómetro de Du Noüy

Para este método se usa el Tensiómetro de Du Noüy que es --
una balanza de tensión a lo largo de la cual está sujeto un
alambre de acero del que pende en su centro del brazo de la
balanza. El alambre está fijo en la parte posterior y en el
frente está sujeto a un disco graduado de dinas el que puede
girar libremente, hacia ambos lados, tiene junto al disco --
un vernier, el cual es movable para calibración de la balan-
za.

El brazo de la balanza tiene un pequeño fiel que se mueve --
dentro de un pequeño cristal que tiene una línea al centro.

Bajo el brazo de la balanza tiene una plataforma, la cual se
puede subir o bajar mediante un tornillo movido por un disco
que se encuentra en la parte inferior de la plataforma.

Tiene además la balanza un pequeño anillo de platino con unos pequeños tirantes con los cuales se puede colgar del brazo de la balanza.

Procedimiento:

- 1.- Se coloca el anillo en el brazo de la balanza
- 2.- Se coloca la muestra en el vaso que trae la balanza -- para tal propósito, se pone en la plataforma que está bajo el brazo de la balanza y se sube con el tornillo, de manera que el anillo quede sumergido 0.5 cms. dentro de la solución.
- 3.- Se aflojan los sujetadores del brazo.
- 4.- Dando la vuelta al disco que sujeta el alambre se coloca el fiel al mismo nivel de la raya horizontal y se mueve el vernier a cero.
- 5.- Se baja lentamente la plataforma hasta que el anillo -- toque la superficie, entonces el fiel se desajustará, -- se nivela dando más torción mediante el disco. Se continúa bajando y manteniendo nivel, mediante el disco, -- hasta que se rompa el equilibrio y se toma la lectura -- en el disco, la cual es dada directamente en din/cm .

2.- Método de Estalacómetro.

El Estalacómetro es un aparato que permite fraccionar en gotas un volumen determinado de líquido, el cual fluye a través de un capilar que regula la velocidad de salida. Este método está basado, en que cuando la gota aumenta de tamaño, el peso crece con el volumen y al exceder a la fuer

es que realiza la tensión superficial en sentido contrario, la gota cae.

Si tomamos agua destilada cuya tensión superficial es de - - 73.75 din/cm. y contamos las gotas de agua y repitiendo la - operación con solución por comprobar, mediante el siguiente cálculo, se obtendrá la tensión superficial.

$$\frac{\text{Gotas de agua}}{\text{Gotas de Solución}} \times 73.75 = \text{Tensión Sup. en Din/cm.}$$

A continuación se da una tabla de conversión de gotas de solución a Din/cm. con el Estalacómetro usado en laboratorio de - 35.7 gotas por 5 ml. de agua a 25 grados C.

Transformación de gotas a Din/cm. en el Estalacómetro

60 g	43.88 Din/cm.	72 g	36.56 Din/cm
61 "	43.16 "	73 "	36.06 "
62 "	42.46 "	74 "	35.57 "
63 "	41.79 "	75 "	35.10 "
64 "	41.13 "	76 "	34.64 "
65 "	40.50 "	77 "	34.19 "
66 "	39.89 "	78 "	33.75 "
67 "	39.29 "	79 "	33.32 "
68 "	38.71 "	80 "	32.91 "
69 "	38.15 "	81 "	32.50 "
70 "	37.61 "	82 "	32.10 "
71 "	37.01 "	83 "	31.72 "
		84 "	31.74 "
		85 "	30.97 "
		86 "	30.61 "

87 g	30.26 Din/cm.	99 g	26.39 Din/cm.
88 "	29.91 "	100 "	26.32 "
89 "	29.58 "	101 "	26.06 "
90 "	29.25 "	102 "	25.81 "
91 "	28.93 "	103 "	25.56 "
92 "	28.61 "	104 "	25.31 "
93 "	28.31 "	105 "	25.07 "
94 "	28.00 "	106 "	24.83 "
95 "	27.71 "	107 "	24.60 "
96 "	27.42 "	108 "	24.37 "
97 "	27.14 "	109 "	24.15 "
98 "	26.85 "	110 "	23.93 "
		111 "	23.71 "
		112 "	23.50 "

G.- Métodos de Control de Temperatura.

Para controlar la temperatura de las cubas electrofíticas, existe un termostato, el cual controla automáticamente la temperatura, manteniendola dentro de las especificaciones normales de 50 a 55° C.

El calentamiento de las cubas electrofíticas se verifica mediante resistencias eléctricas introducidas dentro de los tubos de cuarzo. El termostato funciona interrumpiendo la corriente eléctrica cuando la temperatura llega a su máximo y cerrando el circuito cuando baja del límite normal.

Para comprobar el funcionamiento de los termostatos, diariamente se toma la temperatura de los tanques, mediante un termómetro.

H.- Método de Control de Densidad de Corriente.

Para controlar la densidad de corriente, se usa un amperímetro, el cual nos dará densidad de corriente que circula por el molde, cuya superficie es constante (993.4 cm²). Basados en la siguiente tabla se sabe según la densidad de corriente, el tiempo que debe permanecer los moldes para obtener un grueso y pe

so normales y dentro de las especificaciones requeridas para el proceso del disco.

Amperes	Horas en el tanque
23	5:00
24	4:50
25	4:40
26	4:30
27	4:25
28	4:20
29	4:18
30-31	4:10-15
32-33	4:05-10
34-35	4:00-4.05
36-38	3:55-4.00
39-40	3:50-3.55
41-43	3:45-3.50
44-45	3:40-3.45
46-47	3:35-3.40
48-49	3:30-3.35
50-51	3:25-3.30
52-54	3:20-3.25
55-58	3:15-3.20

I.- Métodos de Control de Filtración de la Solución

La solución de los tanques de Níquel, está en filtración - constante, algunas veces por endurecimiento del elemento - filtrante esta llega a ser deficiente.

Para controlar la pureza de la solución, o la eficiencia de la filtración, se usan los siguientes métodos:

- 1.- Transparencia de la solución
- 2.- Pureza del depósito.

- 1.- Transparencia de la solución.- Para verificar la transparencia de la solución, basta con tomar en un vaso de precipitados de 100 ml. una muestra de la solución y --observarla a tras luz, si hay materia en suspensión, indicará que la filtración es nula .

- 2.- Pureza del depósito.- Para verificar la pureza del depósito, se introduce en el tanque un molde de 34.56 cm. de --diámetro durante 1/2 hora a 30 amperes, Se separa el depó--lito y se observa a tras luz, donde se depositaron impu--rezas, se observarán puntos de luz. En caso de que se ob--serven más de cinco puntos, indicará que la filtración es deficiente.

CAPITULO V

CONCLUSIONES.

En este Capitulo se evaluarán los métodos de control de niquelado en el proceso del disco, descritos en el capítulo anterior, según las necesidades de este proceso y tomando en cuenta las siguientes consideraciones:

- A.- Horas hombre por análisis
- B.- Frecuencia del análisis.
- C.- Precisión de los métodos
- D.- Costo de los mismos

A.- Horas hombre por análisis

Siendo tres las cubas electrolíticas de niquelado con las que cuentan las empresas disqueras en México, no justifican la necesidad de tener un analista de planta, lo cual implica que estos análisis sean realizados por el Jefe del Departamento respectivo, siendo las obligaciones que exige este Departamento muy variadas, los análisis deben tomarle el menor tiempo posible.

B.- Frecuencia de Análisis.

La frecuencia de los análisis es un factor que afecta directamente al tiempo hombre por análisis, así como al costo, --- pues a mayor frecuencia de análisis la amortización del costo por método se llevará a cabo en un plazo menor.

C.- Precisión de los Métodos.

Las especificaciones actuales de trabajo en las cubas electrolíticas tienen un límite bastante amplio, lo cual permite un márgen de error hasta del 3%. Para determinar el porcentaje de error en los diferentes métodos, se usaron soluciones-- valoradas preparadas para tal fin.

D.- Costo de los Métodos de Control.

Las cubas electrolíticas, aunque exigen un control continuo, no llega éste a más de 1 ó 2 análisis por día; ésto no justifica una fuerte inversión en equipo para análisis, ya que su costo sería amortizado en un plazo demasiado largo.

Basados en estas cuatro consideraciones se elaboraron los siguientes cuadros comparativos de métodos de control.

<u>CONTROL DE NIOHEL METALICO</u>				
<u>M E T O D O</u>	<u>HORAS HOMBRE</u>	<u>% ERROR</u>	<u>C O S T O</u>	<u>FRECUE- NCIA POR MES</u>
VOLUMETRICO	0:15	0.75	\$ 325.00	20
GRAVIMETRICO OXIDO	1:19	0.06	\$ 485.00	20

CONTROL DE NIQUEL METALICO

<u>M E T O D O</u>	<u>HORAS HOMBRE</u>	<u>% ERROR</u>	<u>C O S T O</u>	<u>FRECUENCIA POR MES</u>
GRAVIMETRICO METAL	2:42	0.09	\$ 1,730.00	20
COLORIMETRICO VISUAL	0:03	6.25	90.00	20
FOTO COLORIME- TRICO	0:04	1.30	5,690.00	20
ELECTROLITI -- CO	0:45	2.10	3,800.00	20

CONTROL DE CLORURO DE NIQUEL

<u>M E T O D O</u>	<u>HORAS HOMBRE</u>	<u>% ERROR</u>	<u>C O S T O</u>	<u>FRECUENCIA POR MES</u>
VOLUMETRICO	0:13	0.9	\$ 275.00	20
GRAVIMETRICO	2:13	0.12	1,730.00	20

CONTROL DE pH

PAPEL UNIVERSAL	0:01	15.	12.00	40
POTENCIOMETRO	0:01	0.09	7,500.00	40

CONTROL DE TENSION SUPERFICIAL

TENSIONMETRO DU NOVY	0:03	0.4	9,800.00	8
ESTALACIONMETRO	0:04	1.0	206.00	8

En el cuadro de Control de Níquel Metálico, el método más conveniente según las condiciones ya descritas, es el método volumétrico por ser el de menor costo y relativamente con menor porcentaje de error y su análisis toma poco tiempo.

En el cuadro de Control de Cloruro de Níquel, el método más conveniente es el volumétrico por su corto tiempo de análisis, su bajo costo y el porcentaje de error es aceptable.

En el cuadro de Control de pH, el método más conveniente es el medidor de pH por su exactitud que es muy necesaria para el correcto funcionamiento de las cubas electrolíticas.

En el cuadro de Tensión Superficial, se prefiere el método del estalagmómetro por su bajo costo.

Resumiendo: Para el control químico del níquelado en el proceso del disco, se usen los siguientes métodos:

- A.- Para el control de concentración de níquel total debe usarse el método volumétrico descrito en el número A-1 del Capítulo IV.
- B.- Para el control de concentración de níquel como cloruro, debe usarse el método volumétrico de Mohr descrito en el número B-1 del Capítulo IV.
- C.- Para determinación de níquel como sulfamato, se usarán los cálculos descritos en la letra C del Capítulo IV.

D.- Para determinación de concentración de ácido bórico, se usará el método descrito en la letra D del Capítulo anterior.

E.- Para la determinación del pH se usará el método descrito en la letra E del Capítulo IV.

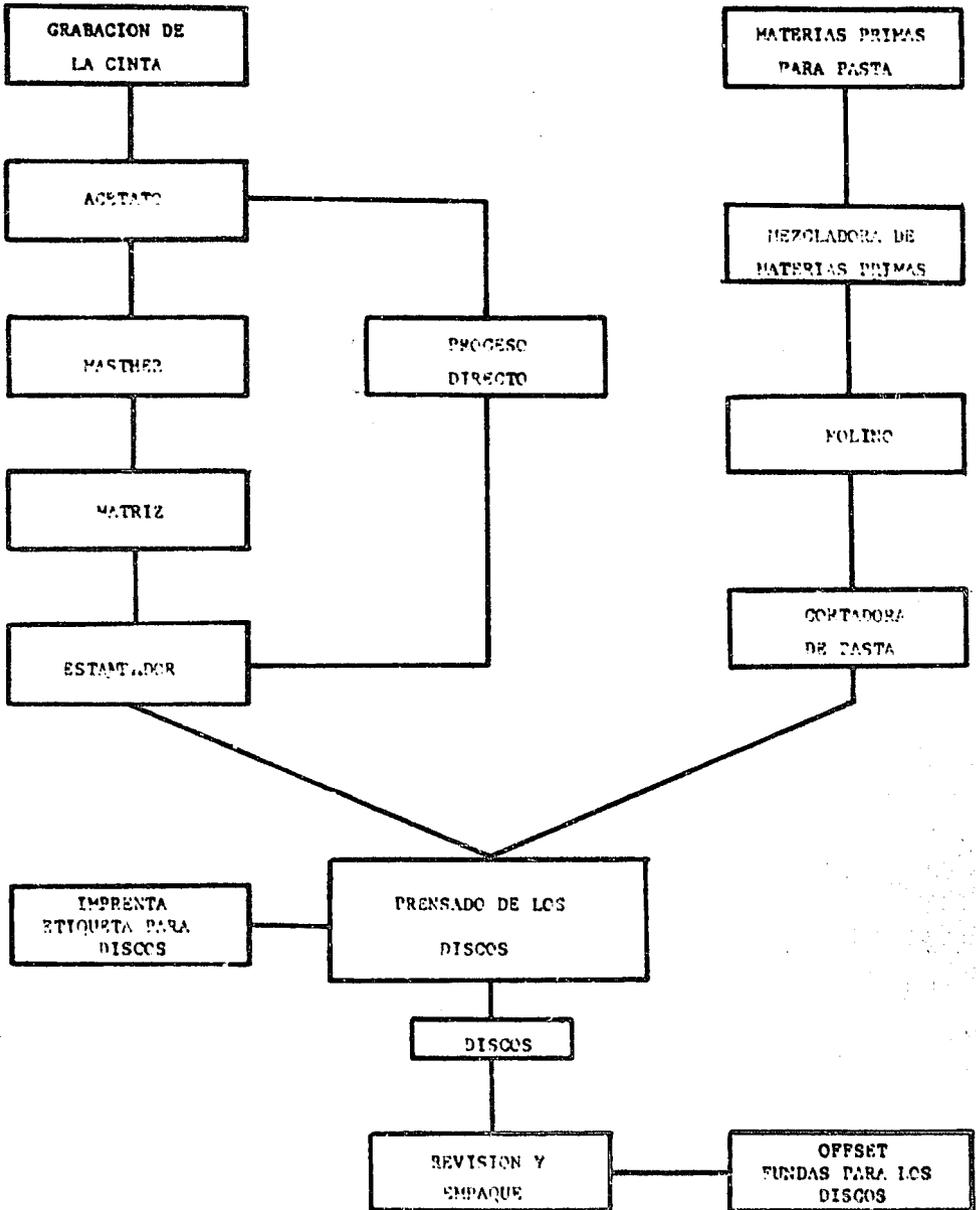
F.- Para determinación de la tensión superficial, usaremos el método descrito en el número F-2 del Capítulo IV.

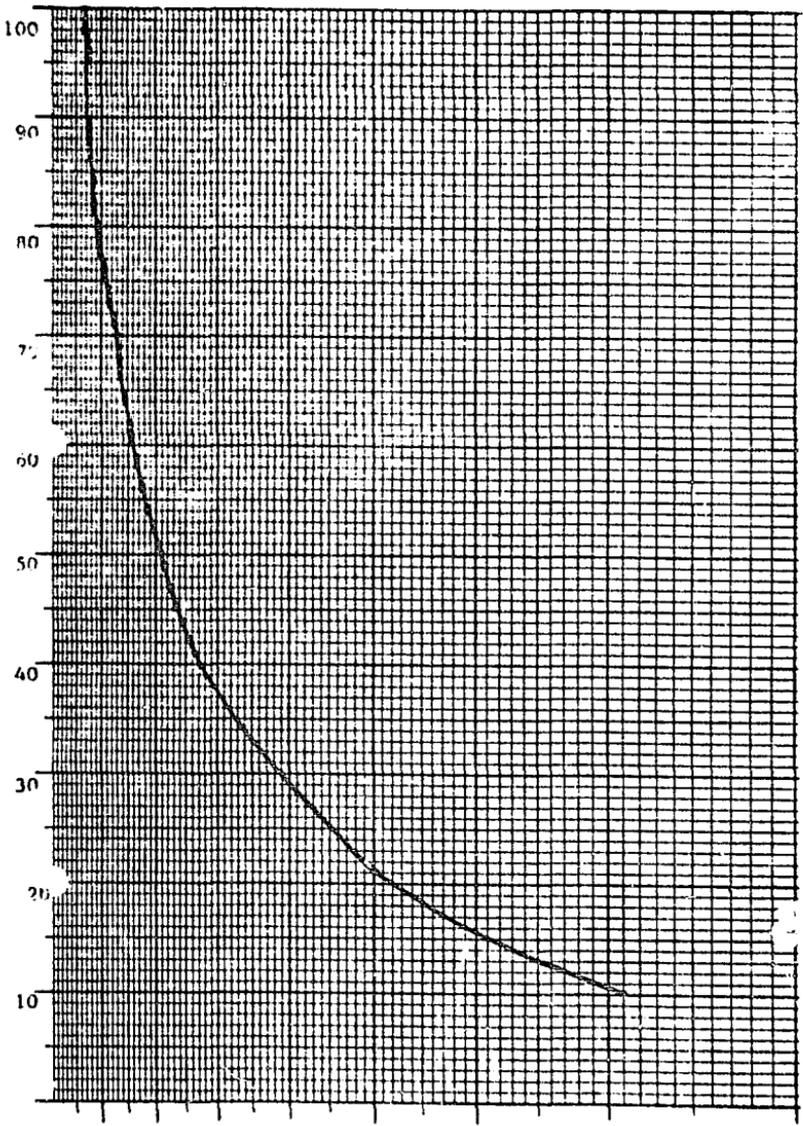
G.- Para el control de Densidad de corriente, temperatura y pureza se usarán los métodos descritos en las letras G y H del Capítulo IV.

(Ver Foto No. 13 Laboratorio de Control)

DIAGRAMA # 1

PROCESO DE FABRICACION DE DISCOS FONOGRAFICOS



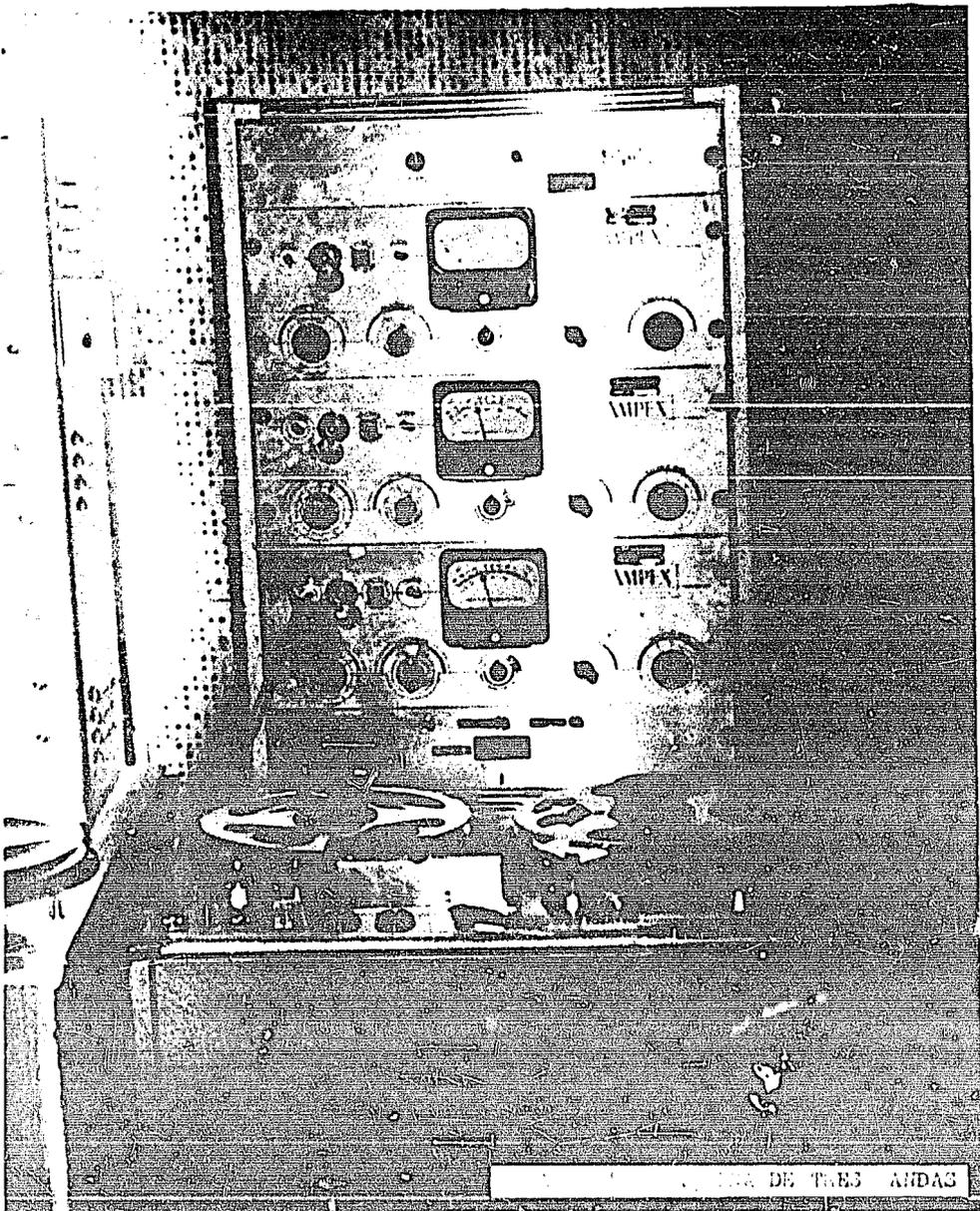


Lectura 10 20 30 40 50 60 70

Curva de Concentración de Niquel.

BIBLIOGRAFIA

- 1.- Diehl W. y Smith G.
Quantitative Analysis
Elementary Principles and Practice
Wiley J. & Sons Inc. New York
Chapman & Hall Limited Londres.
segunda edición 1955.
- 2.- Orozco F.
Análisis Químico Cuantitativo
Editorial Morúa
Tercera edición 1956
- 3.- Willard H. Merritt L. y Dean J.
Instrumental Methods of Analysis
D. V. Nostrand Company Inc.
Toronto New York Londres
1961.
- 4.- Vogel A.
A text book of Quantitative Inorganic Analysis
Theory and Practice
Longmans, Green & Co.
Londres, New York, Toronto
Segunda edición 1953.
- 5.- Young G.R.P. y Coons P.W.
Surface active agents
Versión española Vázquez F.
Agentes Tensioactivos
Aguilar, S. A. de Ediciones Madrid
1951



... DE TRES ANDAS

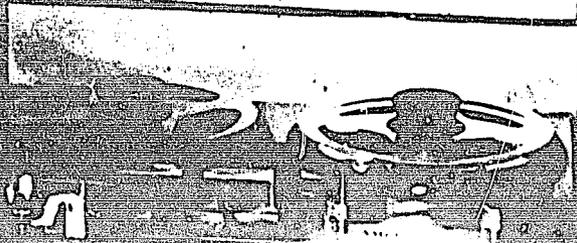
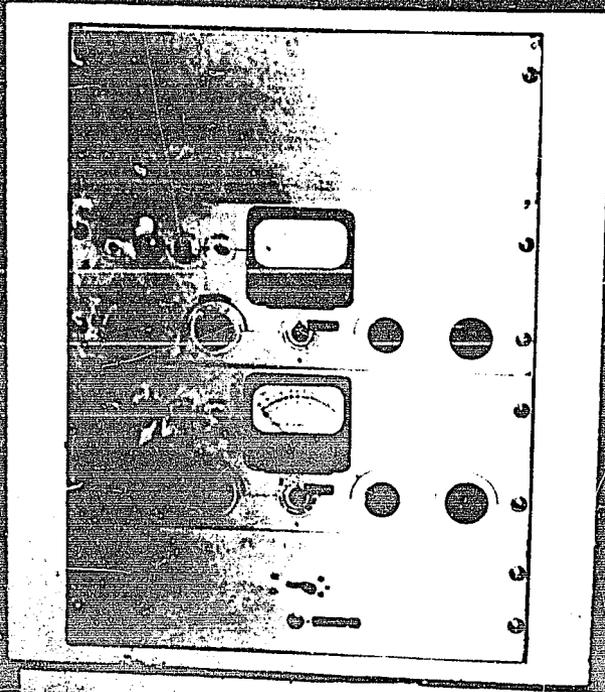


Foto 1 - Vista da Sala de Comando dos BR-101

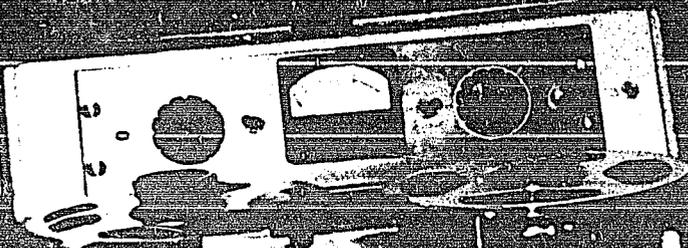


Foto - LA CIMA GRAFICA DE UNA BANDA

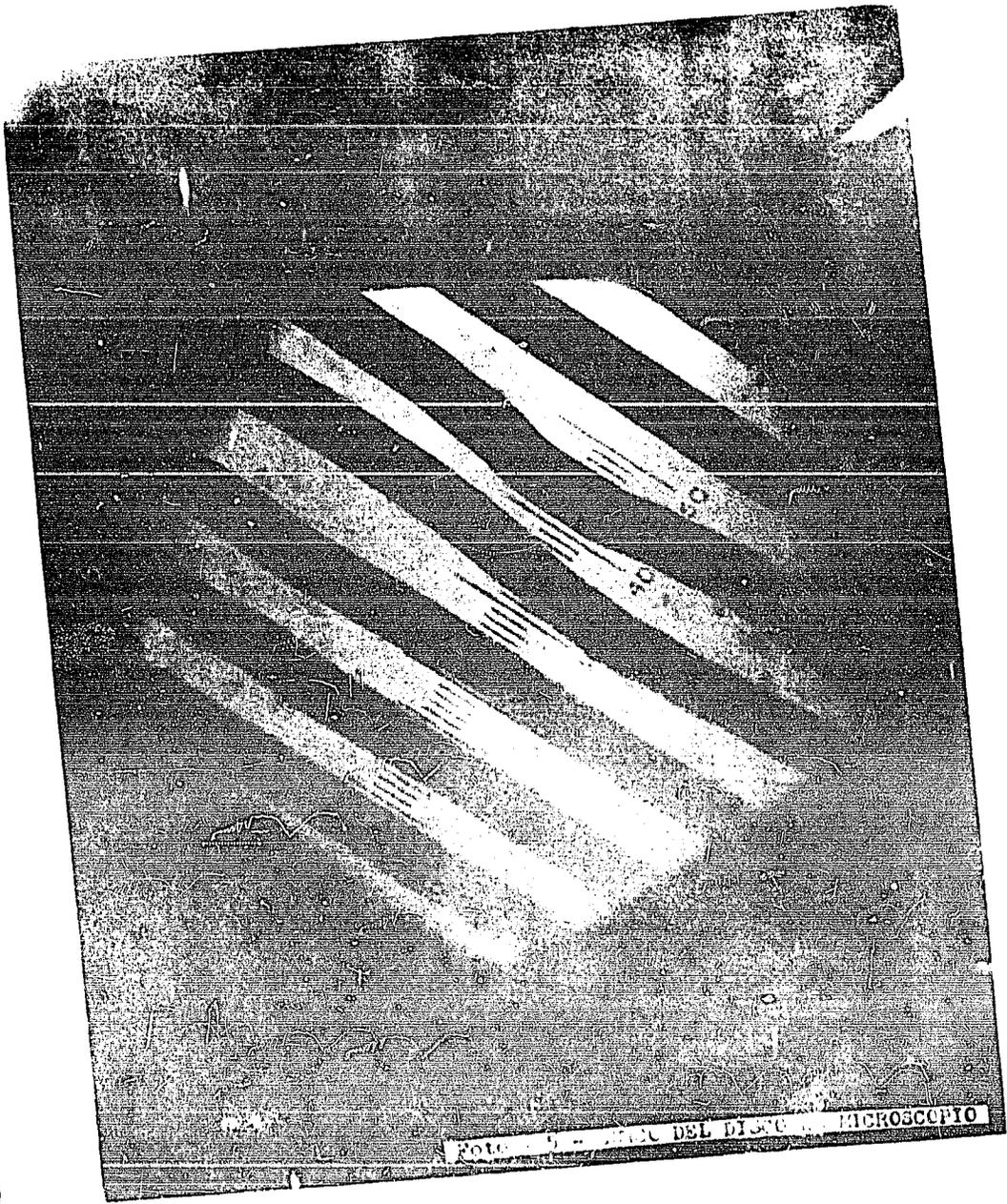
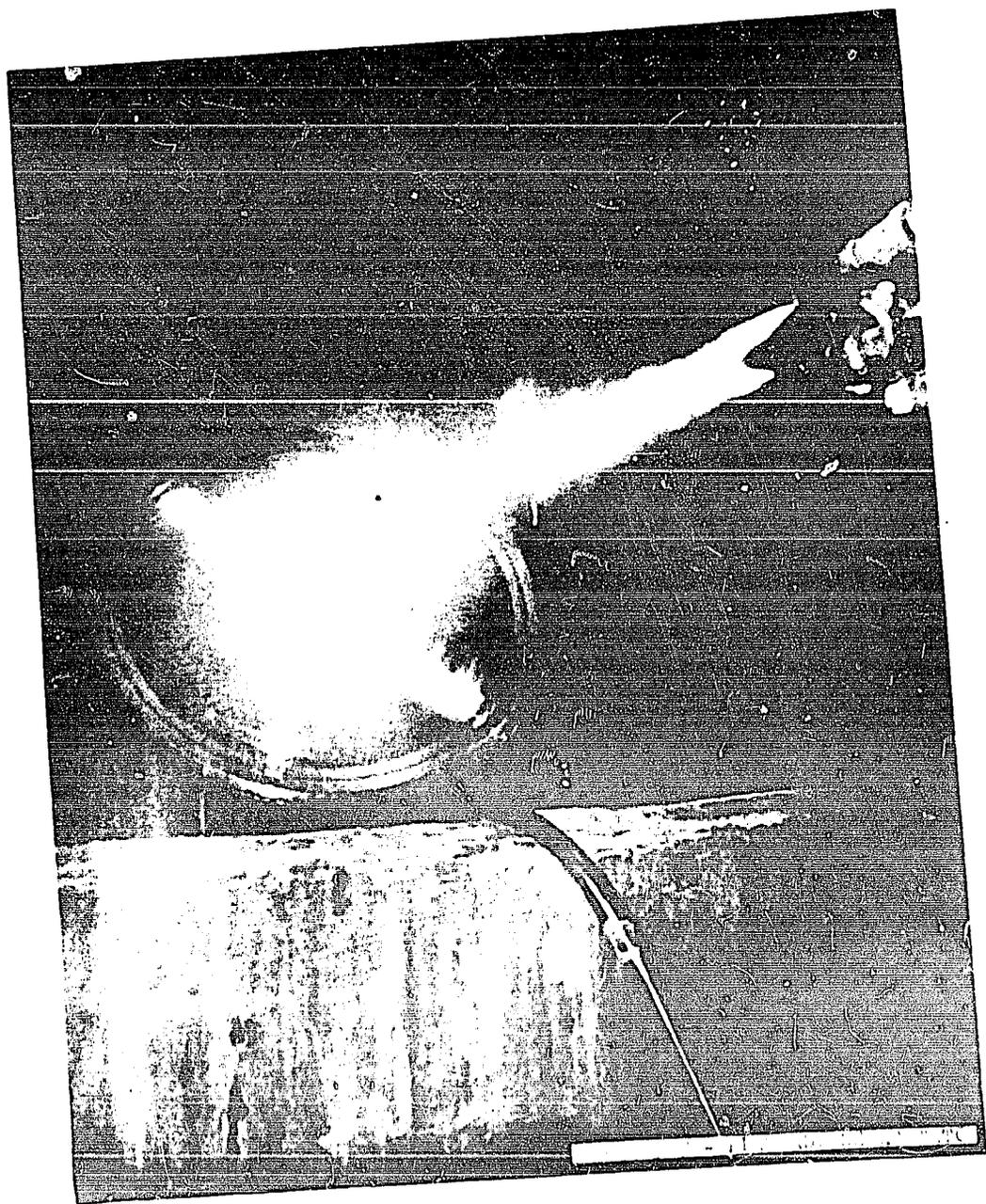
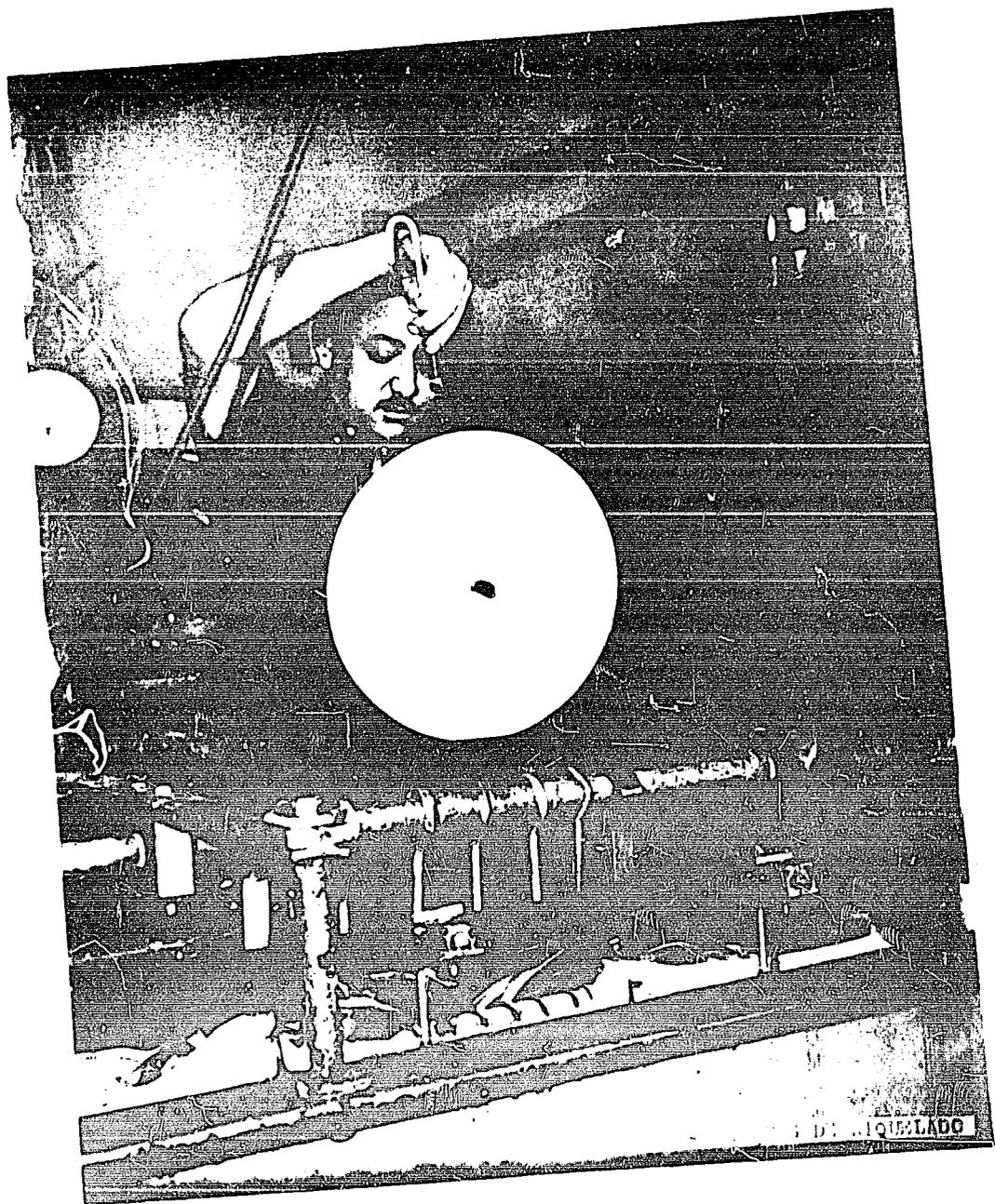


Foto 5 - DETALLE DEL DISCO AL MICROSCOPIO





DE NIQUELADO

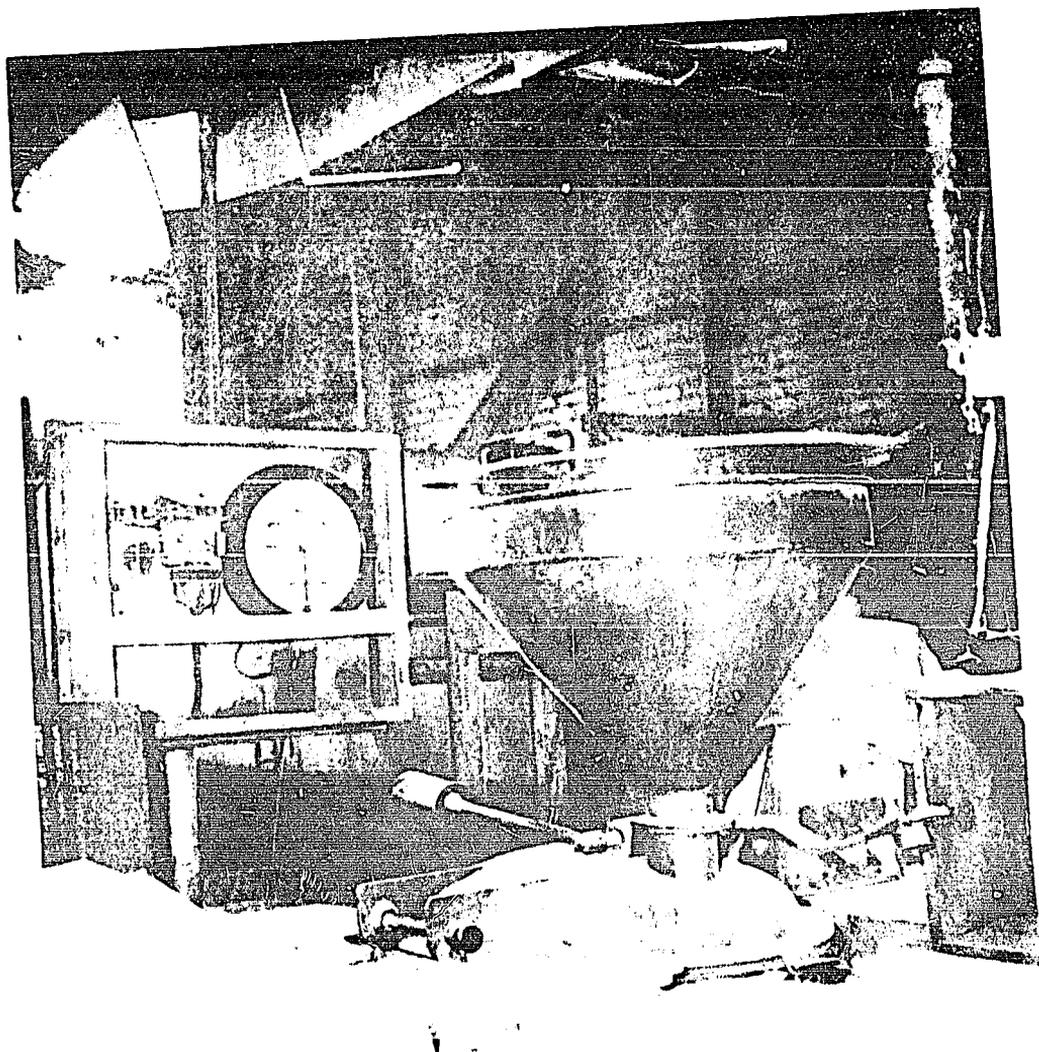


Foto # 9 - FABRICA DE MATERIA PRIMA

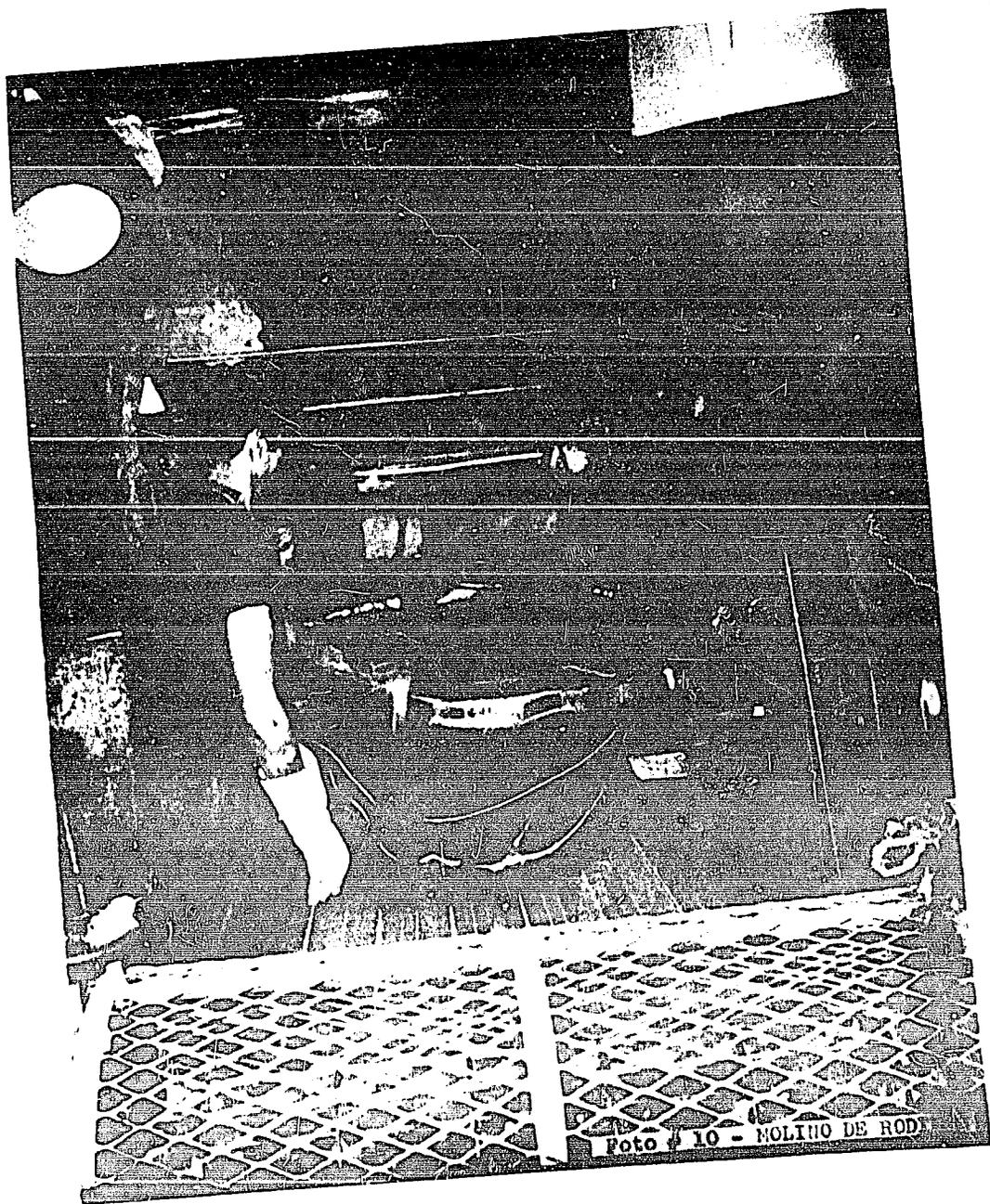


Foto # 10 - MOLINO DE ROD

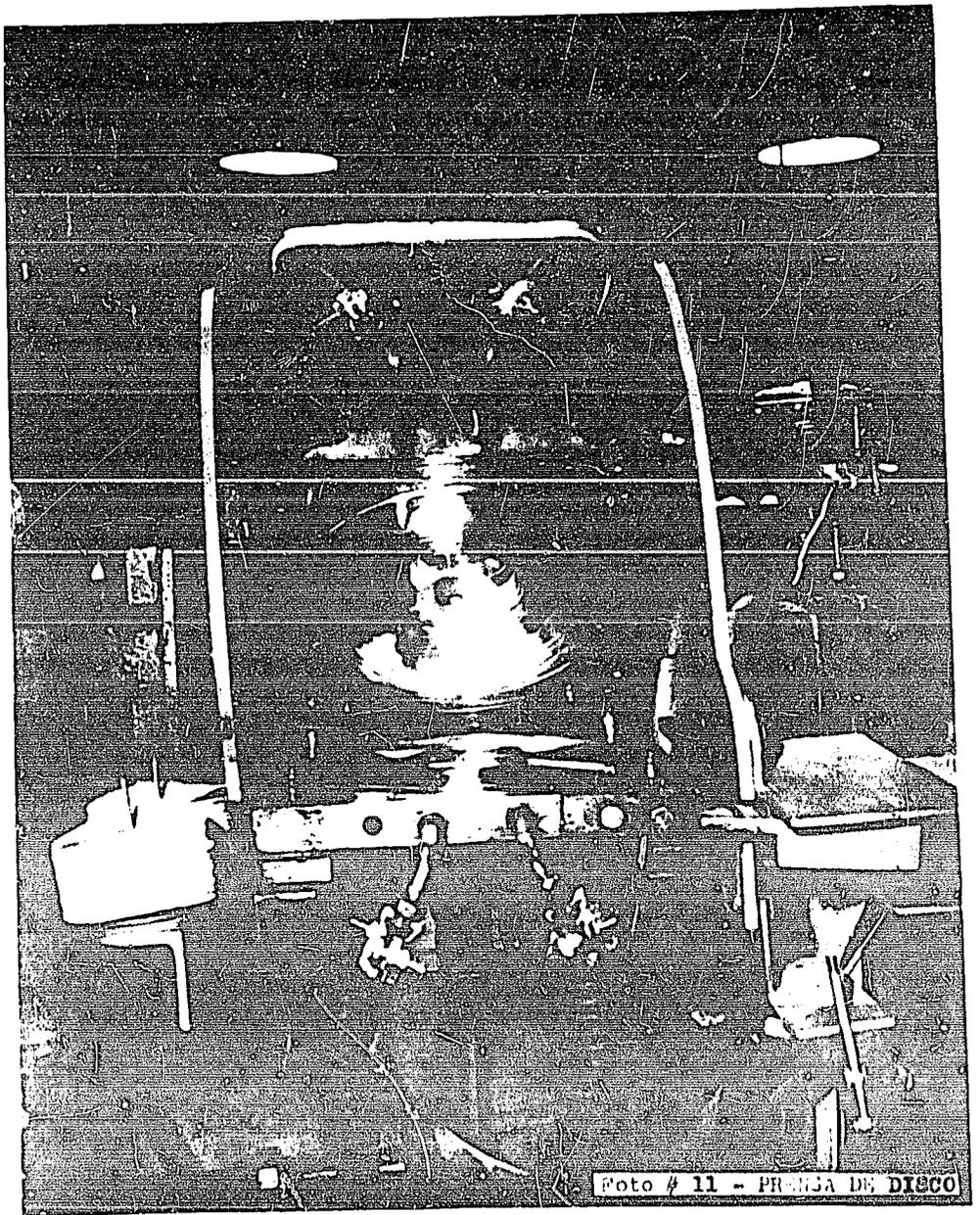
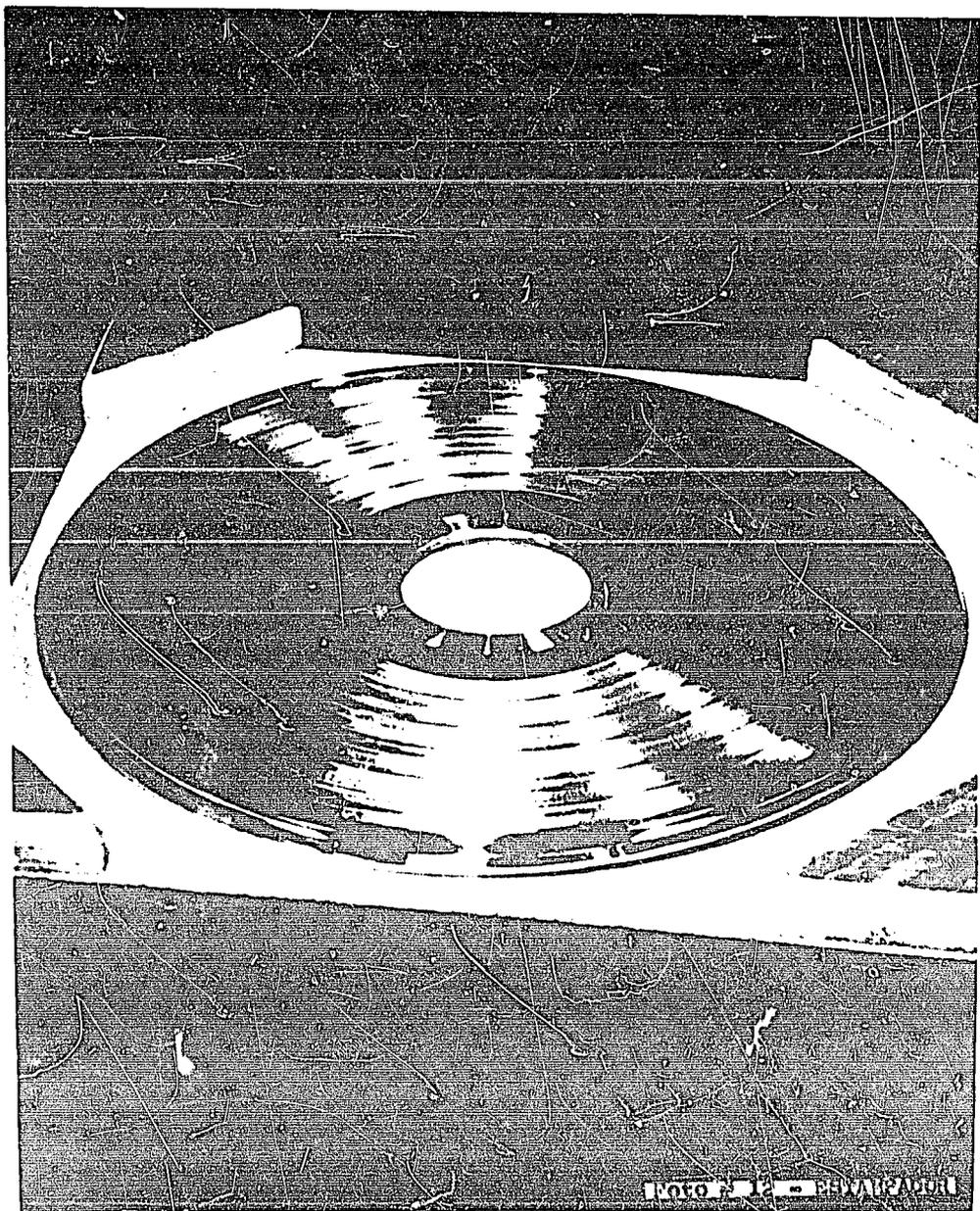


Foto # 11 - PRENSA DE DISCO





CO # 13 - LABORATORIO DE CONT.