



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

**DETERMINACION DE MAGNESIO EN UN
HIERRO NODULAR**

383

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE

INGENIERO QUIMICO METALURGICO

P R E S E N T A

TERESITA DEL NIÑO JESUS ROBERT NUÑEZ

MEXICO, D. F.

1976.



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.

CLAS. TESTS 1976
ADE. M.V.
FECHA _____
PROC. _____
No. 365



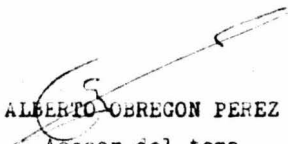
QUÍMICA


JURADO ASIGNADO ORIGINALMENTE SEGUN EL TEMA

PRESIDENTE:	Prof. MANUEL GAVINO RIVERA
VOCAL:	Prof. FERNANDO MALDONADO MENDOZA
SECRETARIO:	Prof. ALBERTO OBREGON PEREZ
1er. SUPLENTE:	Profra. ELVIA MARTINEZ IZAGUIRRE
2o. SUPLENTE:	Prof. HUMBERTO MALAGON ROMERO

SITIO DONDE SE DESARROLLO EL TEMA
LABORATORIOS NACIONALES DE FOMENTO INDUSTRIAL

TERESITA DEL NIÑO JESUS ROBERT NUNEZ
Sustentante


ALBERTO OBREGON PEREZ
Asesor del tema


ARMANDO ACOSTA ESPINOZA
Supervisor técnico

A MI MADRE

Q.M. ARMANDO ACOSTA E.

GRACIAS

C O N T E N I D O

Introducción

Hierro Nodular

Microestructura

Propiedades Mecánicas

Resistencia a la Corrosión

Influencia de elementos aleantes

Absorción Atómica

Instrumentación

Sistemas de Absorción

Sistema Optico

Sistema de Selección

Sistema Fotométrico

Interferencias

Experimentación

Análisis químico

Fotomicrografías

Conclusión

Bibliografía

La determinación cuantitativa del magnesio en el hierro nodular por vía húmeda requiere, en el mejor de los casos, de un químico experimentado, de demasiados reactivos y la inversión de un tiempo considerable, por lo cual generalmente no se determina sino que se ven sus efectos en la nodulación. Esto es, si está bien nodulizado se implica que el contenido de magnesio fue correcto pero, si no nodulizó bien no se puede afirmar categóricamente que el contenido de magnesio fue bajo porque también pudo ser elevado. Se tiene que recordar que el mecanismo de la nodulación no es únicamente función del contenido de magnesio sino que también puede haber elementos interferentes, la composición química puede no ser la adecuada o la velocidad de enfriamiento fue incorrecta.

El objetivo de esta tesis es encontrar una distribución de magnesio que justifique las diferencias en propiedades mecánicas de tres muestras.

El análisis se efectuó con un espectrofotómetro de Absorción Atómica Perkin-Elmer 303.

H I E R R O N O D U L A R

La norma ASTM A 644-71 define al hierro nodular como una fundición que ha sido tratada en estado líquido para provocar que una parte sustancial de su carbón grafitico aparezca como esferoides o nódulos.

La composición de un hierro nodular no aleado es similar a la del hierro gris:

Carbón total	3.20- 4.10 ‰
Silicio	1.80- 2.80
Manganeso	hasta 0.80
Fósforo	0.10 máx.
Azufre	0.03 máx.

La estructura de grafito esferoidal se produce por la adición de uno o más elementos al metal fundido. Los elementos que pueden nodulizar son: magnesio, cerio, calcio, litio, sodio, bario, etc. Los más utilizados son el cerio y el magnesio. El cerio requiere unas condiciones químicas muy estrictas, el magnesio, además de barato, es mas versátil.

Si se agregara únicamente el magnesio, la fundición no nodulizaría ya que el magnesio es formador de carburos, se necesita un contenido adecuado de silicio (es el grafitizante), por tanto se considera al hierro nodular como una aleación de Fe, Mg, Si y C.

La disminución de volumen durante la solidificación del hierro dúctil o nodular es prácticamente cero. La densidad del hierro dúctil sólido en la temperatura de solidificación es aproximadamente la del líquido a la misma temperatura, 6.8 g/cm³. Debido a la baja densidad del grafito (2.2 g/cm³) un 3-4% de carbón disuelto ocupará un 9-12% cuando precipita como grafito.

Existen varios tipos de hierro nodular (ver cuadro) se designan por tres números: el primer número indica la mínima resistencia a la tracción en 1000 psi, la segunda es lo mismo para tensión de fluencia y la tercera indica el porcentaje de elongación mínimo en una longitud de dos pulgadas.

Especificaciones Para Hierro Nodular					
Tipo	RESISTENCIA MÁXIMA A LA TRACCIÓN Psi	MÍNIMO PUNTO DE FLUENCIA Psi	ELONGACIÓN MÍNIMA % EN 2 in.	COMPOSICIÓN REQUERIDA	CONDICIÓN
ASTM A399-55					
80-60-03	80,000 (a)	60,000 (b)	3.0	NINGUNA	DE COLADA.
60-45-10	60,000 (a)	45,000 (b)	10.0	NINGUNA	GENERALMENTE RECOCIDO.
ASTM A396-58					
120-90-02	120,000 (a)	90,000 (b)	2.0	NINGUNA	TRATADO TÉRMICAMENTE
100-70-03	100,000 (a)	70,000 (b)	3.0	NINGUNA	TRATADO TÉRMICAMENTE
ASTM A395-56T					
60-45-15	60,000 (a)	45,000 (b)	15.0	(e)	FERRITIZADO POR RECOCIDOS.
MIL-I-17166A					
60-40-15	60,000 (a)	40,000 (b)	15.0		FERRITIZADO POR RECOCIDO A 190 BAN MÁX. (g)
MIL-I-11466					
TIPO 1	120,000 (c)	90,000 (d)	1.0	NINGUNA	
TIPO 2	100,000 (c)	75,000 (d)	4.0	NINGUNA	GENERALMENTE TRATADO TÉRMICAMENTE (g)
TIPO 3	85,000 (c)	60,000 (d)	6.0	NINGUNA	
TIPO 4	80,000 (c)	60,000 (d)	3.0	NINGUNA	
TIPO 5	60,000 (c)	45,000 (d)	10.0	NINGUNA	FERRITIZADO POR RECOCIDO
TIPO 6	60,000 (c)	40,000 (d)	18.0	NINGUNA	(g)

- (a) ESPECÍMEN DE PRUEBA PARA MAQUINAR UN BLOCK KELL DE 1 in. ó UN BLOCK Y DE 0.5, 1.0 ó 3.0 in.
 (b) EL PUNTO DE FLUENCIA A 0.2% DE ELONGACIÓN. (c) ESPECÍMENES DE PRUEBA MAQUINADOS DE UN BLOCK Y DE 0.75, 1 ó 3 in. DE ACUERDO CON LA SECCIÓN CRÍTICA DE LA PIEZA COLADA.
 (d) PUNTO DE FLUENCIA A 0.1% DE ELONGACIÓN Ó MÉTODO DE EXTENSIÓN BAJO CARGA.
 (e) 3.00% C mín. . 2.75% Si; máx. . 0.08% P máx. (f) MISMO QUE LA ASTM A395-56T + 4.5% C eq. máx. . SE APLICA A PIEZAS COLADAS CON SECCIONES DE 2 in. O MÁX.
 (g) PRUEBA METALGRÁFICA PARA CADA LOTE DE PIEZAS COLADAS.

MICROESTRUCTURA

El control de la microestructura es esencial en el hierro nodular ya que las propiedades mecánicas dependen de la estructura de la matriz y la forma de los nódulos de grafito.

La forma y el tamaño de los nódulos está especificada por las normas ASTM A-247. Ver Fig.1.

La estructura de la matriz depende principalmente de la velocidad de enfriamiento. Si el enfriamiento es muy rápido puede aparecer gran cantidad de carburos y si es muy lento aparecerá una gran cantidad de ferrita suave.

Los componentes de la matriz pueden ser: perlita, ferrita, bainita, martensita, austenita y cementita.

FERRITA.- Es similar a la del acero de bajo carbón, se considera casi libre de carbono pero en el caso del hierro nodular puede tener de 1-3% de silicio disuelto lo que da un ligero incremento en dureza, resistencia a la tracción y desgaste. Es muy dúctil, cuando se requiere un hierro nodular de alta resistencia al desgaste se evita este componente.

PERLITA.- Son láminas alternadas de ferrita y cementita (Fe_3C). En el acero tiene un contenido de carbón de 0.80 pero en una fundición el porcentaje de carbón de la perlita depende del análisis químico y de la velocidad de enfriamiento.

En el hierro nodular este microconstituyente tiene moderada ductilidad y es relativamente duro, presenta alta resistencia a la tensión, buena resistencia al desgaste y buena maquinabilidad.

BAINITA.- Se produce por aleaciones y/o tratamiento térmico. Más duro y más fuerte que la perlita, baja ductilidad y moderada resistencia al impacto, muy buena resistencia a la fatiga y a la tensión a altas temperaturas.

MARTENSITA.- Se produce por aleantes y tratamiento térmico. Es muy frágil y duro, adecuando cuando se necesita una alta resistencia al desgaste.

AUSTENITA.- Se produce por aleación. Presenta alta resistencia al impacto, muy buena resistencia a la corrosión y al calor, muy buena resistencia al desgaste, no magnético. Es necesario níquel en grandes proporciones (mín. 18%) para provocar una matriz austenítica.

CEMENTITA.- Carburo de hierro, raramente deseado en el hierro nodular. Sólo se desea para una muy alta resistencia al desgaste, baja ductilidad, baja resistencia a la tensión y pobre maquinabilidad.

TIPOS DE GRAFITO EN EL HIERRO NODULAR

ASTM A-247

100 X



Esférico



Irregular



Vermicular



Cangrejo



Explotada

FIG. 1

PROPIEDADES MECANICAS

Como ya se dijo anteriormente, la clase de un hierro nodular menciona los requerimientos mecánicos mínimos: tensión tensil, tensión de fluencia y elongación.

El módulo de elasticidad en tensión varía de aproximadamente 21-25 millones de psi.

La tensión de fluencia en compresión del hierro nodular es de 1.0 a 1.2 veces la resistencia a la fluencia en tensión.

La fig. 2 muestra las curvas tensión-deformación de diferentes clases de hierro nodular.

Se anotan a continuación la resistencia tangencial y otras propiedades relacionadas de dos grados de hierro nodular:

<u>RESISTENCIA TANGENCIAL DE HIERRO NODULAR EN TORSION.</u>					
GRADO	RESISTENCIA A LA TRACCION PSI	RESISTENCIA AL CORTE PSI	RELACION DE RESISTENCIAS τ/σ	MODULO DE RIGIDEZ PSI	LIMITE DE PROPORCIONALIDAD (TANGENCIAL) PSI
60-45-10	70.700	57.000	0.81	9.500.000	24.400
80-60-03	87.900	73.500	0.83	9.900.000	27.100

La resistencia al creep del hierro nodular ferrítico es comparable con la del acero de bajo carbón recocido hasta 1200 F. La resistencia al creep depende de la composición química y de los constituyentes de la matriz, para ilustrar mejor esto se anexa la siguiente tabla:

RESISTENCIA AL CREEP DE HIERROS NODULARES DE VARIAS COMPOSICIONES A 600°F

Composición Química

Condición % Relaja

Tensión para Nivelado de CREEP mínimo PSI

CT	Si	Mn	P	Ni	Cu	Mg	Mg		0.0001% con solo	0.00001% por día	
3.54	2.26	0.40	0.017	0.56	0.15		0.05	Temperatura 1750°F	1	7.000	
3.59	2.26	0.40	0.017	0.56	0.15		0.05	Relaxación 1600°F	10	8.500	
3.49	2.46	0.28	0.006	1.08	0.56		0.072	Relaxación 1600°F	2.0	20.500	
3.49	2.46	0.28	0.006	1.08	0.56		0.072	Relaxación 1750°F	1.0	25.000	15.000
3.59	2.43	0.40	(0.02)	1.08	(0.1)	0.24	0.05	Relaxación 1600°F	2	18.000	12.500
3.61	2.43	0.47	(0.02)	1.19	(0.1)	0.81	0.05	Relaxación 1750°F	3	27.000	22.000
3.54	2.26	0.40	0.017	0.56	0.15		0.05	Calentamiento con Relajación de Tensiones	30	11.500	
3.49	2.50	0.37	0.005	1.22	(0.1)	0.06	0.061	de Tensiones	9.4	21.000	
3.49	2.46	0.28	0.006	1.08	0.56		0.072		10.0	25.000	16.500
3.61	2.43	0.47	(0.02)	1.19	(0.1)	0.81	0.05		5.0	21.000	16.500

CURVAS TENSION DEFORMACION PARA HIERRO NODULAR.

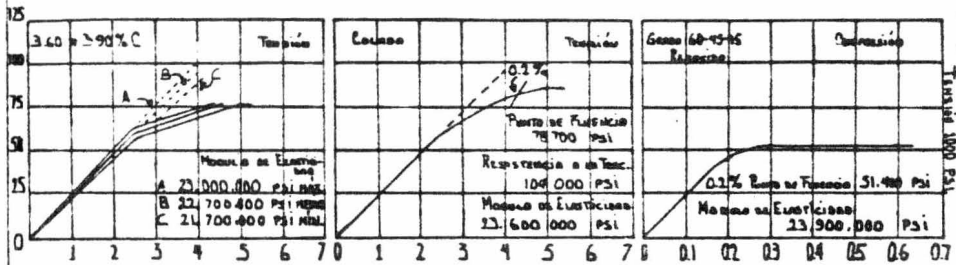


FIGURA 2

RESISTENCIA A LA CORROSION

El hierro nodular de composición normal tiene una mayor resistencia a la oxidación que el hierro gris, el acero y el hierro maleable.

La resistencia a la oxidación se incrementa cuando aumenta el contenido de silicio. Ver la tabla siguiente:

PENETRACION DE OXIDO DE HIERRO NODULAR Y OTROS MATERIALES DURANTE EXPOSICIONES A 1300 F.

MATERIAL	PENETRACION DEL OXIDO mpy		
	2000 hr	3000 hr	4000 hr
Nodular			
80-60-03, 2.5% Si	53	...	41
60-45-10, 2.5% Si	56	...	28
Ferrítico, 4.0% Si	41	...	34
Ferrítico, 5.5% Si	0	...	3.3
Hierro gris			
1.5% Si	131	110	...
1.65 % Si	116	131	...
2.0% Si	181	131	...
2.5% Si	188	143	...
Maleable perlítico	131	110	...

INFLUENCIA DE ALGUNOS ELEMENTOS EN EL HIERRO NODULAR

La composición química no es el único factor determinante de las propiedades del hierro nodular.

Manteniendo constante otras variables, la composición química influye en lo siguiente:

- a) el modo de solidificación,
- b) en la estructura de la matriz y, por tanto, en las propiedades.

Hay que recordar que la estructura de la matriz depende de la velocidad de enfriamiento principalmente y las propiedades mecánicas dependen de la estructura de la matriz y la forma de los nódulos de grafito.

La resistencia al creep depende de la composición química y los constituyentes de la matriz.

SILICIO.- Generalmente se encuentra en los hierros nodulares en un rango de 1.8 a 2.5%. Modifica notablemente el diagrama de equilibrio hierro-carbono.

El silicio es perjudicial para la resistencia al impacto a bajas temperaturas, cuando se desea elevar esta resistencia se mantiene el contenido de Si menor de 2%.

La resistencia a la oxidación se incrementa con el contenido de Si pero si se incrementa demasiado (6%) la fundición se vuelve dura y frágil.

Es un fuerte grafitizante, descompone a la cementita disolviéndose en la ferrita, dejando al carbón libre en forma de grafito.

Dado que la velocidad de enfriamiento es función del espesor de la pieza y del carbón equivalente ($\%C + 0.33 \%Si$), en las siguientes tablas se relacionan los dos factores:

MANGANESO.- Es un fuerte promotor de carburos, también produce la perlita y es un gran estabilizante, incrementa la resistencia y disminuye la ductilidad. Forma un carburo doble de Fe y Mn.

Para producir un grado perlítico en secciones pequeñas y medianas se requiere 0.50-0.70% Mn. En grandes secciones se requieren aleantes.

Cuando se va a normalizar un hierro nodular, si tiene demasiado manganeso se producen carburos muy estables que no se descomponen a las condiciones normales de recocido y si tiene un contenido bajo de Mn no endurece tan bien como uno con un contenido correcto.

AZUFRE.- Se combina con el magnesio para dar el sulfuro de magnesio que flota y se debe escoriificar antes de vaciar. El contenido de azufre debe ser menor de 0.02% en un hierro que se va a nodular ya que el magnesio forma el sulfuro de magnesio con la consiguiente merma en contenido de nodulizante. Cuando se tiene más de 0.04% S es preferible una desulfuración en vez de agregar más magnesio ya que se pueden causar defectos por el contenido excesivo de Mg.

FOSFORO.- Incrementa la fluidez del baño y baja el punto de fusión. Forma un eutéctico con el carbono y el hierro, de punto de fusión menor al del eutéctico Fe-C-Si. Este componente se llama esteadita y daña notablemente las propiedades mecánicas ya que es demasiado duro y frágil. Un contenido mayor de 0.08% es perjudicial.

ALUMINIO.- Se utiliza como desoxidante, forma alúmina que nuclea y produce tamaño de grano pequeño. Mas de 0.01% puede provocar porosidades.

CERIO.- Es capaz de producir grafito esferoidal pero, cuando la composición química o trazas de elementos no son adé

ciadas para el cerio, este elemento destruye al grafito esferoidal. El grafito explotado o serrado se debe, generalmente, al cerio u otra tierra rara. Esto ocurre principalmente en los hierros nodulares austeníticos y en secciones grandes con altos contenidos de carbón y/o silicio.

MAGNESIO.- El magnesio es un aleante muy importante para el hierro nodular porque promueve la nodulación. No es el único elemento con este efecto pero es el más usado.

El contenido de Mg puede variar desde 0.02-0.08%, aunque con 0.02% no hay nodulación total. El contenido ideal es de 0.04-0.06% Mg. La falta del agente nodulizante provoca nodulación incompleta y el exceso forma excesiva escoria y esferas irregulares, en detrimento de las propiedades mecánicas.

El mecanismo de la acción del Mg no está perfectamente estudiado.

E F E C T O D E A L E A N T E S .

ELEMENTO	LIMITE PARA GRADO FERRITICO	LIMITE PARA GRADO PERLITICO	FUNCIONES	OBSERVACIONES
NIQUEL	Lo más bajo posible	4.00 % Máx.	DA ALTA DUREZA	FORMA MATRIZ PERLITICA
MOLIBDENO	0.03% Máx.	1.00% Máx.	DA ALTA DUREZA	PROVOCA CARBUROS INTERCELULARES
COBRE	0.03% Máx.	1.60% Máx.	AUMENTA LA RESISTENCIA	ESTABILIZADOR DE PERLITA
CERDO	0.002% Máx.	0.002% Máx.		PUEDE PRODUCIR CARBUROS
CALCIO	INSOLUBLE	INSOLUBLE	INOCULANTE	REDUCE Y DISTRIBUYE MEJOR LOS NODULOS.
TELURO	0.02% Máx.	0.02% Máx.	DISMINUYE POROSIDADES	DAÑA UN POCO LAS ESTERAS DE GRAFITO
PLOMO	0.002% Máx.	0.002% Máx.	FORMA GRAFITO LAMINAR	EL MÁS NOCIVO
TITANIO	0.03% Máx.	0.03% Máx.	FORMA GRAFITO LAMINAR	DETERIORA LAS ESTERAS DE GRAFITO
ALUMINIO	0.05% Máx.	0.05% Máx.	FORMA GRAFITO LAMINAR	AUMENTA LAS POROSIDADES.
ANTIMONIO	0.004% Máx.	0.004% Máx.	PROVOCA MAGNESIO LIBRE	
BISMUTO	0.002% Máx.	0.002% Máx.	FORMA GRAFITO LAMINAR	DESCOMPONE LA CEMENTITA.
ZIRCONIO	0.10% Máx.	0.10% Máx.	FORMA GRAFITO LAMINAR	DETERIORA LAS ESTERAS DE GRAFITO
CROMO	0.04% Máx.	0.10% Máx.	POTENTE FORMADOR DE CARBUROS	
BORO	0.002% Máx.	0.002% Máx.	FORMA CARBUROS DE BORO	CARBUROS SOLUBLES A TEMPERATURAS SEGUROS.
ESTAÑO	0.010% Máx.	0.050% Máx.	PERLITIZANTE ENERGICO	
ARSENICO	0.020% Máx.	0.050% Máx.	PERLITIZANTE	FRAGILIZA
VANADIO	0.040% Máx.	0.050% Máx.	FORMA CARBUROS ESTABLES	CARBUROS SOLUBLES A TEMPERATURAS SEGUROS
OXIGENO	0.003% Máx.	0.003% Máx.	OXIDANTE ENERGICO	DISMINUYE EL MAGNESIO LIBRE.
HIDROGENO	0.003% Máx.	0.003% Máx.		PRODUCE POROSIDADES.
NITROGENO	0.009% Máx.	0.009% Máx.	PERLITIZANTE	
MANGANESO	0.30% Máx.	0.70% Máx.	DA ALTA DUREZA	FORMA MATRIZ PERLITICA
AZUFRE	0.02% Máx.	0.02% Máx.	FRAGILIZA	FORMA SULFUROS.
FOSFORO	0.05% Máx.	0.06% Máx.	FRAGILIZA	FORMA ESTERDITA.
MAGNESIO	0.01-0.08%	0.02-0.08%	MEJORA DUCTILIDAD	FORMA GRAFITO NODULAR

A B S O R C I O N A T O M I C A

La absorción atómica proporciona un medio de análisis para elementos que son difíciles o imposibles de determinar por métodos convencionales.

Se define como un método espectroscópico basado en la medida de la absorción producida en un haz de radiación de longitud de onda adecuada que procede de una fuente emisora de intensidad constante, por un medio compuesto por los átomos - del elemento que se va a determinar.

Como todos los métodos espectroscópicos, la absorción atómica utiliza dos variables analíticas: una cualitativa, la longitud de onda a la cual se manifiesta la absorción y una variable cuantitativa que es la magnitud de la absorción en condiciones experimentales fijadas. La variable cualitativa (λ) es específica para cada elemento.

La A. A. se basa en la utilización de un sistema instrumental compuesto de: un sistema emisor, que en la mayoría de los casos produce un espectro característico del elemento buscado; un sistema que produce vapor atómico (una población de átomos), generalmente una flama en la cual se inyecta un aerosol de la muestra; un sistema de fotodetección y finalmente un sistema de medición.

Si no hay átomos capaces de producir una absorción medible en el medio absorbente, la emisión de la fuente no disminuye y se observa una intensidad constante en el sistema medidor. Cuando se inyecta una cierta cantidad de átomos absorbentes en la flama, sólo una fracción de la luz emitida por la fuente llega al fotodetector. Se mide, entonces, la fracción no absorbida de la radiación emitida.

El Proceso de Absorción

Si se ilumina un vapor atómico que contenga átomos libres de un elemento en el estado basal con una fuente de luz que irradia luz de la frecuencia característica del elemento presente en el vapor, los átomos libres neutros pueden absorber la frecuencia de resonancia. Los átomos excitados regresan a su estado original de energía reemitiendo a la misma frecuencia. Fig. 1.

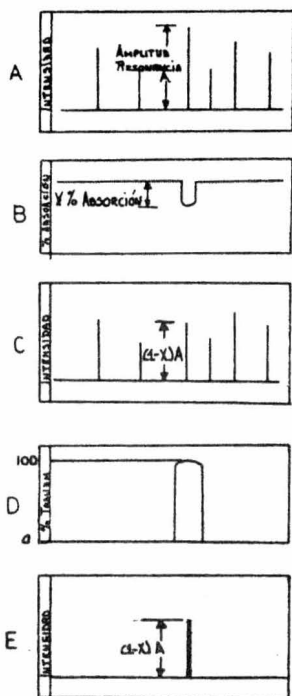


Fig. 1

- A- Lámpara cátodo hueco emite línea del elemento que se va a determinar.
 B- La muestra absorbe energía en la línea de resonancia.
 C- Espectro resultante después de la absorción de la muestra.
 D-E- El fotodetector solo ve la línea de resonancia. Disminuye por la absorción de la muestra.

La línea de resonancia es la que representa una transición entre el estado basal y un estado superior, se ha preferido considerar a la línea de resonancia de un elemento - la línea de estado basal que corresponde a la mayor longitud de onda.

Este fenómeno, excitación y radiación se semeja al principio de la flamofotometría de emisión, pero hay una diferencia fundamental: en A. A. la energía es proporcionada en la forma de una radiación - la flama sólo ayuda a producir la población de átomos- y en la flamofotometría de emisión la energía la proporciona la flama, que atomiza y energiza al mismo tiempo.

Cuando se introduce una solución en la flama ocurren una serie de fenómenos complejos. Algunos pasos - son sólo procesos físicos de evaporación de soluciones y vaporización de sólidos, otros son procesos químicos.

Cuando se introduce una solución en la flama ocurren una serie de fenómenos complejos. Algunos pasos - son sólo procesos físicos de evaporación de soluciones y vaporización de sólidos, otros son procesos químicos.

micos que involucran la descomposición térmica de los compuestos que existen en forma gaseosa, después hay transiciones de estados no excitados a estados excitados y el regreso a estados no excitados con la emisión de energía radiante. La fig. 2 representa este proceso.

ACCIONES, FASES Y TRANSICIONES EN LA TRANSFERENCIA DE UNA SOLUCIÓN QUE CONTIENE UN ELEMENTO METÁLICO A UNA FLAMA CALIENTE POR MEDIO DE UN ASPERSOR

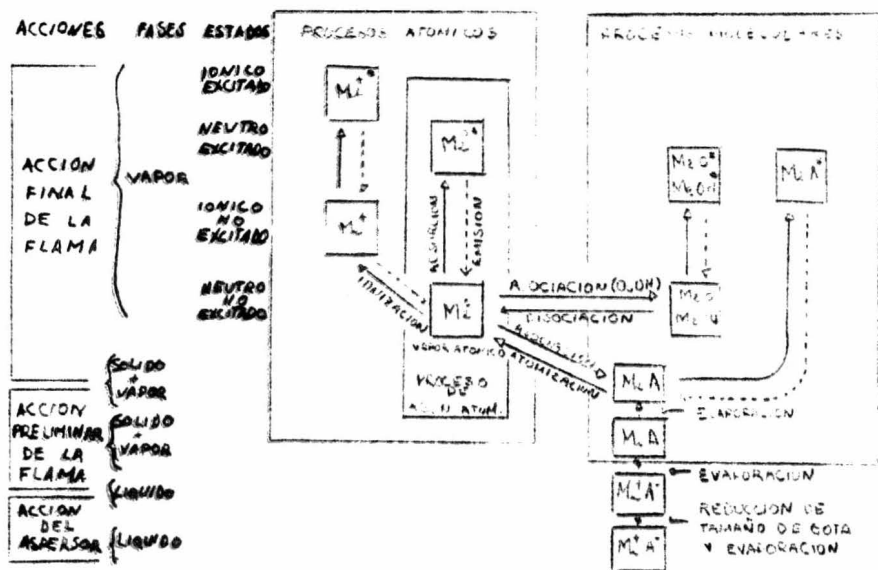


FIG. 2

Atomic Absorption Spectroscopy, Ramirez-Muñoz, 1968

INSIRUMENTACION

En cualquier fotómetro de absorción atómica se observan los siguientes sistemas:

a) Sistema de emisión.- fundamentalmente es una fuente de radiación que puede ser un espectro de emisión del analíto, dirigida hacia el medio absorbente formado por los átomos del analíto.

Los accesorios necesarios para operar la fuente de poder son: fuentes de potencia, mecanismos de alineación, soportes de lámparas, precalentadores de lámparas, medidores auxiliares, etc.

b) Sistema de absorción.- Lo principal es el vapor atómico que absorberá la radiación emitida por la fuente. El sistema de absorción consiste de: la flama, el quemador, el vaporizador (con o sin cámara vaporizadora), capilares, reguladores de flujo para controlar los gases, los gases y sus líneas, mecanismos para rotar el quemador, ajustar la posición del quemador, chimeneas, lentes para colimar el haz, espejos, etc.

c) Sistema de selección.- Selecciona el espectro. Consiste de filtros, monocromadores, mecanismos de rendijas y medios para leer la longitud de onda seleccionada y la amplitud de la abertura.

d) Sistema fotométrico.- Incluye todo el equipo electrónico - necesario para la fotodetección; fotomultiplicador, amplificador, rectificador, lectura directa, expansión de la escala y registrador potenciométrico. Fig. 3.

SISTEMA DE EMISION.- Las características necesarias de las fuentes empleadas en absorción atómica son:

- a) Longitud de onda característica del analíto,
- b) Constancia de emisión y
- c) Selectividad.

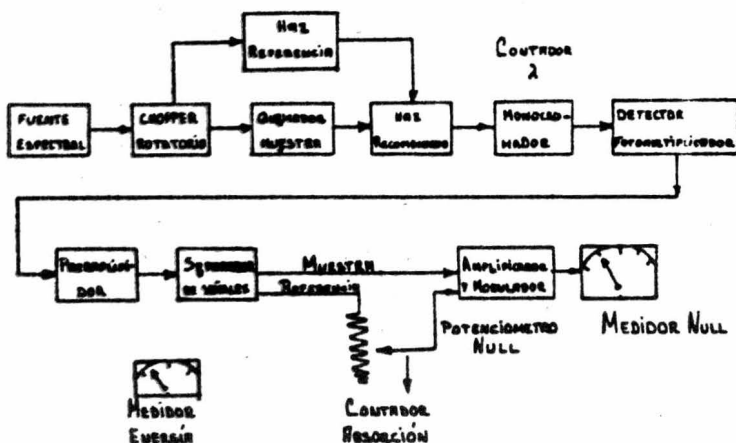


FIG.3.- DIAGRAMA DE BLOQUES DEL INSTRUMENTO.

Estos requerimientos los satisfacen las lámparas de descarga de vapor, las de cátodo hueco y las de descarga de alta frecuencia sin electrodos.

I.- Lámparas de descarga de vapor.- Están hechas de un tubo de vidrio o sílice sellado que contiene electrodos recubiertos de óxidos. Contienen uno de los gases raros y una cantidad del metal del cual se requiere su espectro.

Para los álcalies este tipo de lámparas son cien veces más brillantes que las de cátodo hueco.

II.- Lámparas sin electrodos.- Operan por medio de radio-frecuencias e microondas. Están hechas de un tubo de cuarzo pequeño, sellado que contiene una pequeña cantidad del metal (analito deseado) y un gas inerte a muy baja presión. Si se pone el tubo en un campo de alta frecuencia (5-200 w y 1-10 000 MHz), se produce una descarga en el gas inerte por efecto de los electrones activados por el campo, estos electrones colisionan con los átomos del gas, ionizándolos y excitándolos. Cuando los átomos metálicos intervienen en la descarga

se produce un espectro puro con líneas muy estrechas.

III.- Lámparas de cátodo hueco.- Este fué el tipo de lámparas utilizado en esta tesis.

Las lámparas de cátodo hueco emiten luz intensa y es sensible a las longitudes de onda necesarias para el análisis. Consisten de un tubo sellado que contiene un ánodo y un cátodo cilíndrico hueco. El cátodo está hecho, o al menos recubierto, con el metal cuyo espectro se desea. El tubo contiene un gas raro a baja presión. La radiación sale del tubo a través de una ventana hecha de vidrio o cuarzo. El ánodo se hace generalmente de tungsteno.

Cuando se conecta la lámpara a una fuente de poder adecuada, se efectúa una descarga que ioniza el gas raro. Los iones bombardean al cátodo, sacando átomos del metal; esta acción se llama desprendimiento (sputtering). El vapor atómico del metal desprendido se excita por colisiones con átomos del gas raro y emite su espectro característico.

Generalmente los cátodos tienen sección transversal circular.

Los ánodos pueden ser:

- a) Simples alambres adyacentes al cátodo,
- b) Alambres protegidos por un manguito protector,
- c) Anillos metálicos cuyos conectores están aislados. Fig. 4.

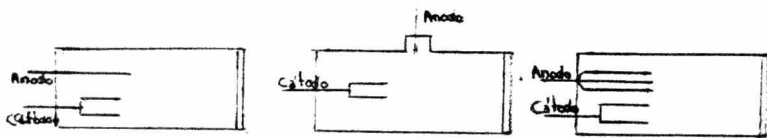


FIGURA 4

La selección del gas llenante depende del elemento; Pb, Fe y Ni actúan mejor con neón que con argón, no obstante, el Ne no es adecuado con algunos elementos tales como el Li y

As porque hay una fuerte línea de emisión del Ne cercana a la mejor línea de resonancia de estos elementos. El neón se pier de más, debido a la absorción por el material del cátodo, que el argón; por esta razón las lámparas que tienen argón tienen una vida más larga que las de neón. Para muchos elementos es indiferente la selección entre estos dos gases.

El problema mas grande al producir, usar o mantener lámparas es la posible presencia de hidrógeno dentro de los cá todos de metal. El hidrógeno produce una fuerte emisión conti nua en la región ultravioleta. El efecto de su presencia es re ducir la intensidad de la línea de resonancia y curvamiento de la curva de trabajo.

Clasificación de las lámparas de cátodo hueco

- 1.- Dependiendo si el calor producido durante la operación es eliminado o no, se clasifican como enfriadas o no enfriadas.
- 2.- Dependiendo de la forma de cerrarla (si la lámpara está se llada o se puede abrir, especialmente para el intercambio de cátodos) puede ser: sellada o desmontable.
- 3.- De acuerdo al número de cátodos pueden ser: lámparas de un solo cátodo y lámparas de multicátodos.
- 4.- Otra clasificación depende si el cátodo está hecho de un solo elemento o de dos o más elementos: lámparas de un solo e lemento o múltiples.

Lámparas de gran brillantez

La intensidad de la emisión de las lámparas de cáto do hueco ordinarias está limitada por el hecho de que sólo una fracción de los átomos metálicos desprendidos del cátodo son excitados. En la mayoría de los análisis es bien recibida una intensidad de emisión mayor debido a que conduce a una mejor relación señal-ruido, esto es, a una mejor precisión y límites de detección.

En las lámparas de gran brillantez se montan un par de electrodos auxiliares transversal y ligeramente enfrente del cátodo. Fluye una corriente directa de varios cientos de miliamperes a bajo voltaje entre los electrodos auxiliares. Se produce una corriente de átomos de gas ionizados, los cuales chocan con los átomos de metal desprendidos y los excitan, se produce un incremento en la radiación de diez a cien veces. Al mismo tiempo se suprime la radiación del ión metálico, así que para muchos elementos la curva de trabajo se hace más recta y sensible.

SISTEMAS DE ABSORCIÓN

LA FLAMA.- La flama tiene dos papeles: como soporte recibe la muestra nebulizada, la modifica, contribuye a la liberación de átomos y ayuda a mantener una población de átomos libres durante el proceso de absorción.

Una flama se caracteriza por los gases involucrados, la temperatura, la forma en que se mezclan los gases, el flujo de éstos, el tamaño y la forma de la flama.

Los cambios en la presión del gas de soporte producen diferencias en la entrada de la solución de la muestra y también diferencias en las condiciones de la flama. Si un incremento en la presión del gas de soporte enfría la flama, se observará una disminución de la absorbancia; se encontrará el efecto opuesto si un incremento en el gas de soporte ayuda a incrementar la concentración de átomos libres en la flama.

La temperatura de la flama depende (para un combustible dado) de la velocidad de flujo de la solución y la naturaleza del solvente.

La sensibilidad es proporcional a la longitud efectiva de la flama. Si el espacio ocupado por los átomos tienen una sección transversal mas grande que el haz y si la densidad permanece constante en la sección transversal, la absorbancia es proporcional a la longitud del espacio con átomos del elemento deseado, esto es, al producto de la concentración de átomos del analito y la longitud del camino óptico (Ley de Beer).

Si las condiciones del aspersor permanecen constantes la concentración de átomos en la flama es inversamente proporcional a la sección transversal horizontal de la flama.

Diferentes tipos de flamas

1.-Flamas ricas en combustible:

a) Flamas acetileno-oxígeno. Se producen con un flujo grande

de acetileno, por lo que la flama es muy luminosa, fuertemente reductora, muy calorífica y rica en materiales incandescentes.

Las flamas ricas producen un desplazamiento del equilibrio de disociación de los óxidos metálicos a favor de la concentración del metal en el estado atómico.

Como la temperatura de la flama incrementa el número de átomos en estados excitados, estas flamas ricas presentan grandes potencialidades para emisión.

b) Flamas ricas hidrógeno-aire.- Se producen con un gran flujo de hidrógeno. No son muy luminosas pero son mucho más caloríficas que la flama aire-hidrógeno pobre. También se llaman flamas de hidrógeno ricas. Estas flamas son incoloras; si la entrada de muestra es excesivamente rápida se produce depresión de las señales porque se enfría la flama; parece que reducen y descomponen térmicamente los compuestos formados en la flama.

II.- Flamas aire-acetileno enriquecidas. Dan mas calor.

III.- Flama acetileno-óxido nitroso. El uso de esta flama ayuda a la disociación de óxidos refractarios y la atomización del analito.

Para el magnesio se tienen las siguientes relaciones del número de átomos libres-número total de átomos en todos los estados en cualquier instante: para flama aire acetileno pobre 1.09, rica 1.05 y en la flama acetileno-óxido nitroso pobre 1.00 y rica 1.07.

Fenómenos de absorción producidos por la flama

El cero siempre debe fijarse con la flama prendida para evitar la interferencia de la absorción de la flama.

En el fenómeno de absorción intervienen los siguientes factores:

a) Opacidad de la flama, generalmente se incrementa hacia lon

gitudes de onda cortas.

- b) Presencia de partículas incandescentes en flamas luminosas que incrementan la opacidad.
- c) Bandas de intensidad variable en las cuales el solvente y otros componentes de la solución intervienen.
- d) Opacidad debida a las partículas de sales procedentes de soluciones muy concentradas.

Zona óptima

Conforme se eleva la flama del quemador, varía en forma, temperatura y composición.

Considerando los procesos que ocurren en la flama después que se introduce una muestra, se deduce que la vida de los átomos libres será limitada y su mayor concentración se encontrará a una altura dada de la flama. Si se varía la altura del quemador de manera que la radiación que viene de la fuente cruce diferentes zonas de la flama, se puede encontrar una zona que produce la mayor absorción y por tanto la mayor sensibilidad. Esta zona es la óptima y debe seleccionarse con cada analíto, teniendo en cuenta que diferentes disolventes cambian la altura óptima para el mismo analito.

EL QUEMADOR.-

El quemador es probablemente la parte mas importante del sistema. Fundamentalmente tiene dos funciones: introduce la solución a la flama y conduce los gases que van a dar origen a la flama. Generalmente la muestra entra al cuerpo del quemador por aspersión a través de un capilar sumergido en la solución.

Un buen quemador debe satisfacer los siguientes requisitos:

- 1.- Estabilidad.- La absorción para una concentración dada de

- berá permanecer constante, preferentemente aún de día en día.
- 2.- Sensibilidad.- La absorción para una concentración dada de berá ser alta.
 - 3.- Silencio.- Deberá ser inaudible e instrumentalmente silencioso y no inducir fluctuaciones a la salida.
 - 4.- Habilidad para quemar soluciones concentradas.
 - 5.- Libre de memoria.- El contenido de una muestra no debe afectar el resultado de la siguiente.
 - 6.- Libre de emisión o absorción de fondo. Deberá haber poca o ninguna absorción de la flama o de soluciones blanco libres del elemento de interés; la emisión no deberá producir error fotométrico.
 - 7.- Linearidad.- Las curvas de trabajo de concentración vs. absorbancia deberá ser recta sobre un rango lo mas grande posible.
 - 8.- Versatilidad.- Podrán ser corridos un gran número de elementos y tipos de muestra con el mismo quemador.
 - 9.- Rapidez de respuesta.- En situaciones de muestra limitada, se deberá establecer la absorción total rápidamente después de introducir la muestra.

Otros requisitos obvios son facilidad de limpieza, que no se corroa y fácil de ajustar.

Para seleccionar la zona mas adecuada de la flama se requiere que el quemador tenga movimiento vertical y rotación sobre el eje vertical. La rotación se puede usar para disminuir la sensibilidad al disminuir la longitud horizontal de la flama que debe cruzar el haz.

En A. A. se utilizan dos tipos de quemadores: los de consumo total o difusión y los que utilizan gases premezclados en una cámara antes de entrar a la flama.

En el quemador de consumo total el combustible, el oxidante y la muestra se pasan a través de canales separados a una abertura por la cual sale la flama. Esta flama es turbulenta y relativamente pequeña en sección transversal.

A pesar que el nombre del quemador implica una gran eficiencia, los dos tipos de quemadores sólo son aproximadamente 5% eficientes.

En los quemadores de premezclado, los gases se mezclan antes de alcanzar la parte superior del quemador. La ausencia de turbulencia requiere el premezclado del combustible y del oxidante así como la aspiración indirecta de la solución de la muestra. La mayoría de los quemadores de flujo laminar están equipados con cámaras de rocío en las cuales se genera la nebulización de la solución y se mezcla con los gases de combustión. La baja velocidad de flujo incrementa el tiempo de retención de los átomos en el camino óptico, contribuyendo así a una población atómica mas densa y a una mejor absorción.

El quemador se considera como una celda y una flama turbulenta correponde a una celda de longitud variable impredecible.

Las velocidades de aspiración para el quemador Perkin-Elmer (premezclado) es de 3 ml/min y 1.5 ml/min para el de consumo total.

Para los quemadores de premezclado, los gases que se utilizan mas comúnmente son aire y acetileno mientras que los quemadores de consumo total usan aire e hidrógeno.

Los límites de detección generalmente están dados en solución acuosa.

Cuando se utilizan solventes orgánicos, se incrementa la absorción para un elemento dado, probablemente debido a que los disolventes orgánicos tienen una tensión superficial

menor y producen gotas mas pequeñas, con el consiguiente aumento de eficiencia.

El acetileno que se puede emplear para A. A. es del empleado comúnmente en soldadura. El aire que se utilice debe rá estar libre de polvo y aceite.

El quemador de óxido nitroso

La flama aire-acetileno no es lo suficiente caliente para disociar compuestos de elementos tales como Al, B y Si y disocia incompletamente otros metales como Cr, Mo y Ba. Otro problema es que los elementos refractarios forman óxidos estables. Una combinación de óxido nitroso y acetileno disocia los compuestos refractarios.

La cabeza del quemador sólo tiene dos cambios: los patrones de flujo de gas son menos abruptos y el material se adelgazó para soportar temperaturas mas elevadas.

EL ASPERSOR

El aspersor es un aditamento usado para formar un ae rosol por dispersión de la solución en pequeñas gotitas con la ayuda de aire comprimido.

Las condiciones para un aspersor ideal son las siguientes:

- a) Deberá introducir la solución a la flama a una velocidad - constante.
- b) No se oeterá tapar u obstruir.
- c) Deberá ser fácilmente limpiable.
- d) Podrá ser fácilmente ajustado.
- e) El material del cual esté hecho no debe ser susceptible a la corrosión.

Si se incrementa la velocidad de alimentación, se in crementa la eficiencia del sistema de absorción pero no indefi

nicamente, se pueden presentar enfriamientos.

Para el quemador Perkin-Elmer, la longitud del tubo capilar aspersor es de 20 cm y la velocidad de alimentación es de 3 ml/min. Fig. 6.

Hay otros mecanismos para introducir la solución a la cámara de nebulización; puede ser por bombas o por inyección con jeringas.

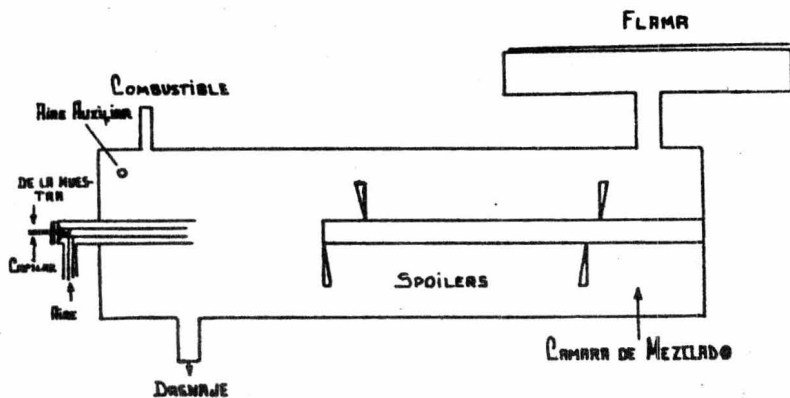


FIG. 6.- ASPERSOR Y QUEMADOR

SISTEMA OPTICO

Lentes

Se utiliza un par de lentes convergentes a fin de convertir un haz de luz divergente a un haz prácticamente paralelo mientras pasa a través de la flama y hacerlo converger otra vez cuando se dirige al sistema de detección. Las lentes deben ser de cuarzo y requieren una limpieza frecuente de manera que depósitos ocasionales no disminuyan la intensidad de la luz que debe llegar y salir de la flama.

Separadores y combinadores del haz

Los elementos que separan el haz, en el sistema de doble haz, generalmente son semi-espejos o espejos montados en sectores rotatorios (choppers reflectores. Fig. 7). Los combinadores de los haces también son semiespejos.

SISTEMA DE SELECCION

Filtros

Son la forma más sencilla de seleccionar y aislar la línea cuya absorción se va a medir, cuando el elemento de interés emite espectros muy simples y con líneas bien espaciadas.

Monocromadores

Es el primer paso selectivo impuesto por la línea estrecha de absorción que actúa en una línea emitida en la fuente, la cual es todavía más estrecha. Los monocromadores aíslan la línea de resonancia de otras líneas que pueden ser emitidas por la fuente en la vecindad. También sirven para evitar la admisión de demasiada radiación de fondo de la fuente (la radiación de fondo de la fuente causa curvatura en las curvas de trabajo).

Las radiaciones de fondo pueden ser:

- a) De la fuente (radiación no absorbida) y
- b) De la flama (radiación emitida por la flama misma o debido a la presencia de elementos emisores.

La abertura de los monocromadores debe ser lo más estrecha posible para eliminar lo más que se pueda las radiaciones no deseadas.

La señal que viene de la fuente (línea espectral) se reduce proporcionalmente conforme se cierra la abertura, la se

nal de radiación de fondo de la flama se reduce en proporción al cuadrado de la disminución de la abertura.

SISTEMA FOTOMETRICO

El sistema fotométrico se requiere para la operación instrumental final: fotodetección, amplificación y medición.

Las señales del detector, una vez amplificadas, se convierten a una señal visual: una deflexión de una aguja en un medidor o un resultado digital. Las lecturas pueden representar porcentajes de absorción, absorbancias o concentración dependiendo del tipo de escala.

El detector recibe sólo la emisión característica del analito de la fuente, absorbida parcialmente en el sistema de absorción y aislada de otras radiaciones de diferentes longitudes de onda por el sistema de selección. La lectura final representará cierta absorción (no distorsionada) dependiendo de la concentración del analito en la solución que se prueba.

Con otras condiciones, la lectura final será aparente (distorsionada) por ejemplo:

La flama contribuye con emisión de fondo; el detector recibe la línea de emisión de la fuente parcialmente absorbida y una parte de la emisión de fondo de la flama; las absorciones medidas son aparentemente más pequeñas.

El analito contribuye con algo de emisión. Este caso es característico de la determinación de elementos altamente emisores. La línea de emisión de la fuente, parcialmente absorbida es aumentada en la misma longitud de onda con algo de emisión producida por el analito en la flama.

Estos casos producen curvatura de las curvas de trabajo, en ambos casos se disminuye la sensibilidad.

Modulación

Modulando la fuente y sintonizando el sistema fotomé

INTERFERENCIAS

Las anomalías observadas en la determinación de los elementos por absorción atómica, pueden ser de dos tipos: físicas y químicas.

INTERFERENCIAS FÍSICAS.- Pueden afectar diversos analitos de manera similar. Son los factores que pueden modificar el comportamiento de la solución como un líquido que sufre un proceso de formación de rocío y una subsecuente evaporación.

Las pérdidas de sensibilidad pueden ser debidas a cambios en la velocidad de alimentación; aparentes incrementos de sensibilidad se pueden considerar, algunas veces, como pérdidas de energía debido a que un contenido salino elevado puede ocasionar un efecto secundario.

Las variaciones de densidad afectan la eficiencia del rociador, varía el tamaño de las gotas y produce variaciones en la cantidad de vapor atómico en la flama. Si los efectos son constantes y se compensan los estándares, la determinación da resultados aceptables.

INTERFERENCIAS QUÍMICAS.- Algunas veces parecerá que las interferencias no son químicas sino físicas (excitación, ionización, etc) pero hay que recordar que estos fenómenos están determinados por la composición química de la solución.

- a) **Disociación.-** La temperatura de la flama es insuficiente para la disociación de las moléculas y formar la concentración correcta de átomos libres.
- b) **Ionización.-** La introducción de un elemento fácilmente ionizable en la flama desplaza el equilibrio a favor de la formación de átomos neutros e incrementa la absorción que se va a medir. Ej. Determinación de K en presencia de un exceso de Na.
- c) **Excitación.-** Una temperatura de flama excesiva puede provo

car incrementos en la excitación influyendo directamente en las determinaciones aumentando la luz emitida por la flama; se puede eliminar por modulación.

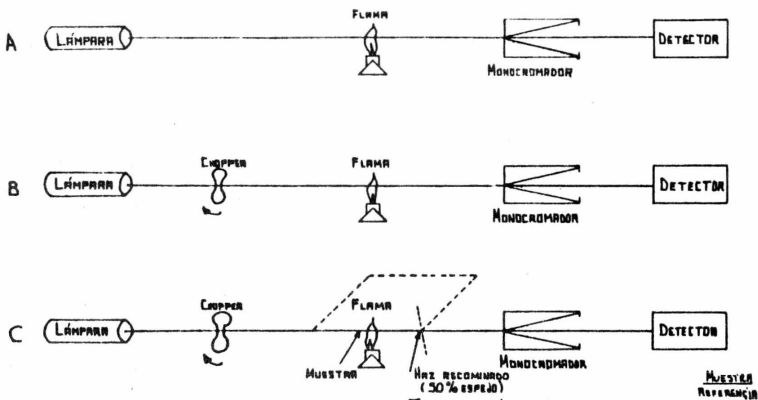
d) Inhibición: Se clasifican como interferencias aniónicas y catiónicas. Como ejemplo tenemos la absorbancia del magnesio que disminuye en presencia de 5 ppm de Fe.

El aluminio no está completamente definido ya que causa interferencias aniónicas y catiónicas debido a su carácter anfótero.

Como interferencias aniónicas están las depresiones en las determinaciones de Mg, Ca y Sr en presencia de sulfatos, silicatos y fosfatos. Esta interferencia puede interpretarse como la formación de moléculas ligeramente disociadas.

Las interferencias químicas se pueden suprimir drásticamente si se efectúa una separación química del analito de los otros componentes o si se eliminan todos o una parte sustancial de los otros componentes.

ELEMENTOS FUERTEMENTE EMISORES.- Algunos elementos producen una emisión intensa en la flama, representan un caso de interferencia espectral que podría llamarse auto-interferencia espectral. Se puede reducir modulando, diluyendo la solución, escogiendo otra línea de absorción, utilizando una flama más fría, haciendo la flama más pequeña. Algunos elementos que presentan esta característica son: sodio, litio, potasio, rubidio, cesio, estroncio, calcio y bario.



SISTEMA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

A- SISTEMA C.D. DE UN haz. LA LÁMPARA Y LA EMISIÓN DE LA FLAMA NO TIENEN CHOPPER.

B- SISTEMA C.A. DE UN haz. LA LUZ DE LA LÁMPARA CORTADA. LA LUZ DE LA FLAMA NO

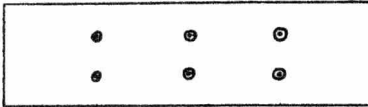
C- SISTEMA C.A. DE DOBLE haz. LA LUZ DE LA LÁMPARA PASA ALTERNATIVAMENTE A TRAVÉS DE LA FLAMA (HAZ DE LA MUESTRA) Y OTROS DE LA FLAMA (HAZ DE REFERENCIA) LA SALIDA ES LA RELACIÓN DE LOS HACES.

EXPERIMENTACION

Se realizó el análisis de tres muestras de hierro no dúctil. Una de ellas mostró ductilidad y las otras dos no.

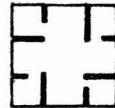
El objetivo de analizar estas muestras en diferentes puntos es descubrir si existe una distribución especial que justifique el que esas dos probetas no sean dúctiles.

Las probetas son paralelepípedos. El criterio que se siguió para la toma de muestras fue el siguiente: a cada lado de la probeta se le asignó un sistema de ejes coordenados, teniendo como origen uno de los vértices y considerando principio siempre el mismo extremo.



El eje x se dividió en cuatro partes iguales y el eje y en tres; las muestras se designan por sus coordenadas.

Las perforaciones se hicieron con una broca de acero de alta velocidad de 9/64"; en y = 1 a 0.3 cm de profundidad y en y = 2 a 0.6 cm.



Las dimensiones de las probetas se pueden ver en el siguiente cuadro:

DIMENSIONES DE LAS PROBETAS

Probeta	Longitud	Altura	Ancho	Caras
M-1	7 cm	1.9 cm	2 cm	1, A, B, C
M-2	8.9	1.9	"	2, D, E, F
M-3	5.0	1.3	"	3, J, G.

DISTANCIAS ENTRE PERFORACION Y PERFORACION

Probeta	Eje x	Eje y	# Muestras
M-1	1.75 cm	0.66 cm	24
M-2	2.25	"	24
M-3	1.25	"	12

El procedimiento para la disolución fue:

- a) Pesar 0.100 g de muestra,
- b) Agregarle 10 ml de HCl 1:1,
- c) Agregar cinco gotas de HNO_3 y calentar hasta eliminación de vapores nitrosos,
- d) Filtrar,
- e) Adicionar 5 ml de cloruro de estroncio al 10%,
- f) Enfriar, aforar a 100 ml y leer.

Preparación de patrones para la curva de calibración

- a) Se preparan estándares de 0.01, 0.02, ..., 0.07 mg Mg/100 ml de solución,
- b) Agregar 9 ml de solución de Fe (1g/lt),
- c) Agregar 5 ml de cloruro de estroncio al 10%,
- d) Aforar a 100 ml y leer.

El grado con que las interferencias químicas afectan la absorbancia dependen del tipo de flama usada. En la flama aire-acetileno se pueden eliminar la mayoría de las interferencias con la adición de estroncio (1000-5000 $\mu\text{g}/\text{ml}$) o lantano (10 000 $\mu\text{g}/\text{ml}$).

Las soluciones que contienen 200 $\mu\text{g}/\text{ml}$ de interferentes en 0.4 $\mu\text{g}/\text{ml}$ Mg muestran el siguiente patrón de interferencias:

	Absorbancia Mg		Absorbancia Mg
Al	- 24 %	SiO_2	- 42%
Li	+ 10%	CO_2	- 17%
Ti	- 16%	SeO_2	- 19%
Zr	+ 9%		

Las condiciones instrumentales fueron: $\lambda = 285.2 \text{ nm}$, slit 4 (0.7 nm), flama aire-acetileno oxidante (azul), corrien

te de la lámpara 20 mA.

Los análisis se efectuaron en un espectrofotómetro de Absorción atómica Perkin-Elmer modelo 303.

La flama acetileno-óxido nitroso no muestra interferencias excepto un incremento en la absorbancia de 15% por - los metales alcalinos debido a la supresión de la ionización.

A continuación se muestran los resultados obtenidos:

Muestra	$\bar{X} - 1$	
	Profundidad	% Mg
1(1,1)	0.3 cm	0.077
1(2,1)	0.3 cm	0.051
1(3,1)	0.3 cm	0.070
1(1,2)	0.6 cm	0.047
1(2,2)	0.6 cm	0.056
1(3,2)	0.6 cm	0.053
A(1,1)	0.3 cm	0.055
A(2,1)	0.3 cm	0.045
A(3,1)	0.3 cm	0.045
A(1,2)	0.6 cm	0.070
A(2,2)	0.6 cm	0.070
A(3,2)	0.6 cm	0.056
B(1,1)	0.3 cm	0.027
B(2,1)	0.3 cm	0.027
B(3,1)	0.3 cm	0.042
B(1,2)	0.6 cm	0.027
B(2,2)	0.6 cm	0.038
B(3,2)	0.6 cm	0.038
C(1,1)	0.3 cm	0.031
C(2,1)	0.3 cm	0.048
C(3,1)	0.3 cm	0.053
C(1,2)	0.6 cm	0.040
C(2,2)	0.6 cm	0.041
C(3,2)	0.6 cm	0.061

$$\Sigma x = 1.168$$

$$\Sigma Mg = 0.049$$

$$s^2 = 0.0002034$$

$$s = 0.0142618$$

Muestra	Profundidad	% Mg
2(1,1)	0.3 cm	0.028
2(2,1)	0.3 cm	0.025
2(3,1)	0.3 cm	0.014
2(1,2)	0.6 cm	0.030
2(2,2)	0.6 cm	0.016
2(3,2)	0.6 cm	0.015
D(1,1)	0.3 cm	0.021
D(2,1)	0.3 cm	0.019
D(3,1)	0.3 cm	0.022
D(1,2)	0.6 cm	0.021
D(2,2)	0.6 cm	0.022
D(3,2)	0.6 cm	0.022
E(1,1)	0.3 cm	0.010
E(2,1)	0.3 cm	0.017
E(3,1)	0.3 cm	0.017
E(1,2)	0.6 cm	0.017
E(2,2)	0.6 cm	0.020
E(3,2)	0.6 cm	0.021
F(1,1)	0.3 cm	0.023
F(2,1)	0.3 cm	0.023
F(3,1)	0.3 cm	0.023
F(1,2)	0.6 cm	0.024
F(2,2)	0.6 cm	0.019
F(3,2)	0.6 cm	0.024

$$\begin{aligned} \Sigma &= 0.530 \\ \% \text{ Mg} &= 0.022 \\ \sigma^2 &= 0.000016 \\ \sigma &= 0.004 \end{aligned}$$

M - 3

Muestra	Profundidad	% Mg
3(1,1)	0.3 cm	0.066
3(2,1)	0.3 cm	0.067
3(3,1)	0.3 cm	0.056
3(1,2)	0.6 cm	0.043
3(2,2)	0.6 cm	0.037
3(3,2)	0.6 cm	0.052
G(1)	0.3 cm	0.054
G(2)	0.3 cm	0.047
G(3)	0.3 cm	0.060
J(1)	0.6 cm	0.058
J(2)	0.6 cm	0.056
J(3)	0.6 cm	0.061

$$\Sigma_t = 0.657$$

$$\bar{x}_{Mg} = 0.055$$

$$\sigma^2 = 0.000133$$

$$\sigma = 0.011532$$

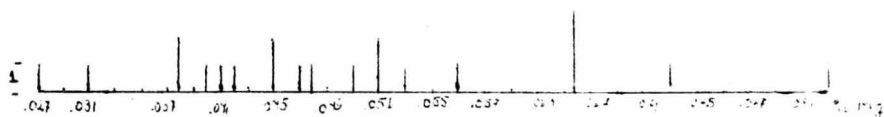
DISTRIBUCION DE FRECUENCIAS

M-1 $\overline{\% M_p} = 0.049$ $\sigma = 0.018$

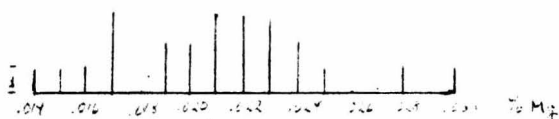
M-2 $\overline{\% M_p} = 0.022$ $\sigma = 0.004$

M-3 $\overline{\% M_p} = 0.055$ $\sigma = 0.011$

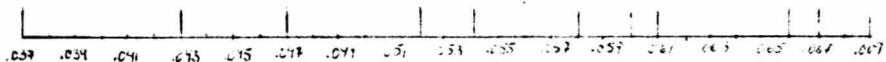
M - 1



M - 2



M - 3



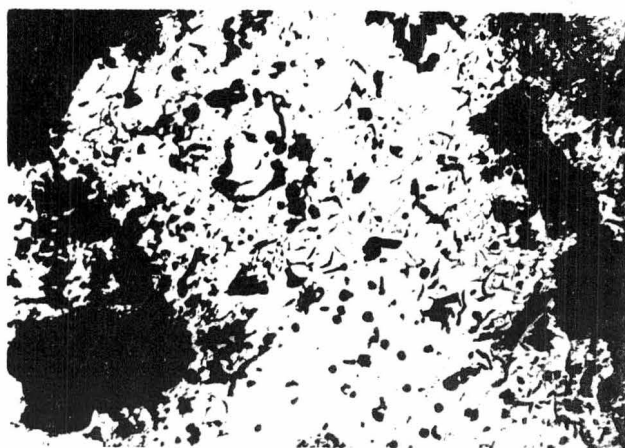
La muestra # 1 presentó inclusiones de escoria y de arena. El grafito en las zonas cercanas a la escoria aparece vermicular. En las zonas nodulares se observa grafito tipo I y atacando la muestra con nital muestra matriz perlítica y estructura "ojo de buey". A mayores aumentos se observan carburos que contribuyeron a disminuir la ductilidad de este material.

Esta muestra presentó comportamiento frágil.

La muestra # 2 tiene estructura de hierro gris tipo A y al ataque con nital se observa matriz perlítica-ferrítica. Presentó comportamiento frágil.

La muestra # 3 presenta grafito tipo I y II, matriz perlítica-ferrítica y estructura "ojo de buey".

Se comportó dúctilmente.



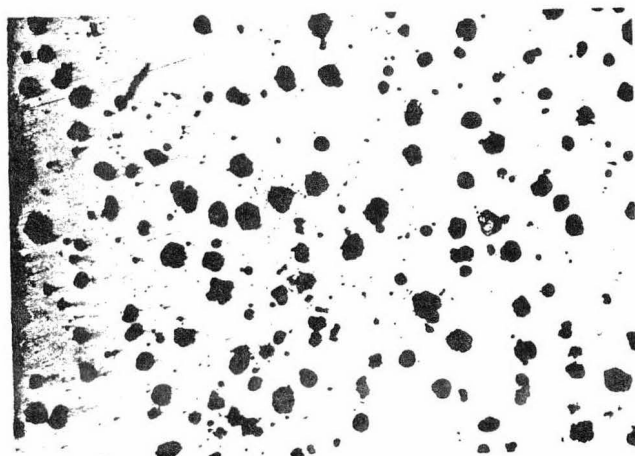
MUESTRA 1 100 X SIN ATAQUE



MUESTRA 1 400 X NITRIL



MUESTRA 2 100 X NITAL



MUESTRA 3 100 X SIN NITAL

C O N C L U S I O N

Por los resultados obtenidos se deduce que la distribución del magnesio en el hierro nodular no es normal sino aleatoria.

En la muestra número uno, a pesar que el contenido de magnesio fue correcto, la nodulación no fue completa. En esta probeta se observa la presencia de carburos e inclusiones de escoria que disminuyeron la ductilidad; por otra parte, no determiné azufre y el análisis del Mg no distingue entre Mg y MgS, entonces el contenido real de Mg puede ser menor.

El análisis del Mg es importante pero no definitivo, si se controlan bien los demás elementos se pueden obtener las propiedades mecánicas requeridas.

B I B L I O G R A F I A

- 1.- ASM committee on Nodular Iron, "Nodular Cast Iron", Metals Handbook, Vol. 1, A.S.M. Metals Park, Ohio.
- 2.- Belcher, C. B., "Análisis de metales ferrosos por absorción atómica", VARIAN TECHTRON.
- 3.- "Ductile Iron Production", Quebec Iron and Titanium Corporation.
- 4.- Kahn, H. L., "Instrumentations for A. A.", JOURNAL OF CHEMICAL EDUCATION, Vol. 43, No. 1, January 1966.
- 5.- Beyer Merrel, "The determination of Mn, Cu, Cr, Ni & Mg in cast iron and steel". PERFECT CIRCLE CORPORATION, Hagerstown, Indiana.
- 6.- Pérez Solís, H. "Desarrollo de hierro nodular en Siderúrgica Nacional, S. A. (tesis)", Universidad Nacional Autónoma de México, 1974.
- 7.- Pickett, E. E. & Koiryohann, S. R., "Emission Flame Photometry - A new look at an old method", ANALYTICAL CHEMISTRY, Vol. 41, No. 14, December 1969.
- 8.- Ramírez-Muñoz, J., "Atomic Absorption Spectroscopy", Elsevier Publishing Company, Amsterdam, 1968.
- 9.- Sprague, S. & Slavin, W., "Determination of Cu, Ni, Co, Mn & Mg in Iron and Steels by A. A. Spectrophotometry", A. A. NEWSLETTER, No. 23, Aug. 1964.
- 10.- "Magnesium by the atomic absorption method", ASTM, E-351.
- 11.- A.S.T.M. Standards, A-247 y A 644-71.