



Universidad Nacional Autónoma  
de México

---

FACULTAD DE QUIMICA

CONTROL DE CALIDAD DE ANODOS  
DE SACRIFICIO

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE  
INGENIERO QUIMICO

P R E S E N T A

JOSE LUIS MACOTELA COLIN



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.



DECLARACIÓN  
COMPROBACIÓN DE CALIDAD DE BURO

TESIS 1938  
N.º 212  
27/2/55  
L. V. G.  
REC.  
Y HOR.  
REV.

Presidente Prof: Manuel Felipe Guerrero Fernández  
Vocal Profa: Esperanza Schroeder Gutiérrez  
Secretario Prof: Manuel Buenrostro García  
1er. Suplente Prof: Jorge Mencarini Peniche  
2o. Suplente Profa: Martha Rodríguez Pérez

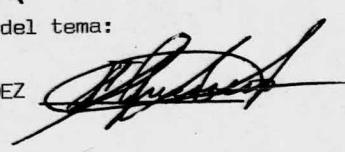
Sitio donde se desarrolló el tema:

PETROLEOS MEXICANOS E INSTITUTO MEXICANO DEL PETROLEO.

Nombre completo y firma del sustentante:

JOSE LUIS MACOTELO COLIN 

Nombre completo y firma del asesor del tema:

ING. MANUEL FELIPE GUERRERO FERNANDEZ 

DEDICO ESTE TRABAJO CON TODO  
CARINO A:

MIS PADRES :

LUIS MACOTELA BASURTO; GRAN EJEMPLO COMO PADRE Y EN RECONOCIMIENTO  
TO A SU PREOCUPACION MORAL POR MI REALIZACION PROFESIONAL.

ANGELA COLIN DE MACOTELA; A SUS SACRIFICIOS, LAGRIMAS Y DESVELOS  
MI AGRADECIMIENTO.

A MI ESPOSA:

CARMEN CERDA; POR SU AMOR Y COMPRESION:

A MIS HIJAS :  
KARINA Y KARLA.

ING. MANUEL F. GUERRERO FERNANDEZ;

POR LA DIRECCION DEL TRABAJO DE TESIS, POR SUS CONSEJOS  
Y SUGERENCIAS.

MAESTROS, AMIGOS Y COMPAÑEROS.

## INDICE GENERAL

	CAPITULO	PAGINA No.
I	INTRODUCCION	1
II	CORROSION Y SU CONTROL	3
III	SISTEMAS DE PROTECCION CATODICA	22
IV	ESPECIFICACIONES DE SERVICIO DE LOS ANODOS DE SACRIFICIO.	33
V	ANALISIS Y PRUEBAS DE LABORATORIO PARA EVALUAR EL COMPORTAMIENTO ELECTROQUIMICO Y LA COMPOSICION QUIMICA DE LOS ANODOS GALVANICOS	38
VI	MUESTREO ESTADISTICO, INSPECCION Y CONTROL DE CALIDAD DE LOS ANODOS DE SACRIFICIO.	80
VII	CONCLUSIONES	96
VIII	BIBLIOGRAFIA	97

## C A P I T U L O I

### I N T R O D U C C I O N

Uno de los mayores problemas que presenta la adquisición de materiales destinados a la protección catódica de las estructuras metálicas enterradas o sumergidas (tales como plataformas de perforación, líneas de conducción, barcos, muelles, etc.) es el que se refiere a la calidad de éstos, los cuales se solicitan asignando les características basadas por lo general en informes o en la literatura que proporcionan sus fabricantes.

En la mayoría de los casos se procede a instalarlos, sin verificar previamente si cumplen o no con las especificaciones que pregona su fabricante, quedando el consumidor expuesto a la buena o mala fé del proveedor.

Esta omisión en el control de calidad repercute con relativa frecuencia en la operación de los sistemas protectores y da lugar a que las superficies protegidas resulten inferiores a las previstas y que las instalaciones tengan una vida útil mas corta y sea necesario hacer inversiones mas frecuentes y mayores que las planeadas.

Con base en lo anterior y tomando en cuenta que un gran porcentaje de los actuales sistemas de protección catódica en México utilizan ánodos de sacrificio, este trabajo será enfocado principalmente hacia los requerimientos mínimos de calidad que de - - - -



... ben observar estos materiales anódicos, así como los métodos de prueba y control que permitan certificar en un momento dado su cumplimiento, a fin de poder ayudar en parte a que los fabricantes nacionales de estos productos estén en posibilidad de garantizar su bondad y a los proyectistas disponer de información confiable que les permita predecir y verificar su comportamiento.

## C A P I T U L O    I I

### CORROSION Y SU CONTROL

#### 1.- Aspectos generales de la corrosión.

La corrosión es definida como la destrucción de un metal por reacciones químicas o electroquímicas realizadas con el medio ambiente y es uno de los principales problemas que se ha presentado en la mayoría de las industrias, destruyendo grandes cantidades de metal por año y provocando transtornos y pérdidas de tipo-económico, humano y social.

Dentro del aspecto económico tenemos:

- a).- Reposición del equipo corroído.
- b).- Paros de producción debido a fallas por corrosión.
- c).- Contaminación de productos.
- d).- Pérdidas de eficiencia, ya que los productos de la corrosión-entorpecen el buen funcionamiento del equipo afectado.
- e).- Pérdida de producto debida a alguna fuga ocasionada por la -corrosión.
- f).- Daño al equipo adyacente a aquel en el cual se tuvo la falla.

Dentro del aspecto humano tenemos:

- a).- Aumento en los riesgos a que el trabajador está expuesto, ya que fallas violentas pueden producir incendios, explosiones, -liberación de productos tóxicos, etc.

Dentro del aspecto social tenemos:

- a).- Contaminación ambiental, debida a los productos liberados a la

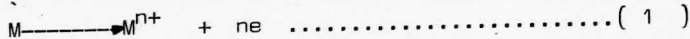
.. atmósfera constantemente cuando el equipo dañado no se repone - rápidamente ya sea por negligencia o por exigencias de producción .

2).- Teoría electroquímica de la corrosión.

Todo proceso de corrosión necesita por lo menos de una reacción de oxidación y otra de reducción por lo que podemos resumir que las reacciones de la corrosión son electroquímicas por naturaleza y debido a esto es posible dividir el proceso de la corrosión en reacciones anódicas y reacciones catódicas.

a).- Reacciones anódicas.

Durante el ataque corrosivo la reacción anódica siempre es la oxidación del metal a un estado superior de valencia y se puede representar en la forma general como sigue:



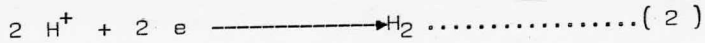
Es decir la corrosión del metal M da por resultado su oxidación para formar ión con valencia n+ y la liberación de n electrones.

El valor de n depende de la naturaleza del metal así -- por ejemplo para el zinc n vale 2 .

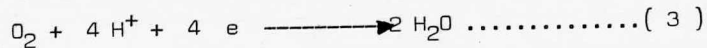
b).- Reacciones catódicas

Hay varias reacciones catódicas que se encuentran durante la corrosión tales como las que se listan a continuación:

Desprendimiento de hidrógeno.



Reducción de oxígeno en medio ácido



Reducción de oxígeno en soluciones neutras o alcalinas.



Reducción de un ión metálico.



Depósito de metal.



Todas estas reacciones tienen en común que consumen -- electrones y todas las reacciones de corrosión son simplemente combinaciones de una o más de las reacciones catódicas indicadas, unidas con una reacción anódica.

C).- Ejemplos de reacciones de corrosión.

c.1 Corrosión en medio ácido.

Un ejemplo típico de la corrosión es la reacción que - se efectuá al poner una barra de zinc metálico en contacto con un - medio ácido ( HCl en solución acuosa ) .

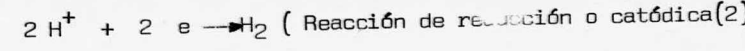
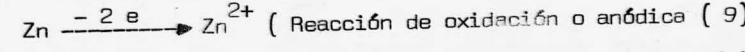
Reacción total.



Como el ión cloruro aparece en ambos miembros de la -- ecuación, no es alterado por la reacción por lo cual la ecuación -- puede ser simplificada de la siguiente manera:



Est a última ecuación indica que la corrosión del zinc en ácido clorhídrico consiste simplemente en la reacción entre el zinc - y los iones hidrógeno que producen iones zinc y gas hidrógeno y puede ser dividida en una reacción de oxidación y otra de reducción.



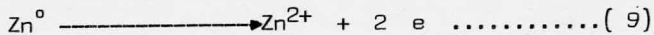
Configurandose así el par interno de óxido-reducción

Ahora bien, a cada una de las dos reacciones referidas se les llama media reacción y así; la ecuación No. 9 es la media reacción de oxidación también llamada en términos de corrosión reacción anódica en tanto que la ecuación 2 es la media reacción de reducción o catódica ( fig. 1 ) .

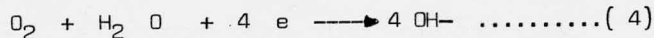
En consecuencia como las dos reacciones se realizan en forma simultánea, la reacción completa o reacción de corrosión es la suma de ambas.

Podemos complicar un poco más el ejemplo anterior al considerar que la corrosión del zinc se efectúa en ácido clorhídrico conteniendo además oxígeno disuelto, aquí existe la posibilidad de dos reacciones catódicas: el desprendimiento de hidrógeno y la reducción del oxígeno, por lo que la velocidad de la corrosión se incrementa ( fig. 2 ) .

La reacción de oxidación o anódica es :



Y las reacciones catódicas o de reducción son :



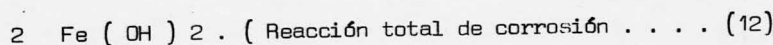
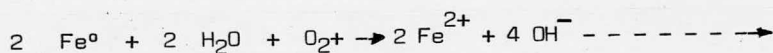
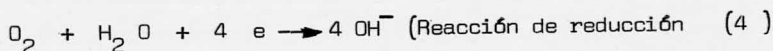
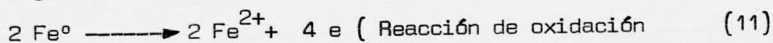
Además como la reacción se efectúa en medio ácido — los iones  $\text{OH}^-$  inmediatamente reaccionan con las iones  $\text{H}^+$  para formar agua :



### c.2 La corrosión en medio neutro o alcalino.

La corrosión también se presenta en agua limpia, en aire húmedo o en soluciones alcalinas. Las soluciones acuosas disuelven rápidamente el oxígeno del aire siendo esta la fuente de -

.. oxígeno requerida en los procesos corrosivos. La corrosión -  
mas familiar de este tipo es la oxidación del fierro cuando se  
expone a una atmósfera húmeda o bien en agua y se lleva a cabo  
la siguiente reacción.



Los productos de ésta reacción ( llamados también productos -  
de corrosión ) son iones  $\text{Fe}^{2+}$  y iones  $\text{OH}^{-}$  que reaccionan para -  
formar  $\text{Fe}(\text{OH})_2$  insoluble ( Fig. 3 )

La presencia de los productos de la corrosión es una de las -  
formas por las cuales se detecta ésta, sin embargo, es convenien  
te hacer notar que no todos los productos de la corrosión son vi  
sibles, por ejemplo al exponer una pieza de aluminio al aire, se  
forma una película casi invisible de óxido por ser ésta muy del-  
gada.

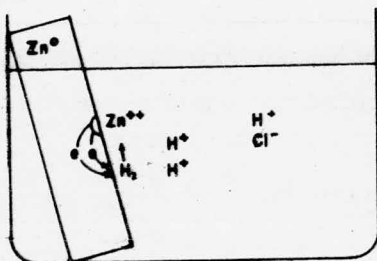


Fig. No. 1

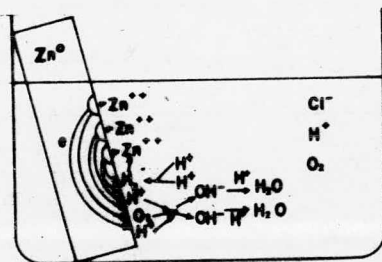


Fig. No. 2

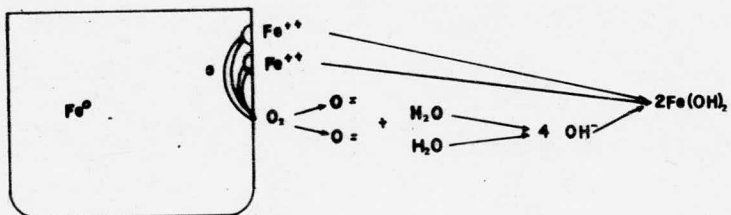


Fig. No. 3

3).- Tipos de corrosión, detección y criterios para reducirla.

La corrosión ocurre en muchas y muy variadas formas pero su clasificación generalmente se basa en la apariencia del metal corroído; siendo uniforme si el metal se corroe a la misma velocidad en toda la superficie o bien puede ser localizada en cuyo caso solamente resultan afectadas áreas pequeñas. A la vez la corrosión localizada la podemos subdividir en varios tipos dependiendo de las causas que la producen.

Los diferentes tipos de corrosión se presentan en la tabla No. 1, se esquematizan en la figura No. 4 y a continuación se discute cada uno de ellos.

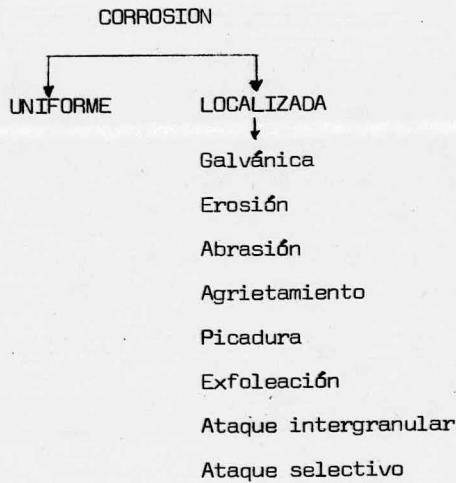
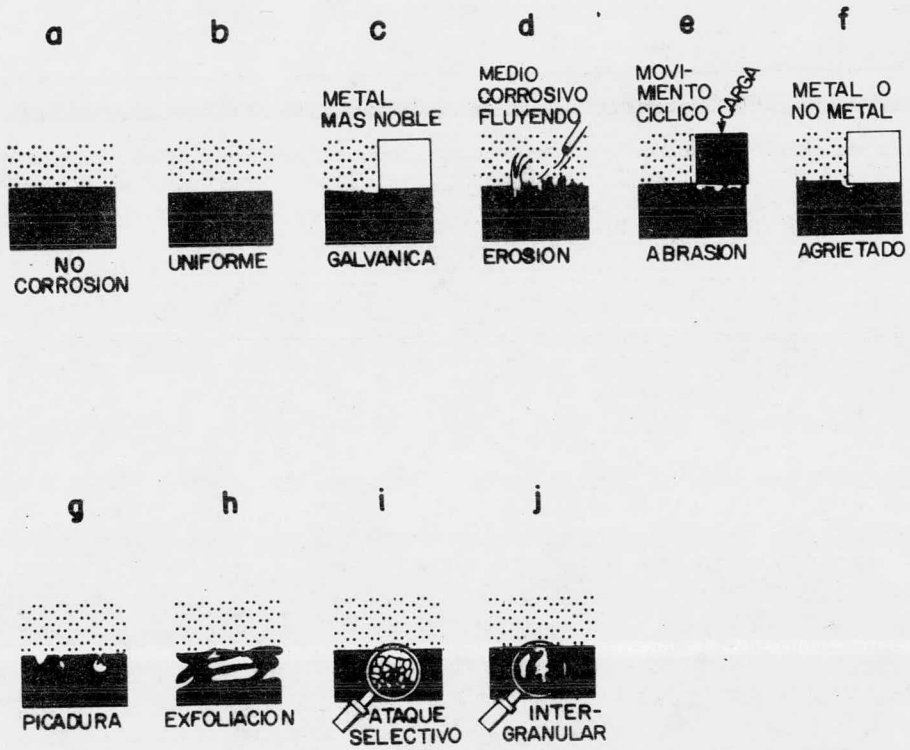


Tabla No. 1 Tipos de Corrosión.





**Fig. No. 4.-TIPOS DE CORROSION**

a).- Corrosión uniforme.

El ataque uniforme sobre grandes áreas de una superficie metálica ( fig. 4b) es la forma mas común de la corrosión y — puede ser húmeda o seca. Este tipo de corrosión es el mas fácil de medir y detectar simplemente por inspección regular

El criterio que se sigue por controlarla es el de proteger la superficie con algún recubrimiento que la aisle del medio ambiente como pinturas o cintas de hule sintético. Cuando estos procedimientos no son suficientes para prevenir la corrosión porque la superficie a proteger sea muy grande y enterrada o sumergida, se utilizan métodos eléctricos de prevención — llamados de protección catódica ( que posteriormente serán vistos con mayor detalle )

b).- Corrosión localizada.— Dentro de la corrosión localizada tenemos:

b.1 Corrosión galvánica. La corrosión galvánica se presenta cuando dos metales diferentes en contacto o unidos por medio de un — conductor eléctrico son expuestos a una solución conductora llamada electrolito( fig. 4c).

En este caso existe una diferencia de potencial eléctrico entre los metales diferentes y sirve como fuerza directriz para el paso de la corriente eléctrica a través del medio electrolítico— en tal forma que el flujo de corriente corroe a uno de los metales del par formado.

Mientras mas grande es la diferencia de potencial entre dos metales, mayor es la probabilidad de que se presente la corrosión galvánica, debiendose hacer notar que este tipo de corrosión solo causa deterioros en uno de los metales del par formado mien—

tras que el otro metal casi no sufre daño.

El metal que se corroe recibe el nombre de metal activo mientras que el que no sufre daño se llama metal más noble.

La corrosión galvánica es a menudo reconocida por el incremento del ataque junto a la unión de los dos metales, como se indica en la fig. 4c, y este tipo de corrosión puede ser controlado por el uso de aislamiento o restringiendo el uso de uniones de metales cuando ellos formen diferencias de potencial muy grandes en el medio ambiente en que se encuentren .

La diferencia de potencial puede ser apreciada utilizando como referencia la serie galvánica de los metales y aleaciones indicados en la table No. 2.

Otra forma de reducir la corrosión galvánica es evitando la presencia de grandes areas de metal noble con respecto a las de metal activo.

Metal activo o anódico



Metal pasivo o catódico

Magnesio  
Aleaciones de magnesio  
Zinc  
Acero galvanizado  
Aluminio 1100  
Aluminio 2024  
Acero  
Hierro dulce  
Hierro colado  
Acero inoxidable 13% Cr. tipo 410  
( activo )  
Acero inoxidable 18-8, tipo 304  
( activo )  
Soldaduras tipo Pb-Sn  
Plomo  
Estaño  
Metal muntz  
Bronce al manganeso  
Latón naval  
Niquel ( activo )  
Aleación 76% Ni, 16% Cr, 7% Fe ( activa )  
Aleación 60% Ni, 30% Mo, 8% Fe, 1% Mn.  
Latón amarillo  
Latón admiralty  
Latón rojo  
Cobre  
Bronce al silicio  
Cupro-niquel 70-30 %.  
Bronce 6  
Soldadura de plata  
Niquel ( pasivo )  
Aleación 76% Ni, 16% Cr, 7% Fe ( pasiva )  
Acero inoxidable 13% Cr, tipo 410  
( pasivo )  
Plata  
Gráficoito  
Oro  
Platino

Tabla No. 2.- Serie galvánica en agua de mar de algunos de los metales y aleaciones de mayor uso en la industria.

## b.2 Corrosión por erosión.

Este tipo de corrosión es muy peligroso por tratarse de un proceso parcialmente químico y mecánico ( fig. 4d.) .La corrosión puramente electroquímica se vuelve mas lenta tan pronto como una capa obstructiva de productos de la corrosión ha sido formada, pero cuando estos productos son continuamente removidos por fricción u otra operación mecánica, la corrosión entonces continúa a su velocidad inicial destruyendo asi mas rapidamente el metal.

Este tipo de corrosión puede ser causado bien por un flujo turbulento o porque el líquido lleve en su seno partículas abrasivas y frecuentemente se observa en impulsores de bombas, agitadores, en codos, en cambios de dirección de tuberías, en serpentines, etc. Este defecto se presenta en forma de herraduras orientadas en sentido contrario al flujo.

La corrosión por erosión puede ser evitada por cambios de diseño o por selección de materiales mas resistentes.

## b.3 Corrosión por agrietamiento.

Las condiciones del medio corrosivo en una grieta pueden con el tiempo volverse mas severas que las existentes en una superficie limpia y abierta y por lo tanto propiciar el desarrollo de la corrosión dentro de la grieta ( figura 4e.)

La corrosión por agrietamiento generalmente se atribuye a los siguientes factores:

Cambios de acidez en la grieta o hendidura

Escases de oxígeno en la grieta.

Concentración de iones en la grieta diferente al resto de la superficie.

Agotamiento del inhibidor ( si lo hay ) en la grieta.

Para prevenir este tipo de corrosión es necesario seleccionar las aleaciones y el diseño de tal manera que se reduzcan las hendiduras al mínimo .

#### b.4 Corrosión por picadura.

Consiste en un ataque localizado y rápido dando como resultado la formación de pequeñas cavidades alrededor de las cuales el metal está relativamente sin atacar, esto es debido a la formación de fuertes áreas anódicas, las cuales se deben a diferentes factores-- como por ejemplo las formadas bajo depósitos porosos de productos de corrosión o de materia extraña que puede ocasionar una concentración localizada de iones ( fig. 4f)•

La forma de una picadura es a menudo responsable de su propio avance por las mismas razones mencionadas en la corrosión por agrietamiento es decir una picadura puede ser considerada como una grieta o hendidura formada por si misma.

La corrosión por picadura es un proceso lento que puede llevarse -- meses y años antes de ser visibles por lo que causa fallas inesperadas. El pequeño tamaño de la picadura y las minúsculas cantidades de metal que se disuelve al formarla, hacen que la detección de esta sea muy difícil en sus etapas iniciales.

La limpieza de la superficie y la selección de los materiales adecuados, resistentes a la formación de picaduras en un medio ambiente determinado, es generalmente el camino mas seguro para evitar este tipo de corrosión.

#### b.5 Corrosión por exfoliación

La corrosión por exfoliación es una corrosión sub-superficial que comienza sobre una superficie limpia pero que se desarrolla por debajo de ella y difiere de la corrosión por picadura en que el ataque

.. tiene una apariencia laminar ( fig. 4g.)

Al final del ataque, una muestra tiene la apariencia de un mazo de baraja en el cual algunas de las cartas han sido extraídas.

Este mecanismo es muy común en aleaciones de aluminio y se combate -- utilizando aleaciones especiales y tratamientos térmicos.

#### b.6 Corrosión por disolución selectiva.

La corrosión por disolución selectiva se produce al efectuarse la remolición de uno de los elementos de una aleación siendo el ejemplo mas - común la eliminación de zinc en aleaciones de cobre-zinc, conocido este fenómeno con el nombre de zincinificación.

Este fenómeno produce un metal poroso que tiene propiedades mecánicas - muy pobres. Este tipo de corrosión se evita usando aleaciones que no - sean susceptibles a este proceso ( fig. 4h.)

4.- Técnicas de prevención y protección contra la corrosión.

En la práctica es casi imposible eliminar la corrosión y la minimización de ésta puede llevarse a cabo mediante la aplicación de varias técnicas siendo función del tipo de corrosión, del medio corrosivo que las produce y de la localización de su desarrollo.

Las técnicas de protección contra la corrosión de mayor uso e importancia en la industria son las siguientes:

a).- Protección a base de inhibidores.

Los inhibidores son mezclas de sustancias orgánicas, que aplicadas en pequeñas cantidades dentro del medio corrosivo pueden ser capaces de atenuar la corrosión hasta altos niveles de protección, porque al ponerse en contacto con las paredes metálicas forman una película monomolecular que aísla las superficies metálicas del medio corrosivo.

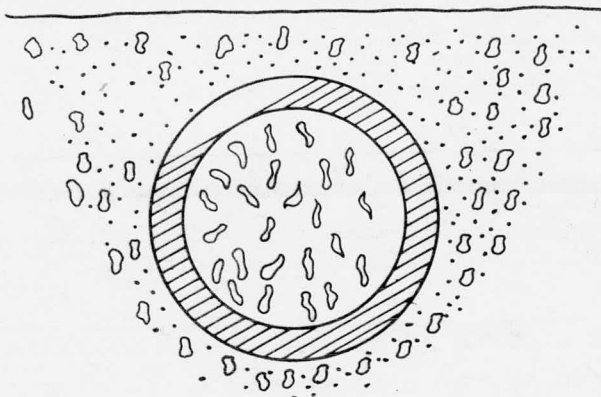
Una ilustración de este fenómeno puede apreciarse en las figuras -- 5a y 5b.

Usos.- Los inhibidores se emplean para proteger el interior de tuberías y equipos como por ejemplo sistemas de refinación, sistemas de separación gas-petroleo-agua, cambiadores de calor, etc.

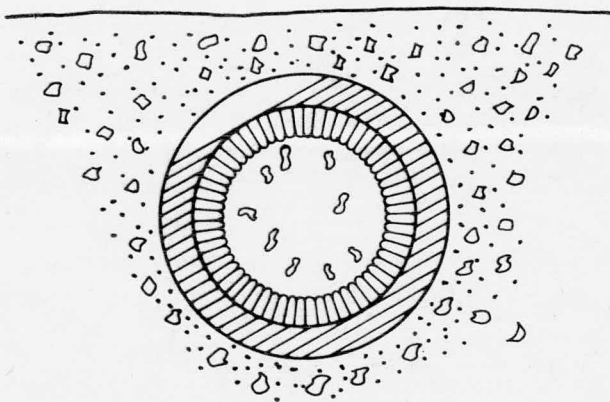
b).- Protección a base de pinturas o recubrimientos anticorrosivos.

Los recubrimientos anticorrosivos son aquellos productos utilizados para formar una barrera que separe los materiales susceptibles de sufrir el fenómeno corrosivo y el medio ambiente que lo produce.





**Fig. No. 5a.-MOLECULAS DE INHIBIDOR  
EN UN MEDIO CORROSIVO**



**Fig. No. 5b.-MOLECULA DE INHIBIDOR  
FORMANDO UNA PELICULA INHIBIDORA.**

b.1 Constituyentes.

Los recubrimientos anticorrosivos generalmente están formados - por tres elementos básicos que son: pigmento, vehículo y materia volátil combinados entre si en una mezcla homogénea que al ser aplicada sobre la superficie por proteger forman en mayor o menor tiempo una barrera protectora.

b.2 Tipos de recubrimientos.

Los recubrimientos anticorrosivos los podemos clasificar de -- acuerdo con su uso y aplicación en :

b.2.1 Recubrimientos primarios.- Se entiende por recubrimiento primario aquel que va ser aplicado directamente sobre la superficie o equipo que se quiere proteger y que previamente ha sido preparada para que el primario tenga buena adherencia, flexibilidad y de la protección anticorrosiva que se espera de él.

b.2.2 Enlaces.- Los enlaces sirven para permitir la aplicación posterior de un recubrimiento de acabado, cuando no existe compatibilidad física-química entre el primario y el recubrimiento de - acabado.

b.2.3 Recubrimientos de acabado.- Finalmente, el recubrimiento de acabado, que puede ser aplicado sobre el primario algunas veces, y en otras sobre el recubrimiento de enlace, complementa la formación de la barrera protectora y a su vez imparte características de buen aspecto y belleza a la parte que queda a la vista. Cuando uno de estos recubrimientos anticorrosivos generalmente no se aplican solos sino que se utilizan como sistemas combinados que pueden ser: Primario-Acabado ( Fig.6a) o Primario-Enlace Acabado . ( Fig. 6b).

Cada uno de los sistemas deberá ser seleccionado de acuerdo con su uso y aplicación.

Para que estas pinturas anticorrosivas nos dan la protección que esperamos debemos de asegurarnos que se cumplan los siguientes cuatro puntos:

Preparación de la superficie sobre la cual se va a aplicar el recubrimiento.

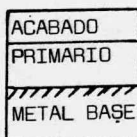
Selección del sistema protector adecuado.

Buena aplicación del recubrimiento.

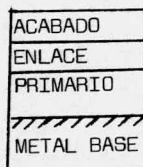
Buena calidad del recubrimiento.

### b.3 Usos.

Se utilizan estos recubrimientos para proteger superficies metálicas expuestas al medio ambiente como maquinarias, superficie exterior de equipos, estructuras expuestas a la interperie, etc.



a).- Primario-acabado



b).- Primario-enlace-acabado.

Figura No. 6.- Sistemas protectores de recubrimientos anticorrosivos.

c):- Protección catódica.

Ninguna de estas dos técnicas antes mencionadas sería efectiva y económica para proteger, por ejemplo, una tubería enterrada de regular diámetro y de longitud apreciable de tal manera que se pueda decir que la conducción de hidrocarburos en la industria petrolera por medio de oleoductos y gasoductos no sería económica si estas líneas no estuvieran protegidas contra la corrosión por una tercera técnica llamada protección catódica.

La protección catódica es un medio eléctrico de prevención contra la corrosión que se encuentra en contacto con electrolitos tales como suelo o agua.

Esta técnica opera mediante el paso continuo de corriente directa de unos electrodos que están conectados a la estructura que se quiere proteger y en contacto con el electrolito. La corrosión se atenúa cuando se tiene una cantidad de corriente eléctrica que se distribuye apropiadamente en la estructura.

c.1 Usos.

Se utiliza para proteger tuberías enterradas; tanques de almacenamiento de líquidos acuosos, compuertas, pilotes de acero, cascos de barcos, equipo de tratamiento de aguas, plataformas marinas y muchas otras estructuras más.

De acuerdo con el tema que se está desarrollando es necesario dedicar el siguiente capítulo a la exposición de los métodos usados en la aplicación de la protección catódica para así poder delinear la importancia que tienen los ánodos de sacrificio en los sistemas de prevención contra la corrosión por medio de este procedimiento.

## C A P I T U L O   I I I

### SISTEMAS DE PROTECCION CATODICA

#### 1.- Fundamentos.

La Protección Catódica se basa en el conocimiento de que la disolución por corrosión va acompañada de una corriente eléctrica -- equivalente, que fluye de las regiones anódicas que se disuelven a -- las catódicas que no se disuelven. Por lo tanto hay que conseguir una pila galvánica en la que el metal que se pretende proteger sea siem-- pre el cátodo, esto se logra uniendo electricamente el metal a prote-- ger con un metal mas electropositivo con el fin de que este último de-- sempeñe el papel de ánodo de sacrificio, o bien uniendolo al polo ne-- gativo de una fuente externa de corriente continua, en cuyo caso, el polo positivo se conecta a un grupo de ánodos inertes generalmente de gráfito.

En el primer caso la Protección Catódica recibe el nombre -- de Protección Catódica con ánodos de sacrificio o galvánicas, mien-- tras que en el segundo se le da el nombre de Protección Catódica por corriente impresa.

#### 2.- Criterios para la aplicación de los sistemas de Protección Catódi-- ca.

La aplicación de los sistemas de Protección Catódica esta -- supeditada a ciertas características de la estructura por proteger y

.. del medio que la rodea. Es aplicable solamente a los metales que estan rodeados por un electrolito, tales como el agua o la humedad de la tierra, si el suelo fuese seco no seria aplicable, pero tambien no se presentaria la corrosión.

Necesariamente la estructura por proteger catodicamente debe presentar continuidad eléctrica. No se Pueden proteger estructuras seccionales en elementos aislados electricamente o conectados deficientemente. En tales casos se requiere primero y siempre que sea posible, ligar electricamente todos los elementos.

Es igualmente importante la presencia y continuidad -- eléctrica del electrolito; no se puede aplicar la Protección Catódica a una estructura salpicada por un electrolito, se requiere indispensablemente una inmersión completa, o al menos solo las partes sumergidas totalmente pueden ser protegidas. A este respecto, el suelo es un magnifico electrolito por la humedad que contiene a partir de cierta profundidad ( 60 a 80 centímetros ) considerandose para el caso las tuberias enterradas como si fueran sumergidas y por lo tanto susceptibles de protección.

El parámetro mas importante a determinar es el potencial mínimo de protección. Es decir, se trata de fijar cual es el potencial con respecto al electrolito que nos garantizará que la estructura trabajará permanentemente como cátodo.

Existe el criterio ampliamente aceptado el cual establece que el potencial de la estructura-electrolito, deberá tener un valor de  $-0.85$  V.C.D , medido a través de un electrodo de  $\text{Cu}/\text{CuSO}_4$  saturado.

... rado, siendo la estructura por proteger negativa.

Otro criterio sugiera incrementar al potencial natural de la estructura en 0.200 V.C.D. Si consideramos que para materiales ferrosos se tienen valores de potencial natural del orden de 0.5 V.C.D -- el límite mínimo de potencial de protección sería en este caso del orden de . . . 0.700 V.C.D.

Existen antecedentes de valores mas bajos de potencial que imparten protección catódica al acero, sin embargo, adoptar límites demasiado bajos pueden provocar riesgos que no vale la pena correr.

Si se proporciona a una estructura metálica enterrada o sumergida, un potencial mínimo de protección como los antesmencionados, se establecerá un flujo permanente de iones positivos del electrolito sobre la superficie de la estructura.

La cantidad de corriente que un sistema de Protección Catódica debe suministrar será proporcional a la magnitud del area por proteger. El costo de operación y otros factores de costo, estarán en función de las intensidades de corriente que se manejan; por tal motivo si se aplica a la superficie por proteger, un recubrimiento con buenas características de aislamiento eléctrico se estará ayudando a la economía del procedimiento sin menoscabo de su eficiencia.

3.- Métodos de Protección Catódica y comparación entre ellos.

a).- Protección Catódica con rectificadores de corriente.

Consiste en energizar los ánodos inertes por medio de una fuente de corriente directa. En este tipo de Protección Catódica, los ánodos se instalan en el electrolito y se conectan al polo positivo de la fuente externa de corriente directa mientras que la estructura que se quiere proteger se conecta a la terminal negativa de la misma fuente.

La fuente externa de corriente directa es un rectificador de corriente alterna que transforma a ésta en C.D. que es -- la única forma que puede ser utilizada adecuadamente en los procesos electrolíticos como es el caso del fenómeno de la -- -- -- -- corrosión.

Los ánodos energizados utilizados en la Protección Catódica impresa, generalmente son de grafito o hierro fundido con alto contenido de silicio. En un medio ambiente con cloruros como el agua de mar; el grafito es más eficaz que el hierro fundido con alto contenido de silicio, mientras que en medios de agua dulce donde se libera oxígeno en los ánodos, resulta mejor el -- uso de ánodos de hierro fundido con alto contenido de silicio.

Cuando las estructuras por proteger se encuentran enterradas no hay mucha diferencia en el comportamiento de estos ánodos y para abatir la resistencia ánodo-tierra, se utilizan -- -- " backfills" de carbón de coque pulverizado.

Para una unidad rectificadora completa, se necesita un gabinete, un circuito de apertura ( breaker ), un transformador, elementos rectificadores, shunt de corriente directa, voltímetro.



Los detalles de instalación deberán de estar conteniendo en las especificaciones particulares de la obra de que se trate ( Fig. 8 )

b.) Protección Catódica con ánodos de sacrificio.

Este método se basa en sacrificar materiales conectando el metal por proteger a otro mas activo en el mismo medio; a dichos materiales se les llama ánodos galvánicos o de sacrificio.

Debe notarse que los ánodos galvánicos o de sacrificio se consumen ellos mismos durante la generación de corriente protectora y la velocidad de consumo depende tanto de la magnitud de la corriente generada como del material con que se fabrica el ánodo.

Los ánodos galvánicos que con mayor frecuencia se utilizan en Protección Catódica son: de aluminio, de zinc y magnesio.

Los ánodos de magnesio han encontrado mucha aplicación en la protección de estructuras enterradas, por su parte los de zinc y aluminio se utilizan preferentemente para dar protección a estructuras sumergidas en medios acuosos .

Los ánodos galvánicos al igual que los inertes requieren ser colocados en un medio ambiente de relleno ( backfill ) que suministra buen contacto eléctrico entre la tierra y los ánodos reduciendo la resistencia de contacto entre ánodos y medio ambiente, además de que aísla químicamente el ánodo del medio ambiente y actúa como un puente electrolítico para transportar la electricidad del ánodo a la tierra, demás el material de relleno debido a sus propiedades coloidales retiene el agua necesaria para mantener funcionando -- correctamente los ánodos, independientemente de las condiciones climatológicas.

El material de relleno depende de la resistencia específica del suelo y del tipo de ánodo que se trate ( Fig. 7 )

La instalación de un sistema de protección catódica a base-ánodos de sacrificio implica una serie de trabajos que dependerán de la geometría de la estructura que se pretende proteger y del medio en el cual está alojada. En todos los casos los detalles de instalación estarán contenidos en las especificaciones generales y particulares del trabajo.

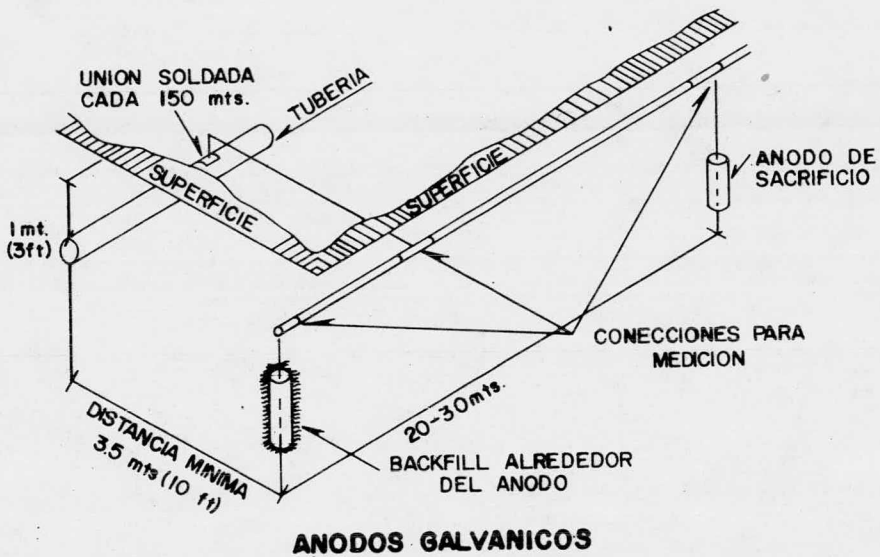
Petróleos Mexicanos cuenta con este tipo de especificaciones en lo que se refiere a protección catódica de tuberías, interior de tanques de deshidratación de crudo y plataformas marinas.

c).- Comparación entre los dos métodos de protección catódica.

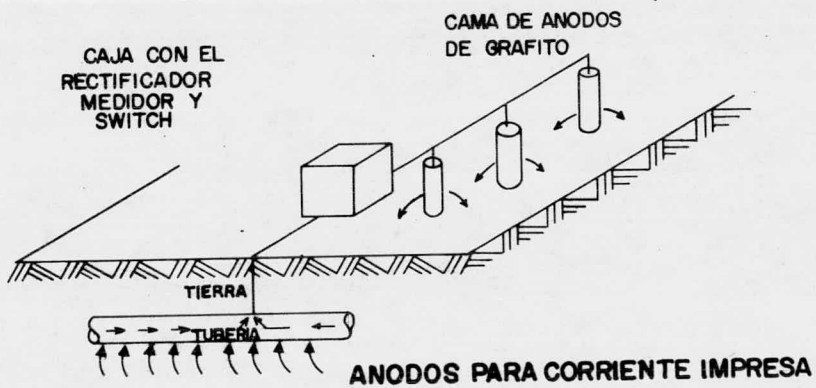
En la mayoría de los casos el sistema de corriente impresa - se diseña para entregar grandes cantidades de corriente a partir de un número limitado de ánodos y el sistema de ánodos de sacrificio en trega pequeñas cantidades de corriente a partir de un mayor número de ánodos.

Cada uno de los métodos tiene características que lo hacen - mas aplicable a un problema particular que a otro ( fig. 9 )

A continuación se dá una tabla de comparación entre los dos métodos de protección catódica.



**Fig. No. 7**



**Fig. No. 8**

FACULTAD DE QUIMICA UNAM  
 TESIS PROFESIONAL 1978  
 JOSE LUIS MACOTELA COLIN

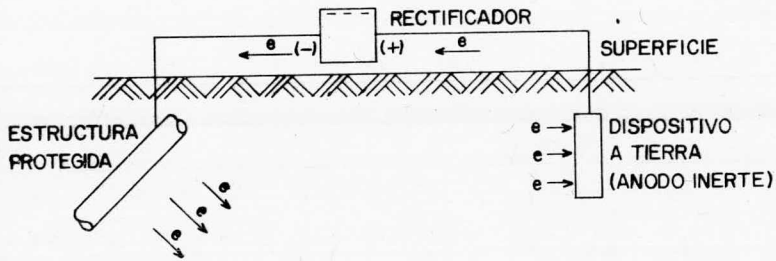
TABLA No. 3 .- Características de comparación entre los dos métodos de Protección Catódica.

Protección Catódica con ánodos de sacrificio

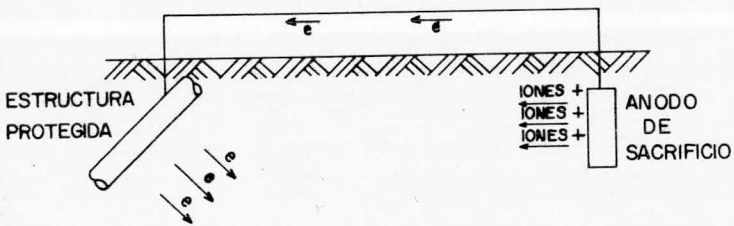
- 1.- No requiere fuente de corriente externa
- 2.- Voltaje directriz fijo
- 3.- Corriente limitada
- 4.- Recomendable cuando los requerimientos de corriente son pequeños.
- 5.- Generalmente se emplea en electrolitos de baja resistividad
- 6.- Cuando se aplica en sistemas enterrados las interferencias con estructuras vecinas son despreciables.

Protección Catódica con corriente impresa.

- Requiere fuente externa de corriente.
- El voltaje se puede variar.
- La corriente también puede variarse.
- El sistema puede ser diseñado para cualquier requerimiento de corriente.
- Se puede utilizar en medios ambientes de cualquier resistividad.
- Cuando se aplica en sistemas enterrados la interferencia con estructuras vecinas se debe de tomar en cuenta.



**Fig. No. 9.—PROTECCION CATODICA CON CORRIENTE IMPRESA.**



**Fig. No. 10.—PROTECCION CATODICA CON ANODOS GALVANICOS.**

De acuerdo con estas características, la Protección Catódica a base de ánodos de sacrificio tiene ventajas y desventajas - respecto al sistema de protección con corriente impresa. Las principales son:

## C.2 VENTAJAS.

- c.1.1 .- Bajo costo de instalación
- c.1.2 .- Protección ideal de puntos calientes.
- c.1.3 .- Bajo costo de mantenimiento.
- c.1.4 .- Menos daños al recubrimiento.
- c.1.5 .- Menos problemas de corrientes parásitas.

## C.2 DESVENTAJAS

- c.2.1 .- Grandes cantidades de material anódico.
- c.2.2 .- Reposición periódica.
- c.2.3 .- No adaptables a control automático.
- c.2.4 .- Limitados a aplicación de baja corriente.

De lo tratado anteriormente se puede ver claramente que la protección catódica es un método efectivo y de alto grado de adaptabilidad para prevenir la corrosión de una gran variedad de equipos y estructuras enterradas o sumergidas en agua y cuando el sistema se diseña adecuadamente es uno de los métodos mas seguros para prevenir la corrosión.

Cabe hacer notar que para el diseño adecuado de un sistema de Protección Catódica utilizando cualquiera de las fuentes de corriente directa mencionadas, es conveniente llevar a cabo una serie de trabajos de campo tales como: Mediciones de resistividad del medio donde se encuentra alojada la estructura metálica, determinaciones de los requerimientos mínimos de corriente y verificación de la resistencia de los aislamientos eléctricos.

Por lo tanto es necesario hacer un estudio concienzudo y una evaluación de tipo económico antes de decidir por uno u otro sistema.

Este trabajo solo tratará a partir del siguiente capítulo sobre la calidad de los materiales empleados para fabricar án-  
dos de sacrificio

## C A P I T U L O      I V

### ESPECIFICACIONES DE SERVICIO DE LOS ANODOS DE SACRIFICIO

Un ánodo galvánico o de sacrificio puede describirse como un metal con un potencial mas electronegativo que la estructura que se pretende proteger, esto es, si la estructura está construida de acero, cualquier metal que sea mas activo que el acero podría ser usado teóricamente como material anódico, pero para que su uso sea práctico y económico debe de tener además las siguientes características:

- a).-Potencial suficientemente electronegativo para asegurar un flujo de corriente adecuado.
- b).-La cantidad de corriente drenada debe ser suficientemente elevada - por unidad de masa que se expresa como eficiencia de corriente o número de amperes-hora útiles obtenidos por Kg de material anódico -- consumido.
- c).-Buen comportamiento de polarización anódica a través del tiempo.
- d).-Bajo costo del metal empleado como ánodo de sacrificio.

Los materiales usados como ánodos de sacrificio son el - zinc, magnesio y aluminio que en un alto grado de pureza reunen - los requisitos antes mencionados.

Por medio de experiencias que se han llevado a cabo en - diferentes centros de investigación en México, principalmente en el Instituto Mexicano del Petróleo, se ha podido demostrar que la s impure . . . . .



.. zas que contienen el zinc, magnesio y aluminio perjudican o mejoran sus propiedades electroquímicas dependiendo de la naturaleza y concentración de dichas impurezas; de ahí la importancia de un - - buen control de la composición química de los materiales anódicos para poder asegurar así un buen comportamiento electroquímico.

A continuación se indica el contenido máximo de impurezas aceptable para conseguir propiedades electroquímicas satisfactorias de los ánodos de zinc, magnesio y aluminio.

1.- Especificaciones de servicio de los ánodos de zinc.

Los ánodos de zinc deben cumplir con los establecido la norma de la Secretaría de la Defensa de los Estados Unidos de América - - Zinc-Mil-18001-G, que es lo siguiente:

a).- Composición química.- Los ánodos de zinc deben ser fabricados a - partir de zinc de alta pureza, con el siguiente contenido máximo de impurezas.

Elemento	% en peso.
Aluminio	0.100 a 0.500
Cadmio	0.025 a 0.150
Fierro	0.005 máximo
Plomo	0.006 máximo
Cobre	0.005 máximo
Silicio	0.125 máximo
Zinc	balance.

b).- Propiedades electroquímicas.

b.2 Capacidad de corriente práctica

en  $\frac{A \times h}{lb}$  354.

b.3 Eficencia de corriente en %

para servicio en agua de mar 95

b.1 'Potencial en circuito abierto

en Volts ( referido a una celda de  $Cu/CuSO_4$  saturado ) -1.10

2.- Especificaciones de servicio de los ánodos de magnesio.

Para los ánodos de magnesio existe la norma oficial mexicana NOM - K - 109 - 1977 la cual establece lo siguiente:

a).- Composición química.

Elemento	% en peso
Aluminio	0.010 máximo
Manganeso	0.500 a 1.300
Cobre	0.020 máximo
Níquel	0.001 máximo
Fierro	0.030 máximo
Otros	0.300 máximo
Magnesio	Balance

b).- Comportamiento electroquímico.

- b.1 potencial en circuito abierto.- El potencial de solución en -- agua de mar sintética medido en circuito abierto y referido a un electrodo de  $Cu/CuSO_4$  saturado, debe ser de 1.65 Volts min.
- b.2 Capacidad de corriente práctica en  $\frac{A \times h}{Kg}$  debe ser de 1100 min
- b.3 Eficiencia de corriente.- La eficiencia de corriente en % para servicio en agua de mar debe ser de 50 mínimo,

3.- Especificaciones de servicio de los ánodos de aluminio.

Para los ánodos de aluminio no hay normas oficiales por lo que los valores de su composición química y propiedades electroquímicas fueron tomadas de las especificaciones para ánodos de aluminio tipo Galvalum I de la Cia. Dow Chemical, que son las más apropiadas para su uso y condiciones de operación en México.

a).- Composición química.

Elemento	% en peso.
Zinc	0.350 a 0.500
Silicio	0.1 máximo
Mercurio	0.035 a 0.048
Aluminio	Balance.

b).- Comportamiento electroquímico.

b.2 Capacidad de corriente práctica

en  $\frac{A \times h}{lb}$  1280

b.3 Eficiencia de corriente en %  
para servicio en agua de mar 95

b.1 Potencial de circuito abierto  
en Volts ( referido a una celda de  $Cu/CuSO_4$  saturada ) - 1.10

NOTA; El mercurio sirve para evitar la formación y acumulación del óxido de aluminio ( que impide el funcionamiento del aluminio como ánodo desgastable), y además sirve también como antivegetativo.

## C A P I T U L O V

### ANALISIS Y PRUEBAS DE LABORATORIO PARA EVALUAR EL COMPORTAMIENTO - ELECTROQUIMICO Y LA COMPOSICION QUIMICA DE LOS ANODOS GALVANICOS.

En el capítulo anterior se establecieron las especificaciones de servicio de los ánodos galvánicos de zinc, magnesio y aluminio por lo que es obligado en éste capítulo definir los métodos de prueba para poder cuantificar la composición química y las propiedades electroquímicas de éstos materiales anódicos.

La información proporcionada por los análisis químicos y pruebas de laboratorio es fundamental y constituye un punto de partida para el control de calidad ya que ésta información al ser debidamente clasificada, ordenada y analizada estadísticamente, nos permite comprobar y predecir el comportamiento de los materiales sometidos a comprobación .

Para que un método de laboratorio sea confiable debe reunir los siguientes requisitos:

- a).- Repetibilidad.- Es una medida cuantitativa de la variabilidad de los resultados obtenidos por un solo analista en un determinado laboratorio usando un determinado aparato y se define como la diferencia entre dos resultados independientes que se espera se deba a errores fortuitos sobre la base de un nivel de confianza -- del 95 % .
- b).- Reproducibilidad.- Es una estimación cuantitativa de la variabilidad asociada con diferentes analistas y equipos en diferentes laboratorios y se define como la diferencia entre el resultado - obtenido en otro laboratorio por diferentes analistas que se espera-

... sea debida a errores fortuitos sobre la base de un nivel de confianza de 95 % .

Los métodos que se describen a continuación son de laboratorio, a corto plazo y con un alto grado de exactitud.

1).- Métodos de prueba para determinar la capacidad de drenaje de corriente y la eficiencia de los ánodos galvánicos

a).- Alcance.- Este método de prueba describe el procedimiento requerido para determinar la capacidad de drenaje de corriente y la eficiencia de materiales anódicos en agua de mar sintética bajo condiciones estáticas.

Principio del método.- Se basa en las leyes de Faraday que establecen que la cantidad de metal disuelto o depositado en un electrodo, en el seno de una solución es directamente proporcional a la cantidad de corriente que pasa y al equivalente electroquímico del metal.

b).- Definiciones.- Para mejor comprensión de éste método es conveniente recordar y establecer los siguientes conceptos:

b.1 Anodo.- Es el Electrodo de una celda electrolítica en el cual ocurren reacciones de oxidación.

b.2 Anodo Galvánico o de sacrificio.- Es aquel que se utiliza como fuente de corriente directa en un sistema de protección catódica.

b.3 Cátodo.- Es el electrodo de una celda electrolítica en el cual ocurren reacciones de reducción.

b.4 Corrosión.- Es la destrucción de un metal por reacciones químicas o electroquímicas con el medio ambiente.

- b.5 Electrolito.— Es un medio, generalmente líquido, capaz de conducir la corriente eléctrica.
- b.6 Drenaje de corriente.— Es la energía eléctrica útil proporcionada por la disolución de una cantidad unitaria de peso de material anódico.
- b.7 Eficiencia de corriente. Es la relación entre la energía eléctrica útil y la energía eléctrica teórica.
- b.8 Potencial en circuito abierto.— Es el potencial de un electrodo medido en una celda en la que no hay flujo de corriente en el circuito externo.
- b.9 Protección catódica.— Es un método electroquímico para prevenir la corrosión de estructuras metálicas en contacto con un electrolito, mediante el uso de ánodos galvánicos o de corriente impresa.
- c).— Equipo y materiales.
- c.1 Fuente de corriente directa, autorregulable para dar corriente constante, con indicadores de corriente y voltaje. Alimentación 125 VCA, salida 0-25 VCD, 0-500 mACD, con división paralela 0-50 mA en toda la escala.
- c.2 Coulombímetro de cobre para la medición de la cantidad de corriente aplicada durante el período de prueba ( ver fig. 11).
- c.3 Celdas de prueba.— Son de vidrio en forma cilíndrica de 12 cm de diámetro y 17 cm de altura, volumen aproximado de 1600 ml.
- c.4 Anodos de prueba del material anódico en estudio.— Son de forma cilíndrica de 8 cm de longitud y 1.59 cm de diámetro .

c.5 **Cátodos auxiliares.**- Son de lámina de acero y de forma cilíndrica.

c.6 **Electrolito.**- Es el agua de mar sintética preparada según la fórmula sugerida por la Naval Aircraft Factory Process Specification PS-1 ( ver nota No. 1 )

Si se desea medir el potencial de solución en circuito abierto de las muestras anódicas, entonces se requerirá el equipo adicional siguiente:

c.6.1 **Voltímetro de alta resistencia o potenciómetro** para la medición del potencial anódico respecto al electrolito. Se recomienda que el voltímetro utilizado sea de 100,000 Ohms/voltio de mayor impedancia, si esto no es posible, conviene usar un potenciómetro.

c.6.2 **Electrodos de referencia** .- Estos pueden ser de  $Cu/CuSO_4$  saturado ) de  $Ag/AgCl$ .

d).- **Desarrollo de la prueba.**

d.1 **Especímenes de prueba.**- Los especímenes de prueba deberán ser representativos del material anódico que se pretende probar. Una vez identificados, se limpian con acetona, se secan y se pesan con una aproximación de 0.0001 g . Es necesario conocer con exactitud sus dimensiones ( Diámetro y longitud) para determinar el área expuesta y la densidad de corriente. A continuación se colocan en el centro de las celdas que contienen el electrolito y los cátodos auxiliares, precediéndose a hacer las conexiones eléctricas de acuerdo con el diagrama de la fig. 12 ).



d.2 Duración de la prueba y densidad de corriente. Se anota la hora y la fecha de iniciación de la prueba, así como la densidad de corriente seleccionada. Para ánodos de zinc y aluminio, una prueba de 96 h de duración es suficiente para obtener buena reproducibilidad de los resultados. Para ánodos de magnesio la duración de la prueba puede ser de solo 48 h sin embargo, es preferible una duración de 96 h.

La densidad de corriente anódica para este tipo de pruebas es de 8 ma/in, la que equivale a una densidad de corriente a través de las celdas de 32 ma, para especímenes de prueba de las dimensiones especificadas.

d.3 Limpieza de los especímenes de prueba.- Una vez concluida la prueba, se retiran los especímenes anódicos y se someten a una limpieza química con el propósito de remover los depósitos y productos de corrosión presentes en la superficie de los mismos. Los métodos de la limpieza que se utilizan, se describen a continuación :

d.3.1 Especímenes anódicos de zinc. Los especímenes de zinc se sumergen de 3 a 5 minutos en una solución de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  al 10 %, a temperatura ambiente. A continuación se enjuagan con agua frotándose suavemente con un cepillo de cerda blanda. Posteriormente se sumergen de 30 a 60 segundos en una solución con 5 % de  $\text{CrO}_3$  y 1 % de  $\text{AgNO}_3$ , a temperatura de ebullición, después de lo cual se enjuagan con agua para eliminar cualquier resto de la solución lavadora. Finalmente se sumergen en acetona pa - - - - -

... ra eliminarles el agua y hecho esto, se guardan en un secador.

d.3.2 Especímenes anódicos de magnesio.- Los especímenes de magnesio se sumergen de 5 a 10 minutos en una solución con -- 15% de CrO3 y 1 % de AgCrO<sub>4</sub> a temperatura de ebullición. A continuación se enjuagan con agua frotándose con cepillo -- de cerda blanda para eliminar cualquier resto de solución lavadora. Hecho lo anterior, se sumergen en acetona para -- eliminarles el agua y se guardan en un desecador.

d.3.3. Especímenes anódicos de aluminio.- Los especímenes se sumergen de 2 a 10 minutos en una solución que contenga 2 % en -- peso de CrO3 y 5% de ácido ortofosforico ( 85 % de H<sub>3</sub>PO ),-- manteniéndose la temperatura a 80° C. A continuación se enjuagan con agua para eliminar el ácido, frotándose suavemente con un cepillo de cerda blanda para remover cualquier película presente. Si aún permanecen depósitos o productos de corrosión, se sumergen un minuto en HNO<sub>3</sub> concentrado y se repite el paso anterior. Hecho esto, se sumergen en acetona para eliminarles el agua y después se guardan en un desecador.

d.4 Cálculo de la capacidad de drenaje de corriente práctica y de la eficiencia.- Los especímenes corroídos y limpios se -- pesan y por diferencia con su peso original, se obtiene la cantidad de metal disuelto durante la prueba. La cantidad -- de corriente suministrada se determina con el Coulombímetro y el cálculo de corriente práctica se lleva a cabo aplicando la siguiente ecuación:

$$Dp = \frac{Q \times 454}{W}$$

Donde:

$$D_p = \text{Drenaje de corriente práctico, } \frac{A \times h}{lb}$$

Q = Cantidad de electricidad, A x h

W = Pérdida de peso en gramos.

d.4.1 Eficiencia de corriente de una muestra anódica de zinc:

$$\text{Drenaje de corriente teórico del zinc} = 372 \frac{A \times h}{lb}$$

$$E = 0.2688 \times D_p.$$

d.4.2 Eficiencia de corriente de una muestra anódica de magnesio:

$$\text{Drenaje de corriente teórico del magnesio} = 1000 \frac{A \times h}{lb}$$

$$E = 0.1 \times D_p.$$

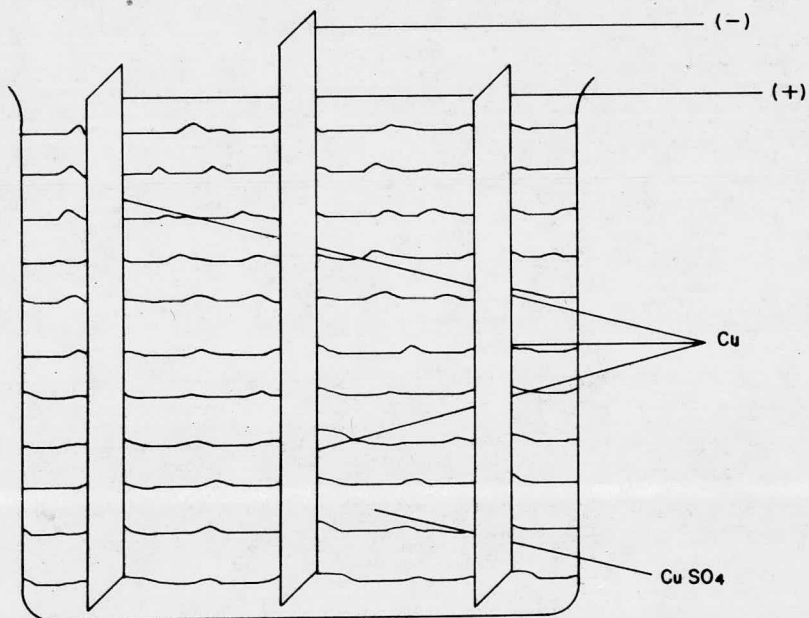
d.4.3 Eficiencia de corriente de una muestra anódica de aluminio

$$\text{Drenaje de corriente teórico de aluminio} = 1352 \frac{A \times h}{lb}$$

$$E = 0.7396 \times D_p .$$

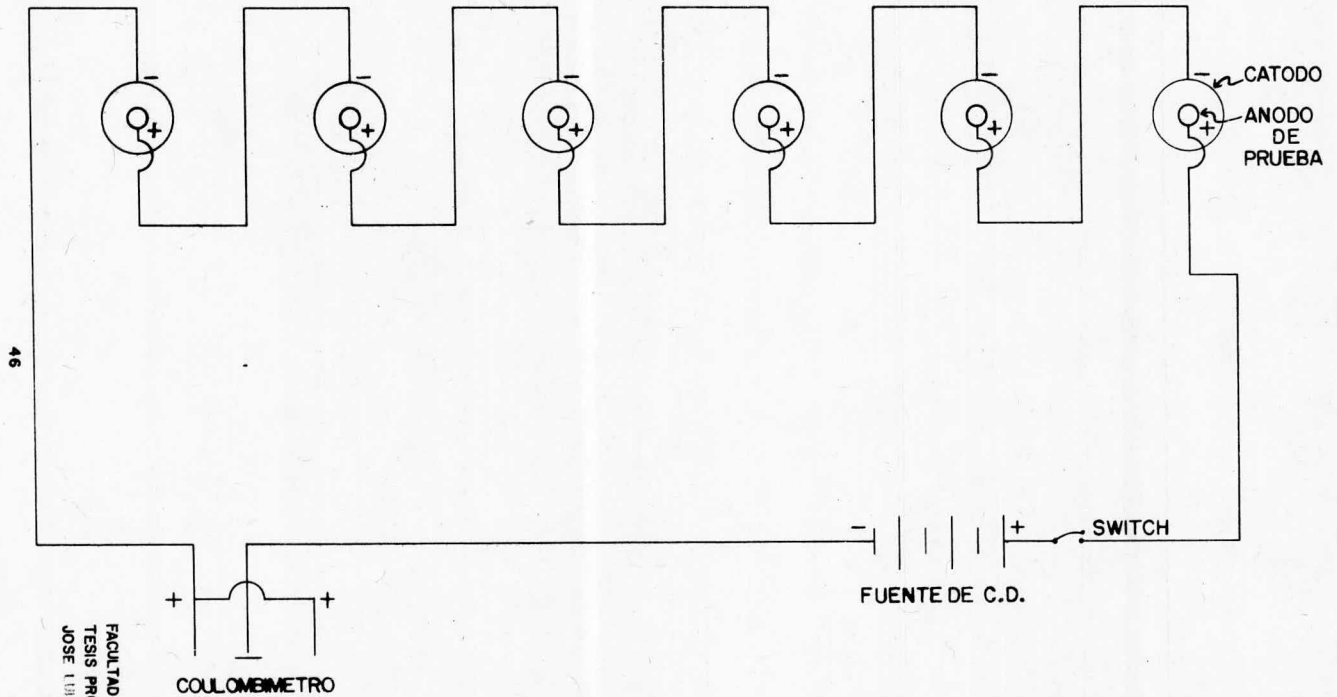
Donde: E = Eficiencia de corriente, %.

Fig. No. 11.-DIAGRAMA DEL COULOMBIMETRO DE COBRE



FACULTAD DE QUIMICA UNAM  
TESIS PROFESIONAL 1978  
JOSE LUIS MACOTELA COLIN

Fig. No. 12.- DIAGRAMA DE CONEXIONES ELECTRICAS



FACULTAD DE QUIMICA UNAM  
TESIS PROFESIONAL 1978  
JOSE LUIS MADOTELA COLIN

NOTA No. 1 .- Preparación de agua de mar sintética.

Solución base:

KCl	10 g
KBr	45 g
MgCl <sub>2</sub>	550 g
CaCl <sub>2</sub>	110 g

Agua destilada hasta completar un litro.

El agua de mar sintética se prepara adicionando la solución base a los productos químicos que se indican a continuación:

Solución base	20 ml
NaCl	23 g
Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> . 10 H <sub>2</sub> O	8 g

Agua destilada hasta completar un litro.

La resistencia específica promedio de esta agua de mar sintética es de 25 ohm-cm.

2.- Métodos de prueba para determinar la composición química de --  
los ánodos de zinc.

a).- Especímenes de prueba.- Las muestras de metal se obtienen mediante un taladro mecánico con broca de 9 mm de diámetro, que al penetrar forma unas rebabas a partir de las cuales se preparan las soluciones que servirán para cuantear las impurezas.

La viruta metálica se pesa en la cantidad apropiada para cada análisis, con aproximación de 0.0001 mg y se disolverá de acuerdo con el método analítico empleado para cada determinación.

b).- Determinación de cobre y plomo.

b.1 Equipo y materiales.- El aparato empleado consta de electrodos de malla de platino para electroanálisis. La malla de los -- electrodos recomendada debe ser de aproximadamente 400 mallas/cm<sup>2</sup> ( 50 mallas por pulgada lineal )

Los electrodos deben de estar reforzados por doblamiento del cilindro aproximadamente 3 mm al borde superior e inferior del cilindro mediante una banda o anillo de platino.

El electrodo usado como cátodo tiene las dimensiones de -- 50 mm de altura con una varilla de 1.5 mm de diámetro y 9 cm -- de longitud que servirá para hacer el contacto eléctrico con -- el electroanalizador.

El ánodo tiene las mismas características que el cátodo -- pero es de 25 mm de diámetro.

b.2 Procedimiento.- Se pesa un gramo de la muestra y se coloca en un vaso de precipitado de 400 ml adicionando 30 ml de  $\text{HNO}_3$  1:1 cubriendo el vaso con un vidrio de reloj y calentando moderadamente hasta eliminación de vapores nitrosos. A continuación se agregan 5 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1:1 y se calienta a ebullición moderada hasta aparición de humos blancos que indican la destrucción total de  $\text{HNO}_3$ . La solución obtenida se diluye a 150 ml con agua destilada y se deja enfriar la solución la cual queda lista para efectuar una electrólisis. La solución se electroliza usando el cátodo y el ánodo descritos anteriormente y agitando la solución por medio de un agitador magnético. Se emplea una intensidad de corriente de 2 Amperes durante una hora, depositándose el cobre en el cátodo y el plomo como  $\text{PbO}_2$  en el ánodo. Terminada la electrólisis, sin cortar el suministro de corriente, se sacan los electrodos y se enjuagan con agua destilada y a continuación se sumergen en un vaso conteniendo éter etílico. Los electrodos así tratados se secan en la estufa a  $110^\circ\text{C}$  durante 3 a 5 minutos, trasladándolos a un desecador donde se dejan enfriar quedando listos para repasarlos. La diferencia de peso del cátodo indica la cantidad de cobre de la muestra, mientras que la diferencia en peso del ánodo representa la cantidad de  $\text{PbO}_2$  de la muestra, cantidad que al multiplicarla por el factor gravimétrico adecuado, representará el plomo contenido de la muestra.



b.3 Cálculos.

$$\% \text{ de cobre} = \frac{A \times 100}{B}$$

A = Gramos de cobre.

B = Gramos de muestra usada

$$\% \text{ de plomo} = \frac{A \times 0.8662 \times 100}{B}$$

A = Gramos de  $\text{PbO}_2$

B = Gramos de muestra usada.

c).- Determinación de fierro.- Se hará por el método de la 1-10 fenantrolina.

c.1 Principio del método.- Después de haber eliminado los elementos que interfieren, el fierro se determina fotometricamente como el complejo de color anaranjado-rojizo que se forma entre la 1-10 fenantrolina y el fierro ferroso en una solución buffer, aproximadamente a un pH de 4.0, la medición se hace aproximadamente a 490 milimicrones.

c.2 Límite de concentración.- El límite de concentración recomendado es de 0.012 a 0.24 mg de fierro en 100 ml de solución usando celdas de 2 cm de diámetro.

c.3 Elementos que interfieren.-El cobre tiende a interferir formando un complejo con la 1-10 fenantrolina que atenúa el desarrollo completo del color en presencia hasta de 2 mg de cobre.

c.4 Reactivos.

c.4.1 Solución estandar de fierro con 0.02 mg de fierro por ml .-Se disuelven 0.1425 gramos de  $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  en 100 ml de HCl 1:1 y se diluye a un litro en un matraz volumétrico.

c.4.2 Solución buffer de acetato de sodio-ácido acético.- Se disuelve 270 g de acetato de sodio anhidro en 500 ml de agua añ-

... diendo 240 ml de ácido acético glacial, se deja enfriar y se diluye a un litro.

c.4.3 Solución de cloruro de hidroxilamina ( 10 g/lt ).- Se disuelve un gramo de cloruro de hidroxilamina en agua y se diluye a 100 ml

c.4.4 Solución de 1-10 fenantrolina ( 2 g/lt ).- Se disuelve 0.2 g de 1-10 fenantrolina monhidratada en 90 ml de agua agitando y calentando moderadamente, se deja enfriar y se diluye a 100 ml

c.5 Obtención de la curva de calibración.-

c.5.1 Solución de referencia.- Se colocan 1,2,4,8 y 12 ml de solución estandar de fierro ( 1 ml = 0.02 mg de fierro) en matraces volumétricos de 100ml respectivamente y diluyendo cada uno aproximadamente 60 ml , al sexto matraz se le añaden 60 ml de agua para que sirva como solución de referencia.

c.5.2 Desarrollo del color y fotometría.- Se añaden 10 ml de la solución buffer de acetato de sodio-ácido acético a cada matraz y se agita; a continuación se adicionan 2 ml de solución de cloruro de hidroxilamina y 5 ml de la solución 1-10 fenantrolina diluyendo a 100 ml .

Se pasa una porción conveniente de la solución de referencia a una celda de absorción adjuntando el fotómetro a la marca inicial usando una banda de luz centrada aproximadamente a 490 milimicrones, ( este ajuste corresponde al 100 % de transmitancia a cero en absorbancia dependiendo del equipo usado). Mientras se mantenga el fotómetro ajustado, se toman las lec-

. . . turas fotométricas de las soluciones de calibración

c.5.3 Curva de calibración.- Se hace una gráfica con las lecturas fotométricas de las soluciones de calibración contra mg de fierro por 100 ml de solución.

c.6 Procedimiento.- Se pone la solución de muestra obtenida por disolución de la rebaba de zinc de los anodos de muestra o una alícuota conveniente a un matraz volumétrico de 100 ml diluyendo de 50 a 60 ml, se agregan 25 ml de la solución - buffer de acetato de sodio-ácido acético y se agita adicionando 2 ml de la solución de cloruro de hidroxilamina, se sigue agitando y se agregan 2 ml de la solución 1-10 ferriantrolina diluyendo a la marca.

Se coloca una porción apropiada de la solución de referencia en una celda de absorción y se ajusta el fotómetro a la marca inicial usando una banda de luz centrada aproximadamente a 490 milimicrones. Una vez obtenido el cero del fotocolorímetro, se procede a determinar la lectura del aparato con la solución por analizar.

c.7 Cálculos.- Las lecturas fotométricas de la muestra o alícuotas se convierten a mg de fierro por medio de la curva de calibración. Se calcula el porcentaje de fierro como sigue:

$$\% \text{ de fierro} = \frac{A \times 100}{B}$$

A = mg de fierro encontrados en la muestra ó alícuota usada.

B = g de muestra representada por la muestra ó alícuota empleada.

- d Determinación de aluminio y silicio.
- d.1 Alcance.- Este método puede ser usado cuando el aluminio se encuentra en concentraciones mayores de 0.1 %.
- d.2 Reactivos
- d.2.1 Solución de ácido nítrico 1:1.
- d.2.2 Hidróxido de amonio concentrado.
- d.2.3. Acido clorhídrico concentrado.
- d.2.4. Solución indicadora de rojo de metilo.- Se disuelve 0.1 - gramo de rojo de metilo en 3.72 mililitros de una solución de hidróxido de sodio 0.1 N, se diluye a 250 ml con agua y se filtra si es necesario
- d.2.5 Solución de hidróxido de amonio 1:3
- d.2.6 Solución de ácido clorhídrico 1:2
- d.2.7 Sulfato ácido de potasio cristalizado.
- d.2.8 Solución de ácido sulfúrico 1:1
- d.2.9 Acido Fluorhídrico concentrado.
- d.2.10 Solución de cloruro de amonio ( 10 g/lit ) .- Se disuelven - 10g de cloruro de amonio en agua y se diluye a un litro, se neutraliza agregando 3 gotas de hidróxido de amonio por litro.
- d.3 Procedimiento.- Se pesa un gramo de muestra y se pone en un vaso de precipitados de 400 ml disolviendo con 30 ml de ácido nítrico 1:1 , hasta aparición de vapores nitrosos intensos. Se deja enfriar y ya frío se neutraliza con hidróxido de amonio concentrado hasta un pH de 11. Se obtiene un precipitado blanco amorfo, el cual se filtra. Al filtrado se le

agregan 5 ml de ácido clorhídrico concentrado, calentando a ebullición y agregando dos gotas de indicador de rojo-de metilo añadiendo entonces hidróxido de amonio hasta alcanzar casi la neutralización. Se agrega hidróxido de amonio 1:3 si el color de la solución cambia a un tono anaranjado. Se filtra inmediatamente en papel filtro de porosidad media, se lava con solución de cloruro de amonio neutra. El filtrado se guarda para la determinación de magnesio. Se coloca el vaso original de 600 ml bajo el embudo y se disuelve el precipitado con lavados de HCl 1:2 y agua caliente. Después que el precipitado ha sido disuelto se lava abundantemente con agua diluyendo a 200 ml y repitiendo la precipitación y filtración del aluminio como se mencionó en el párrafo anterior.

Se transfieren el papel y el precipitado a un crisol de platino pesado, se carboniza cuidadosamente al principio y posteriormente se calcina a 1150 °C durante una hora. Se enfria el desecador y se pesa. Se vuelve a calcinar a 1150 °C hasta peso constante, pesando tan rápidamente como sea posible.

Después de la pesada final, se añaden 4 g de sulfato ácido de potasio al crisol y se funde el precipitado, se enfria y se extrae la fusión con 50 ml de agua y 5 ml de ácido sulfúrico 1:1 evaporando hasta aparición de humos blancos densos, se enfria y se adicionan 100 ml de agua hir-. . . . .

.. viendo la solución formada. Se filtra en un papel textura mediana usando pulpa de papel y lavando con agua caliente. A continuación se transfiere el papel y su contenido a un crisol de platino donde se carboniza, calcina, enfría y pesa.

Se humedece el contenido con unas cuantas gotas de ácido sulfúrico 1:1 agregando 3 ml de ácido fluorhídrico, se evapora cuidadosamente a sequedad prosiguiendo con las operaciones de calcinación, enfriamiento y pesada. La pérdida en peso corresponde al  $\text{SiO}_2$ .

d.4 Cálculos-

$$\% \text{ de Al} = \frac{A}{B} \times 0.5291 \times 100$$

A = gramos de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

B = gramos de la muestra empleada.

$$\% \text{ de Si} = \frac{C}{B} \times 0.4666 \times 100$$

C = gramos de  $\text{SiO}_2$ .

B = gramos de la muestra empleada.

e).- Determinación del cadmio.

e.1 Reactivos necesarios:

e.1.1 Acido sulfúrico ( 1:1 ).- Mézclense 500 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ( densidad 1.84 ) con 500 ml de agua destilada

e.1.2 Ácido Sulfúrico ( 1:5 ).-Mezclense 200 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (densidad 1.84) con 1000 ml de agua destilada.

e.1.3 Acido clorhídrico ( 1:3 ).- Mézclense 250 ml de  $\text{HCl}$  ( densidad 1.19 ) con 750 ml de agua destilada.

e.2 Procedimiento.- Colóquense 25 g de muestra en un vaso alto - de 500 ml, agrégense 250 ml de agua y 55 ml de HCl (densidad 1.19 ) y agítense. Cuando la acción casi ha cesado, agrégese mas ácido con agitación, usando porciones de 2 en 2 ml dejando reposar después de cada adición, hasta que al final queden unicamente unos 2 g sin atacar. Filtrese, transfíranse al - filtro las partículas de zinc sin disolver y lavense dos veces con agua y deséchese el filtrado.

Llévese la materia sin disolver del papel filtro a un vaso de 500 ml, cúbrase y disuélvase en 10 ml de agua - y 10 ml de  $\text{HNO}_3$  ( densidad 1.42 ). Transfiérase a una cacerola, agrégense 20 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ( 1:1 ) y evapórese hasta que - los humos blancos hagan su aparición. Déjese enfriar, agrégense 100 ml de agua, hiérvase, enfríese y déjese asentar durante la noche, filtrese el  $\text{PbSO}_4$  sobre un papel filtro adecuado, lávese dos veces con agua, reténgase el filtrado y deséchese el papel y el precipitado.

Dilúyase el filtrado a 400 ml . Agrégense 10 g de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  y precipítese con H S a través de la solución durante una hora, dejese reposar hasta que el precipitado se haya asentado, y filtrese el  $\text{CdS}$  a través de un crisol de Gooch de - - fondo móvil. Retírese el precipitado empujando el fondo de - - crisol en un vaso de precipitados de 200 ml lavando los lados de crisol en un vaso con un poco de pulpa de asbesto. Agrégense 50 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ( 1:5 ) y hiérvase durante 30 minutos. - Filtrese, lávese y dilúyase hasta 300 ml , agrégense 5 g de -

$\text{NH}_4\text{Cl}$  y precipítese con  $\text{H}_2\text{S}$  como se hiciera anteriormente. Re-  
pítase, haciendo una tercera precipitación si la cantidad de -  
cadmio presente es considerable.

Después de la precipitación final, déjese asentar-  
fíltrese y transfírase a una cápsula de platino, cúbrase y di-  
suélvase con  $\text{HCl}$  ( 1:3 ). Disuélvase el precipitado restante -  
sobre el papel  $\text{HCl}$  diluido ( 1:3 ) y agrégese también a la so-  
lución contenida en la cápsula de platino. Agrégense 10 ml de  
 $\text{H}_2\text{SO}_4$  ( 1:1 ) y evapórese la solución hasta que se desprendan-  
humos copiosos de  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Evapórese el exceso de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  calen-  
tando la cápsula con precaución, y finalmente caliéntese entre  
500 y 600 °C. Enfríese y pésele como  $\text{CdSO}_4$ .

9.3 Cálculos.

$$\% \text{ de Cd} = \frac{A \times 0.5393}{B} \times 100$$

A = Peso del  $\text{CdSO}_4$ .

B = Peso de la muestra.



- 3.- Métodos de prueba para determinar la composición química de -  
los ánodos de magnesio.
- a).- Especímenes de prueba.- Las muestras de metal se obtienen mediante un taladro mecánico con broca de 9 mm de diámetro, que al penetrar forman unas rebabas a partir de las cuales se preparan las soluciones que servirán para cuantear las impurezas. La viruta metálica se pesa en la cantidad apropiada para cada análisis, con aproximación de 0.0001 g y se disolverá de acuerdo con el método analítico empleado para cada determinación.
- b).- Determinación clorimétrica de níquel en ánodos de magnesio --  
( método dimetilgloxima-agente oxidante ).
- b.1 Principio del método.- A un pH de 7.5 el compuesto de níquel -  
con dimetilgloxima, insoluble en soluciones acuosas, puede ser extraído con cloroformo, en donde dicho compuesto es ligeramente soluble, una vez separado el níquel por extracción en fase orgánica, se retorna a fase acuosa para seguir el método colorimétrico.
- b.2 Reactivos y materiales.
- b.2.1 Solución de dimetilgloxima en alcohol etílico al 1 %
- b.2.2 Solución acuosa de ácido cítrico al 10 %
- b.2.3 Solución de persulfato de potasio al 2 %
- b.2.4 Cloroformo grado analítico.
- b.2.5 Solución de ácido clorhídrico 1 N
- b.2.6 Solución de hidróxido de sodio 2 N
- b.2.7 Solución acuosa de clorhidrato de hidroxilamina al 10 % .

- b.3 Aparatos y equipo.
- b.3.1 Medidor de pH, con juego de electrodos de vidrio y calomel.,
- b.3.2 Colorímetro ó espectrofotómetro con juego de celdas.
- b.3.3. Balanza analítica.
- b.4 Preparación de la muestra.- Se pesa un gramo de muestra (reba-  
ba ).
- b.5 Procedimiento.
- b.5.1 Atacar con 20 ml de ácido clorhídrico 1:1 hasta disolución to-  
tal, si quedan residuos insolubles, filtrar lavando perfecta-  
mente.
- b.5.2 Añadir 5 ml de solución de ácido cítrico y 5 ml de solución de  
clorhídrico de hidroxilamina.
- b.5.3 Ajustar el pH a 7.5, diluir con agua destilada hasta 100 ml, pa-  
sar la solución a un embudo de separación y agregar 5 ml de so-  
lución de dimetilglioxima.
- b.5.4 Hacer 3 extracciones sucesivas con 5 ml de cloroformo agitando  
vigorosamente por 30 segundos cada ocasión.
- b.5.5 Para retornar el níquel a la fase acuosa, agite el cloroformo-  
de las extracciones por un minuto con 2 porciones de 5 ml de -  
solución de ácido clorhídrico 1 N.
- b.5.6 Transferir la solución a un matraz y diluir aproximadamente a-  
50 ml.
- b.5.7 Agregar 1 ml de ácido cítrico, 3 ml de persulfato de potasio,-  
15 ml de hidróxido de sodio 2 N y 1 ml de dimetilglioxima.
- b.5.8 Calentar a 60 °C por 5 minutos, la solución se tornará de un -  
color rojo vino en caso de existir níquel, aforar a 100 ml.

- b.5.9 Medir la absorbancia a 465 milimicrones y restar el blanco llevado en todo proceso.
- b.5.10 La curva de calibración se hace con una solución estándar de níquel en ácido clorhídrico 0.1 N.
- b.6 Cálculos
- $$\% \text{ de Ni} = \frac{\text{Microgramos de níquel de la gráfica} \times 10^{-6} \times 100}{\text{Peso de la muestra, en gramos.}}$$
- c).- Determinación de cobre en ánodos de magnesio.
- c.1 Principio del método.- El cobre cuproso forma una solución coloreada con neocuprolina ( 2.9 dimetil 1.10 fenantrolina). Este complejo de cobre coloreado se extrae de cloroformo y se determina colorimétricamente.
- c.2 Reactivos y materiales.
- c.2.1 Acido clorhídrico, grado analítico.
- c.2.2 Solución acuosa de ácido clorhídrico 1:4
- c.2.3 Clorhidrato de hidroxilamina, solución acuosa al 10%
- c.2.4 Cloroformo, grado analítico.
- c.2.5 Solución estándar de cobre ( concentración: 1 mg/ml)
- c.2.6 Solución estándar de cobre ( concentración : 5 microgramos/ml) preparadla a partir de la solución anterior.
- c.2.7 Solución acuosa de ácido nítrico concentrado 1:1.
- c.2.8 Solución acuosa de citrato de sodio al 20 %.
- c.2.9 Hidróxido de amonio, grado analítico.
- c.2.10 Solución alcohólica de neocuprolina al 0.1 %
- c.3 Aparatos y equipo.
- c.3.1 Medidor de pH.
- c.3.2 Colorímetro o espectrofotómetro con juego de celdas.
- c.3.3 Balanza analítica.

- c.4 Procedimiento.
- c.4.1 Tomar una muestra de 5 a 10 g y limpiarla, sumergiendola - en una solución de ácido clorhídrico 1:4.
- c.4.2 Lavar la muestra varias veces con agua destilada y secarla. Pesar la muestra y colocarla en un vaso de 400 ml.
- c.4.2 Agregar aproximadamente 100 ml de agua destilada y colocar el vaso en un recipiente con hielo en la campana. Agregar - 50 ml de ácido clorhídrico concentrado y dejar la muestra - en el recipiente con hielo hasta que la reacción se atenúe.
- c.4.3 Continuar con la adición de ácido clorhídrico en incremen- tos de 25 ml hasta que la muestra se disuelva. Agregar uno o varios cuerpos de ebullición y calentar lentamente durante 30 minutos aproximadamente. Se observará un precipitado de - silice si el silicio esta presente en la muestra. Este debe- eliminarse.
- c.4.4 Transferir la solución a un matraz volumetrico de 250 a 500 ml aforar con agua destilada y mezclar.
- c.4.5 Pipetear una alícuota que represente de 0.3 a 0.5 g de la -- muestra y pasarlos a un vaso de 100 ml, agregar 10 ml de la - solución de clorhidrato de hidroxilamina y 15 ml de la solu-- ción de citrato de sodio. Usando el medidro de pH, fijar un va- lor de 4.5 a 5.5 con hidróxido de amonio concentrado o ácido- clorhídrico 1:4.
- c.4.6 Transferir la solución a un embudo de separación de 250 ml, - agregar 15 ml de neocuprofina, agitar y dejar reposar aproxima- damente durante 30 segundos. Añadir 10 ml de cloroformo y agi- tar vigorosamente durante 30 segundos. Dejar que las fases se separen y dejar salir la fase inferior cobre- cloroformo, fil- trarla ( con papel filtro No. 41 Whatman o un equivalente) y

recoger el filtrado en la celda de lectura.

c.4.7 Medir la absorbancia a 457 milimicrones y restar el blanco llevado en todo el proceso. Hacer referencia a la curva de calibración para microgramos de cobre.

c.4.8 La curva de calibración se prepara a partir de las soluciones de cobre estandar

c.5 Cálculos

$$\% \text{ de cobre} = \frac{\text{Microgramos de cobre de la gráfica} \times 10^{-6} \times 100}{\text{Peso de la muestra, en gramos.}}$$

d).- Determinación de aluminio en ánodos de magnesio.

( método clorimétrico 8 - hidroxiquinolina ) .

d.1 Principio del método.- Se base an la separación del aluminio - por precipitación selectiva utilizando cantidades conocidas de fierro como recolector, y posteriormente una extracción en fase orgánica del compuesto 8- hidroxiquinolato de aluminio, en condiciones adecuadas para eliminar la interferencia del fierro.

d.2 Reactivos y materiales

d.2.1. Solución de ácido clorhídrico 1:1

d.2.2 Solución de fierro, de concentración 0.2 g/l aproximadamente.

d.2.3 Cloruro de amonio, grado analítico.

d.2.4 Solución de hidróxido de amonio, 1:4 y 1:1 .

d.2.5 Solución de cianuro de potasio de concentración 30 g/l .

d.2.6 Solución reguladora de pH ( 10.4 a 10.7 ) .- se mezclan 200 ml de hidróxido de amonio concentrado con 50 ml de agua y se disuelven 50 g de cloruro de amonio.

d.2.7 Solución de 8-hidroxiquinolina en cloroformo de concentración 10 g/l .

- d.2.8 Cloroformo puro.
- d.2.9 Solución estandar de aluminio de concentración 10 microgramos/ml.
- d.3 Aparatos y equipo.
- d.3.1 Medidor de pH, con juego de electrodos vidrio-calomel.
- d.3.2 Colorímetro o espectrofotómetro con juego de celdas.
- d.3.3 Balanza analítica.
- d.4 Procedimiento.
- d.4.1 Pesar un gramo de muestra.
- d.4.2 Atacar lentamente con 20 ml de ácido clorhídrico 1:1
- d.4.3 En caso de existir insolubles, eliminarlos por filtración, lavando perfectamente con el mínimo posible de volumen de agua.
- d.4.4 Adicionar 5 ml de la solución de fierro, calentar a ebullición durante 5 minutos, enfriar, añadir 0.5 g de cloruro de amonio, y diluir a 50 ml.
- d.4.5 Ajustar el pH de la solución a un valor de 6 con solución de hidróxido de amonio 1:4, llevar a baño maria durante 20 minutos.
- d.4.6 Filtrar ( con papel filtro Whatman No. 40 o su equivalente), lavar perfectamente con agua tibia ( 5 lavados mínimo ) a la que se le han adicionado dos gotas de solución de hidróxido de amonio 1:4 .
- d.4.7 Redisolver el precipitado con 5 ml de ácido clorhídrico 1:1 y volver a repetir todos los pasos a partir de d.4.5.
- d.4.8 Una vez que el precipitado se ha vuelto a disolver con 5 ml y ácido clorhídrico 1:1, diluir a 50 ml, adicionar 5 ml de solución de cianuro de potasio. Este paso debe realizarse en una campana por la posibilidad de desprendimiento de gases venenosos.
- d.4.9 En seguida ajustar el pH a 7 con la solución de hidróxido de amonio 1:1, agregar 10 ml de solución reguladora de pH, transferir la solución problema a un embudo de separación de 25 ml y efectuar dos extracciones sucesivas con 5 ml de solución 8 -hidroxiquinolina, agitando vigorosamente durante dos minutos en cada . . . . .

... ocasión.

- d.4.10 Recibir los extractos orgánicos en un matraz volumétrico de 50 ml y aforar con cloroformo.
- d.4.11 Medir la absorbancia a 395 milimicrones y restar el blanco llevado en todo el proceso. Hacer referencia a la curva de calibración para microgramos de aluminio.
- d.4.12 La curva de calibración se hace a partir de una solución estándar de aluminio, de concentración 10 microgramos/ml.

NOTA: Es recomendable para el desarrollo de esta técnica analítica -- utilizar agua bidestilada o tridestilada, además en el blanco -- debe utilizarse el mismo volumen de agua de dilución que en el problema hasta el momento de efectuar las extracciones.

d.5 Cálculos.

$$\% \text{ de Al} = \frac{\text{Microgramos de aluminio de la gráfica} \times 10^{-6} \times 100}{\text{Peso de la muestra, en gramos}}$$

e).- Determinación de manganeso.

e.1 Alcance.- Este método se aplica para la determinación de manganeso en aleaciones de magnesio en concentraciones menores del 2%.

e.2 Principio del método.- Este método está basado en la oxidación del manganeso en solución ácida a permanganato por medio del periodato de potasio.

e.3 Aparatos y equipo.

e.3.1 Espectrofotómetro.

e.3.2 Celdas ópticas de absorción, con un cm de vía de luz.

e.4 Materiales y reactivos.

e.4.1 Acido Sulfúrico diluido 1:4

- e.4.2 Acido nítrico concentrado.
- e.4.3 Periodato de potasio ( meta ).
- e.4.4 Solución patrón de manganeso.- Se disuelven 100 mg de manganeso altamente puro en 5 ml de agua y 5 ml de ácido nítrico concentrado , deja completar la reacción, se enfria y se diluye - en un matraz volumétrico de un litro, se agita y se afora. En esta solución 1 ml equivale a 0.1 mg de magnesio.
- e.5 Preparación de los patrones de comparación.
- e.5.1 Se pasan 2 muestras alicuotas de 1,5,10,15 ml de soluciones de manganeso a vasos de 250 ml y se diluyen con agua hasta un volumen de 40 ml; en otro vaso adicional, se agregan 15 ml de ácido sulfúrico ( 1:4 ) y 25 ml de ácido nítrico concentrado.
- e.5.2 Se calientan las soluciones hasta ebullición y cuidadosamente se agregan 0.5 g de periodato de potasio, se hierve durante 3 minutos para que se produzca la intensidad de color, se enfria y se diluye a 100 ml en un vaso volumétrico, y se mezcla.
- e.5.3 Se pasa una porción de la solución a una celda de absorción de 1 cm y se lee la absorbancia a 545 milimicrones.
- e.6 Curva de calibración.- Se traza la curva de calibración con los valores obtenidos en la cantidad de manganeso en mg por 100 ml de solución.
- e.7 Procedimiento.
- e.7.1 Para aleaciones que contengan menos de 0.2 % de manganeso, se pesa 1 g de muestra a un vaso de precipitados de 250 ml.
- e.7.2 Se agregan 15 ml de agua destilada y 25 ml de ácido sulfúrico ( 1:4 ) para disolver la muestra.
- e.7.3 Para aleaciones con manganeso que contengan mas de 2 % de manganeso, se pesa una muestra que contenga aproximadamente de 10 a 20 mg de manganeso a un vaso de 250 ml y se agregan 15 ml de agua y 25 ml de ácido sulfúrico ( 1:4 ) por cada gramo



. . de manganeso en la aleación.

e.7.4 Cuando la reacción termine, se agregan 5 ml de ácido nítrico - concentrado, se disuelve hasta que no tenga ningún residuo obscuro, y si la solución se presenta turbia se filtra a través - de un papel filtro, se pasa la solución a un vaso volumétrico - de 500 ml , se diluye con agua y se mezclan; se pesa una alicuota que contenga 0.2 a 2.0 mg de manganeso a un vaso de - -- 250 ml.

e.7.5 Se pasa una parte de la solución a una celda de absorción de - 1 cm y se lee la absorbancia a 545 milimicrones, se determina - el aumento de manganeso presente de la curva de calibración -- estandar.

e.8 Interpretación de resultados.- Para comprobar el valor especificado en la muestra del contenido en % de manganeso, debe hacerse uso de la siguiente expresión:

$$\% \text{ de Mn} = \frac{\text{Miligramos de Mn encontrados} \times 100}{\text{gramos de muestra alicuota} \times 1000.}$$

e.9 Precisión.- La diferencia máxima permisible entre determinaciones efectuadas por duplicado no debe ser mayor de 0.2 % en caso contrario, debe repetirse la determinación.

f).- Determinación de fierro en ánodos de magnesio.

f.1 Alcance.- Este método se aplica para determinar fierro en cantidades menores de 0.05 % en aleaciones de magnesio.

f.2 Principio del método.- El fierro se determina mediante una completa coloración por medio de orto-fenantrolina en solución -- buffer de acetato, con tartrato.

f.3 Aparatos y equipo .

- f.3.1 Espectrofotómetro.
- f.3.2 Celda Corex de 1 cm.
- f.3.3 Celda Yett de 40 mm.
- f.4 Materiales y reactivos.
- f.4.1 Acido clorhídrico.
- f.4.2 Tartrato de sodio y potasio en solución.- Se disuelven 45 g de este reactivo (  $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_2$  ) en un litro de agua
- f.4.3 Solución de ácido clorhídrico en hidroxilamina.
- f.4.4 Acido Acético, acetato de sodio y solución buffer.
- f.4.5 Orto-Fenantrolina, en solución 1 % de alcohol etílico.
- f.4.6 Solución patrón de fierro.
- f.5 Preparación de los patrones de comparación y construcción de - la curva de calibración.
- f.5.1 Se preparan soluciones patrón; cada una debe contener de 0.01 a 0.50 g de fierro, se pasa a unos vasos volumétricos de 100ml y se diluye a 10 ml con agua; posteriormente se agrega en orden las siguientes soluciones agitando después de cada edición:
  - 5 ml de solución de sodio y potasio.
  - 40 ml de solución de ácido clorhídrico con hidroxilamina
  - 10 ml de solución de acetato de sodio, ácido acético ( solución- buffer) .
  - 2 ml de solución de orto-fenantrolina.
- f.5.2 El volumen se diluye con agua destilada, se agita la solución y se deja reposar durante 15 minutos; se prepara otra muestra empleando todos los reactivos mencionados.
- f.5.3 Se coloca la muestra en una celda de 40 mm . Se ajusta el - - instrumento de tal modo que la obsorbancia de la solución que de en cero a una longitud de onda de 510 milimicrones, los -

- . . . datos de absorbancia de las soluciones patrones de 0.05 a 0.50 g de fierro se pasan sobre el diagrama.
- f.5.4 Se coloca la otra muestra en una celda de 1 cm y se ajusta el aparato para que la absorbancia de la solución quede en cero - a una longitud de onda de 510 milimicrones , se lee la absorbancia de las soluciones patron de 0.05 a 0.50 mg de fierro y se pasan los datos sobre el diagrama.
- f.6 Procedimiento.
- f.6.1 Se toma un gramo de muestra y se pasa a un vaso de 100 ml, se agregan 15 ml de agua de ácido clorhídrico en pequeñas cantidades hasta 7.5 ml; cuando la muestra se ha disuelto completamente se calienta la solución por unos cuantos minutos y se filtra si es necesario.
- f.6.2 Se evapora la solución por medio de baño maria hasta llegar a un volumen de 10 ml, se enfria y se agregan las siguientes soluciones:
- 5 ml de solución de tartrato de sodio y potasio; 4 ml de solución de ácido clorhídrico con hidroxilamina y 10 ml de solución de ácido acético-acetato de sodio y solución buffer- 2 ml de orto-fenantrolina.
- f.6.3 Se pasa ésta solución a un vaso volumétrico de 100 ml y se diluye con agua, se agita y deja en reposo durante 15 minutos.
- f.6.4 Usando la propia celda, se ajusta el aparato a una absorbancia de acero con una longitud de onda de 510 milimicrones . Se lee la absorbancia de la solución muestra y se determina el aumento de fierro presente en la curva normal de calibración.
- f.7 Cálculos.- Para la comprobación del porcentaje de fierro en la

.. aleación debe efectuarse el cálculo con la siguiente expresión:

$$\% \text{ de fierro} = \frac{\text{miligramos de fierro} \times 100}{\text{gramos de muestra} \times 1000}$$

- f.8 Precisión.- La diferencia máxima permisible entre determinaciones efectuadas por duplicado no debe ser mayor de 2 % ; en caso contrario debe repetirse la determinación
- 4.- Métodos de prueba para determinar la composición química de los ánodos de aluminio.
- a).- Especímenes de prueba.- Las muestras de metal se obtienen mediante un taladro mecánico con broca de 9 mm de diámetro, que al penetrar forman unas rebabas a partir de las cuales se preparan las soluciones que servirán para cuantear las impurezas.
- La viruta metálica se pesa en la cantidad apropiada para cada análisis, con aproximación de 0.0001 g y se disolverá de acuerdo con el método analítico empleado para cada determinación .
- b).- Determinación de mercurio en ánodos de aluminio.
- b.1 Alcance.- Este método se emplea para determinar 20 ó más partes por millón de mercurio en aleaciones de aluminio.
- b.2 Principio del método.- El mercurio se extrae con defínitico-carbozona ( ditizona ) y se mide colorimetricamente.
- b.3 Aparatos y equipo.
- b.3.1 Frascos de 250 ml de fondo redondo con juntas de vidrio esmerilado.
- b.3.2 Condensadores enfriados con agua, con juntas de vidrio esmerilado para unir los frascos anteriores.
- b.3.3 Botellas lavadoras de gas de 500 ml.
- b.3.4 Embudos de separación de 500 ml.

- b.3.5 Colorímetro para mediciones de absorbancia a 490 milimicrones.
- b.3.6 Mecheros de gas o calentadores de plancha.
- b.4 Reactivos.
- b.4.1 Ditizona "A".- Se usa una solución al 0.01 % disolviendo la -- ditizona ( difenil-tio-carbozona ) en cloroformo y se almacena en un frasco de color ambar.
- b.4.2 Ditizona "B".- Se disuelven 20 ml de la solución de ditizona - "A" en 500 ml de cloroformo. Se almacena en frascos de color - ambar.
- b.4.3 Cloroformo.- Se conserva en frascos de color ambar.
- b.4.4 Acido sulfúrico 1:1 en volumen.
- b.4.5 Acido nítrico concentrado.
- b.4.6 Solución de mercurio estandar "A".- Se pesan 0.1354 g de cloru ro mercúrico diluyendo a 100 ml con agua.
- b.4.7 Solución de mercurio estandar "B".- Se toma 1 ml de mercurio - estandar "A" y se diluye aproximadamente 50 ml, entonces se -- agregan 10 ml de ácido sulfúrico 1:1 y se aforan a un volumen de 100 ml.
- Un mililitro equivale a 10 microgramos de mercurio.
- b.4.8 Solución acuosa de cloruro de hidroxilamina al 10 %.
- b.5 Procedimiento .- Se pesan de 0.250 a 0.500 g de la muestra -- anódica que debe estar en partículas pequeñas y se colocan en el matraz de fondo redondo de 250 ml. Se conecta el condensador de agua al matraz, teniendo la precaución de que una gran cantidad de agua fría esté fluyendo a través del condensador. Se emplea otro frasco para correr una prueba testigo durante el procedimiento.

Se agregan 10 ml de ácido clorhídrico concentrado y 5 ml de ácido nítrico concentrado a través del condensador y se calienta moderadamente, dejando de calentar cuando la reacción se vuelve violenta y calentando cuando ésta mengúa. Cuando la muestra se ha disuelto, se sigue calentando por un mínimo de 10 minutos.

Se lava el condensador con unos pocos mililitros de agua y se enfría el frasco en un baño de agua helada. Se transfiere la solución a un matraz volumétrico de 250 ml y se le agregan 25 ml de ácido sulfúrico 1:1 y se completa el volumen, agitando el matraz.

Se agregan 150 ml de agua al frasco lavador de gas de 500 ml adicionalmente 25 ml de ácido sulfúrico 1:1, mezclando perfectamente las soluciones.

Se pipetea 25 ml de la muestra en el frasco lavador y se le inyecta aire comprimido vigorosamente durante 20 a 30 minutos.

A continuación se le agregan 20 ml de la solución de ditizona "B" agitando vigorosamente durante 20 segundos. Cuando la fase orgánica inferior se separa, se seca la cola del embudo de separación con papel filtro enrollado y se filtra el extracto de cloroformo a través de papel Whatman No. 41, dentro de la celda de lectura.

Una vez efectuado lo anterior, se obtiene la lectura de absorbancia en el clorímetro, ajustado a 490 milimicrones, después de ajustar el cero del instrumento con cloroformo. Se hace una segunda extracción usando 20 ml de ditizona, se filtra y se toma la lectura.

Se continúa el proceso adicionando 20 ml de la solución de ditizona "B" , extrayendo, filtrando, etc. hasta que se encuentre el valor mínimo.

Este valor mínimo se debe alcanzar en la segunda extracción y - en caso que éste no se obtenga rápidamente, el proceso deberá - comenzarse nuevamente usando una alicuota mas pequeña.

Extraer y leer la absorbancia de los reactivos en la prueba -- testigo usando el mismo procedimiento empleado en la muestra.

b.6

Curva de calibración estandar. - Se toman 1,2,3 ml de la solución de mercurio estandar "B" y se transfieren a un embudo de - separación de 500 ml conteniendo 25 ml de solución de ácido sulfúrico 1:1 , diluyendo a 350 ml con agua. Estos estandares son equivalentes a 0.10,20 y 30 microgramos de mercurio.

Se agregan 20 ml de la solución de ditizona "B" y se agita vigorosamente durante 20 segundos, filtrando el extracto de cloroforo-ditizona a través de papel No. 41, dentro de la celda, leyendo la absorbancia a 490 milimicrones.

Se continúan las extracciones usando 20 ml de ditizona "B" filtrando, etc. hasta que se obtenga la lectura mínima de absorbancia y graficando las lecturas de absorbancia netas contra los microgramos de mercurio. El instrumento se calibra a cero usando - cloroformo.

b.7

Cálculos.

( lectura máxima- lectura mínima ) = microgramos de mercurio de la gráfica .

Es conveniente aclarar que si se requiere mas de una extracción- para obtener la lectura mínima, se deberán acumular los microgramos obtenidos en las diferentes extracciones.

microgramos de Hg en la muestra- Microg. en el blanco =ppm de Hg.  
gramos de muestra x alicuota.

- c).- Determinación de zinc en ánodos de aluminio.
- c.1 Alcance.- El método se aplica para determinar 500 o mas ppm de zinc, pero susando alicuotas mas grandes de muestra se pueden de tectar concentraciones mas bajas de zinc.
- c.2 Principio del método.- El zinc se extrae de la solución alcalina y luego de una solución ácida, con difenil-tio carbazona (ditizona) midiendo la absorbancia en un colorímetro.
- c.3 Equipo.
- c.3.1 Embudos de separación de 125 ml.
- c.3.2 Medidor de pH.
- c.3.3 Colorímetro capaz de medir absorbancias a 535 milimicrones.
- c.4. Reactivos.
- c.4.1 Acido clorhídrico concentrado.
- c.4.2 Acido clorhídrico acuoso 1:1
- c.4.3 Acido nítrico concentrado.
- c.4.4 Solución de difeniltiocarbazona ( ditizona) .- Al 0.005 % en -- peso por volumen de tetracloruro de carbono obtenido por disolución de 5 mg del reactivo en 2 ml de cloroformo y luego diluyendo a 100 ml de tetracloruro de carbono, almacenando la solución en frascos de vidrio color ámbar. Esta solución debe prepararse semanalmente.
- c.4.5 Solución acuosa de citrato de amonio al 20 %
- c.4.6 Solución acuosa de sulfuro de sodio al 1 %.
- c.4.7 Solución acuosa de sulfuro de sodio diluida, preparada por dilución de 40 ml de la solución al 1 % a un litro de agua. Esta solución también debe prepararse semanalmente.
- c.4.8 Solución acuosa de hidróxido de amonio 1 : 1
- c.4.9 Solución estandar de zinc "1".- Preparada por disolución de 100 mg de zinc de alta pureza en 20 ml de HCl 1:1 .La disolución



zinc se lleva a cabo en caliente.

- c.4.10 Solución estandar de zinc "2" .- Preparada usando 1 ml de la solución estandar de zinc No. "1" y poniendola en un matraz volumétrico de 100 ml que contenga 5 ml de solución de ácido clorhídrico 1:1 y diluyendo a 100 ml . Un ml de esta solución contiene - 10 microgramos de zinc.
- c.4.11 Solución de HCl 0.1 N.
- c.4.12 Solución acuosa de acetato de sodio 0.5 M.
- c.4.13 Solución de tiosulfato de sodio.- preparada con 50 g de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$  en 100 ml de agua
- c.5 Procedimiento.- Se pesan de 0.250 a 0.500 de rebaba de la aleación y se ponen en un vaso de precipitados de 250 ml tapado con un vidrio de reloj. Se debe usar otro vaso de precipitados para correr una prueba testigo con los reactivos.

Se agregan 20 ml de HCl concentrado, tapando el vaso con un vidrio de reloj y enfirando en un baño de agua helada si la reacción se desarrolla en forma muy violenta.

Cuando el ataque se atenúa se calienta moderadamente en un calentador eléctrico de plancha hasta que la disolución del zinc ha sido completa y a continuación se le agregan 25 ml de agua, calentando moderadamente durante otros 10 ó 20 minutos.

Se enfría la solución, se lava el vidrio de reloj -- con agua caliente y se transfiere el contenido del vaso a un matraz volumétrico de 250 ml.

Se toma una alícuota de 2 ml en un vaso de pre -----

citados de 100 ml y se le adicionan 2 ml de la solución de citrato de amonio y de cloruro de hidroxilamina. Se ajusta el medidor de pH mediante adiciones de las soluciones 1:1 de ácido clorhídrico y de hidróxido de amonio.

Se transfiere la solución al embudo de separación de 125 ml y se le agregan 6 ml de la solución de ditizona y aproximadamente 4 ml de tetracloruro de carbono, agitando el embudo de separación durante 20 segundos. Cuando las fases se separan, se drena la capa orgánica líquida inferior en otro embudo de separación de 125 ml, agregando un ml de tetracloruro de carbono al primer embudo, agitando y lavando el extracto en el segundo embudo.

Esta operación de lavado se repite hasta que ya no haya color evidente en la fase orgánica. Se agregan 2 ml de ditizona y 4 de tetracloruro de carbono al primer embudo, agitando la solución durante 20 segundos y drenando el extracto en el segundo embudo repitiendo los pasos de lavado descritos previamente.

Se continúan las extracciones usando 2 ml de ditizona y 4 de cloruro de carbono, así como los lavados establecidos, hasta que el extracto de ditizona ya no cambie de color.

A todos los extractos de ditizona combinados se les agregan 25 ml de ácido clorhídrico 0.1 N, agitando vigorosamente el embudo de separación durante 20 segundos. La fase orgánica inferior se drena y se lava dos veces con 3 ml de tetracloruro de carbono y desechando la fase orgánica.

La fase ácida se transfiere a un vaso de 100 ml y se le adicionan hidróxido de amonio 1:1 hasta que se obtiene un -

pH aproximado de 4 a 6, el cual se determina usando papel pH. A continuación se le agregan 2 ml de la solución de tiosulfato de sodio y por medio del medidor del pH se ajusta este a 5 por medio de las soluciones 1;1 de hidróxido de amonio, ácido clorhídrico y 0.5 M de acetato de sodio.

Esta solución vuelve a ser tratada de acuerdo con el procedimiento de extracción con la ditizona, se le agregan 25 ml de la solución diluida NaS y se agita vigorosamente durante 10 segundos teniendo cuidado de que el tiempo se tome lo mas exacto posible por que se puede tener algo de descomposición en el color si se usa un tiempo más largo.

La fase orgánica inferior se transfiere a un frasco volumétrico seco de 50 ml y se afora con tetracloruro de carbono.

Se mezcla y se filtra una porción de la solución en una celda de lectura de un cm, usando papel filtro Whatman -- No. 41 y se toma la lectura colorimétrica inmediatamente usando un filtro de color verde.

El procedimiento descrito se debe hacer en un colorímetro Klett-Summerson, pero si se usa otro tipo de aparato las lecturas deberán ser ejecutadas a una longitud de onda 535 milimicrones, boteniendo el cero del instrumento mediante lecturas con tetracloruro de carbono.

Finalmente se toma la lectura de absorbancia de la -- prueba testigo con reactivos y se resta ésta de la lectura con la muestra.

c.6

Curva de calibración estandar.- Se ponen 0,1,2,3 ml de la solución estandar de zinc No. "2" en vasos de precipitados de 100 -

ml. Estos patrones son equivalentes a 0,10,20,30 microgramos de zinc, a los cuales se les agrega 2 ml de citrato de amonio ajustando el pH a 8.3 con las soluciones diluidas de hidróxido de amonio y de ácido clorhídrico .

El zinc de estos patrones se extrae en la forma descrita en los párrafos precedentes y la lectura final se obtiene restando la lectura estandar de cero y graficando las lecturas contra los microgramos de zinc, en papel milimétrico.

c.7 Cálculos.

Lectura de la muestra- Lectura del testigo = microgramos de Zn - de la muestra.

$$\frac{\text{g de Zn} \times 125}{\text{peso de la muestra}} = \text{ppm de Zn.}$$

d).- Método de prueba para la determinación de silicio en ánodos de Aluminio.

d.1 Alcance.- Este Método se utiliza cuando se tienen concentraciones de silicio menores de 0.25 %

d.2 Aparatos y Equipo.

d.2.1 Cápsula de porcelana.

d.2.2 Vaso de cobre

d.2.3 Crisol de porcelana

d.2.4 Crisol de platino de 20 ml

d.2.5 Vidrio de reloj de 12 cm de diámetro.

d.2.6 Embudo de filtración rápida.

d.2.7 Papel filtro ( porosidad media ) .

d.2.8 Papel tornasol

d.2.9 Vaso de precipitados de 250 ml.

- d.2.10 Vaso de precipitados de 400 ml .
- d.2.11 Material común de laboratorio
- d.3 Materiales y reactivos.- Los reactivos que a continuación se mencionan deber ser reactivos analíticos, a menos que se indique otra cosa. Cuando se hable de agua se debe entender agua destilada.
- d.3.1 Mezcla ácida No. 1.- Se colocan en un matraza de 1000 ml - 350 ml de agua y se mezclan con 250 ml de solución de ácido sulfúrico --- 1:1,200 ml de ácido nítrico concentrado y 200 ml de ácido clorhídrico concentrado.
- d.3.2 Solución de ácido clorhídrico 1 N.
- d.3.3 Solución saturada de ácido sulfúrico
- d.3.4 Solución de ácido nítrico 3 N.
- d.3.5 Solución de ácido perclórico al 70%
- d.3.6 Solución de agua oxigenada al 3 %.
- d.3.7 Solución de ácido sulfúrico 9 N.
- d.3.8 Solución de hidróxido de sodio al 30 %.
- d.3.9 Solución de ácido sulfúrico 1:10
- d.3.10 Solución de acetato de amonio.- Se pesan 300 g de acetato de amonio, se colocan en un matraz volumétrico de 1000 ml y se afora.
- d.3.11 Solución lavadora de acetato de amonio.- Se toman 25 ml de solución de acetato de amonio, se colocan en un vaso de precipitados de 200 ml, se agregan 100 ml de agua caliente y se añade rojo de metilo suficiente para que dé reacción ácida con el ácido acético.
- d.4 Procedimiento.
- d.4.1 Se pesa 1,000 g. de la muestra por analizar, se coloca en una cápsula de porcelana y se cubre con vidrio de reloj.
- d.4.2 Se agregan 30 ml de la mezcla ácida No. 1 y se disuelve la muestra, se calienta a ebullición hasta la aparición de humos blancos y se deja enfriar.

- d.4.3 Se añaden 10 ml de solución de ácido sulfúrico 9 N y 75 ml de agua caliente. Se calienta a ebullición hasta disolución de las sales y en caso de turbiedad se agregan 3 gotas de solución de agua oxigenada al 3 %.
- d.4.4 Se pasa una corriente de ácido sulfídrico hasta la total precipitación, y se filtra la solución a través de papel filtro, se lava con pequeñas porciones de agua caliente.
- d.4.5 Se agregan sobre el filtro 10 ml de solución de ácido nítrico - 9 N, el residuo se lava con pequeñas porciones de agua caliente, hasta eliminar la acidez ( papel tornasol ).
- d.4.6 El filtro y su contenido se colocan en un crisol de porcelana y se calcinan a una temperatura de  $1000 \pm 50$  °C hasta peso constante. Se secan en la mufla, se colocan en un desecador y se pesan.
- d.5 Cálculos y resultados.- La cantidad de silicio en % se calcula con la siguiente expresión:

$$\text{Si \%} = \frac{G_1 \times 45.72}{G}$$

Donde:

$G_1$  = Gramos de residuo obtenidos

$G$  = Gramos de muestra.

## C A P I T U L O    V I

### MUESTREO ESTADISTICO, INSPECCION Y CONTROL DE CALIDAD DE ANODOS DE SACRIFICIO.

1.-            Conceptos básicos.

a).-           Control de calidad.- El control de calidad de un material o producto, es el conjunto de actividades ( tales como -- muestreo, inspección y análisis matemático ) tendientes a asegurar la calidad adecuada del mismo, verificando que - cumpla con determinadas especificaciones.

El control de calidad lo podemos dividir en :

a.1            Control de calidad en el proceso de fabricación

a.2            Control de calidad del producto terminado.

De acuerdo con el objetivo de ésta tesis al hablar de control de calidad de los ánodos de sacrificio se deberá entender como control de calidad del producto terminado pues este control no solamente lo puede y debe hacer el fabricante sino también el consumidor.

a.2.1          Control de calidad del producto terminado por parte del fabricante: .- Tiene dos objetivos y son:

a.2.1.1       Formar una base de actuación con respecto al producto terminado, como por ejemplo decidir si un lote de productos - sale a la venta o no. En caso de que se decida que el producto no debe salir a la venta se verá la posibilidad de - recuperarlo.

a.2.1.2 Proporciona una base de actuación con respecto al proceso de fabricación, con vistas al producto futuro; como por ejemplo decidir si debe dejarse el proceso libre de modificaciones o por el contrario hay que actuar sobre él para descubrir y eliminar las causas perturbadoras.

a.2.2. Sistema de control de calidad de producto terminado por parte del usuario.

Un sistema de control de calidad de insumos debe tener como objetivos fundamentales:

a.2.2.1 Comprobar la calidad de lo adquirido.

a.2.2.2 Asegurarse de la confiabilidad del fabricante.

a.2.2.3 Obtener las garantías y certificados necesarios acerca de la buena calidad del producto.

El instrumento fundamental para lograr estos objetivos es la inspección que es una de las técnicas del control de calidad que permite asegurar que un producto contenga en forma consistente determinados requisitos por los cuales servirá en forma óptima para el fin a que se destine.

b).- Inspección.- La inspección es el proceso de medición, examen, prueba, o de alguna otra forma de comparación de la unidad de producto bajo consideración, con respecto a sus especificaciones.

b.1 Finalidades de la inspección:

b.1.1 Separar las unidades de producto aceptable de las que no los son.

b.1.2 Evaluar el grado de conformidad respecto a sus especificaciones.



- b.1.3 Certificar que se han cumplido las especificaciones - establecidas por las características de calidad de -- las unidades de producto.
- b.2 Métodos de inspección.- En el campo de la inspección- existen dos métodos reconocidos para evaluar las características de calidad de las unidades de producto que son:

- b.2.1 Inspección por variables.- Es aquella bajo la cual se evalúan algunas características de calidad con respecto a una escala continua y los resultados se expresan como valores numéricos dentro de esa escala.

La inspección por variables permite determinar el grado de cumplimiento de la unidad de producto a las especificaciones establecidas.

- b.2.2 Inspección por atributos.- Es aquella bajo la cual se clasifica simplemente en defectuosa o no defectuosa,- pasa o no pasa, dentro o fuera de tolerancia, aceptables o no aceptables, completas o incompletas, etc.
- b.2.3 Comparación entre ellas. - En la inspección por atributos se pueden agrupar en un solo nivel de calidad todas aquellas características que tengan la misma importancia estableciendo un nivel de calidad para todo ese grupo. La decisión de aceptar o rechazar un lote- se toma mas bien sobre la base de determinar si las - unidades de producto de la muestra satisfacen un nivel de calidad dado para el grupo completo, que si esas satisfacen cada especificación en forma individual.

Contrariamente, en la inspección por variables, aún no se han desarrollado las medidas para determinar el cumplimiento con un nivel de calidad determinado para grupos de especificaciones considerados en forma colectiva. En este caso, se debe establecer un nivel de calidad individual para cada especificación y la decisión de aceptar o no un lote debe basarse en cada una de ellas.

Por lo tanto el método de inspección que se debe aplicar a nuestro problema en particular será la inspección por atributos.

c).- La estadística como auxiliar del control de calidad.

El desarrollo y aplicación de la técnica estadística para el control de calidad ha sido dirigido preferentemente a las ramas no químicas de la industria. Es hasta últimas fechas cuando comienza a observarse un serio impulso en el campo de la Química para utilizar las ventajas que ofrece la aplicación de esa valiosa técnica de control.

El objeto del control estadístico de calidad es establecer rutinas y procedimientos de inspección-normalizados apoyados en los métodos estadísticos, que permitirán resolver los problemas de control de calidad.

Los métodos y técnicas empleadas en el control estadístico de calidad, se apoyan principalmente en las teorías del cálculo de probabilidades.

Existen varios procedimientos que pueden considerarse comprendidos en la denominación " Control estadístico de calidad" pero el considerado mas práctico y adecuado para ser aplicado en ánodos de sacrificio, es el que se apoya en la aplicación de la norma oficial mexicana DGN-R-18-1975 y de la norma de la de-fensa de los Estados Unidos de America MIL-S1D-105 U.

La adopción de los métodos de las normas citadas nos lleva a la aplicación del muestreo para la inspección con fines de aceptación, que consiste - en tomar una o mas muestras de un lote, de acuerdo con cierto plan y con base a ellas decidir la aceptación- o rechazo del lote completo.

- 2.- Aplicación del muestreo para inspección con fines de aceptación en ánodos de sacrificio.
- a).- Razones que se pueden aducir para su aplicación
  - a.1 El costo de hacer al 100 % la inspección excede el costo del material anódico inspeccionado.
  - a.2 Si se hiciera el 100 % de inspección o sea que se hi- cieran las pruebas de laboratorio, comprobación de pe- so y verificación de las dimensiones de todos y cada - uno de los ánodos, de cualquier forma no seria 100 % - efectivo debido a la fatiga y monotonía.
  - a.3 Además como hay que perforar los ánodos para poder sa- car asi las especímenes de preba, seria impractico ha- cerlo en el 100 % de las unidades, ya que al quedar mu

.. tilado y perder peso el rendimiento sería menor.

b).-

Riesgos de la inspección por muestreo.- Aún en la inspección 100 % siempre existe el riesgo de que se pase un pequeño porcentaje de unidades de producto defectuosas, esto es debido entre otras cosas a errores del personal, mala interpretación de las tolerancias, uso inadecuado del equipo de inspección, falta de calibración del mismo o simplemente por usar métodos inapropiados por lo que nunca se podrá garantizar que un lote de ánodos de sacrificio este totalmente libre de defectuosas.

En la inspección por muestreo, además de los errores antes mencionados, debemos considerar los errores intrínsecos al muestreo estadístico o sea la suerte de tomar muestras buenas o malas.

c).-

Clasificación de los defectos en ánodos de sacrificio.- Defecto es cualquier discrepancia o inconformidad del ánodo con respecto a sus especificaciones y se dividen de acuerdo con su importancia en:

c.1

Defectos críticos.- Son aquellos que hacen el ánodo inútil y son el incumplimiento en las especificaciones químicas y fisico-químicas.

c.2

Defectos mayores.- Son aquellos que puedan tener importancia en sus efectos sobre la operación o vida del ánodo bajo condiciones normales de empleo y son

..el incumplimiento con respecto a las dimensiones, al peso y mal contacto entre el ánodo y la varilla conductora.

c.3

Defectos menores.- Son aquellos que no producen efectos de importancia y solo afectan la presentación del ánodo como son los defectos de fundición.

3.- Selección del tamaño de la muestra y criterio de aceptación.

Para poder definir el tamaño de la muestra se deben de establecer los siguientes parámetros:

a).- Tamaño del lote.- Número total de áodos agrupados para su inspección, deben de estar formados por unidades que pertenezcan a la misma serie de fabricación y hayan sido manufacturados en las mismas condiciones.

b).- El nivel de inspección.-El nivel de inspección define las relación entre el tamaño del lote y el tamaño de la muestra. Las tablas estan calculadas de tal forma que cuando el tamaño del lote es grande, el tamaño de la muestra es mayor que para un lote mas pequeño, sin embargo, no aumenta en proporción directa ya que para un lote grande la muestra es proporcionalmente mas pequeña que para un lote menor tamaño.

La decisión de cual nivel de inspección se usará depende principalmente de las siguientes consideraciones:

b.1 Protección que proporciona el nivel de inspección que se pretende aplicar.

b.2 Cantidad de inspección ( .cantidad de pruebas y mediciones que se tienen que hacer ) por áodo.

b.3 Costo de la Inspección.

La tabla No. 7 proporciona tres niveles generales de inspeccion, I,II,III y cuatro niveles especiales

.. de inspección S-1, S-2, S-3 y S-4. El nivel de inspección puede ser diferente para cada grupo de características.

Con relación a los defectos críticos se usará el nivel especial de inspección S-4 ya que los procedimientos y pruebas de laboratorio para comprobar las especificaciones químicas y fisio-químicas son muy -- costosos y ocupan de un tiempo mas o menos largo.

Con relación a los defectos mayores y menores -- se utilizará el nivel de inspección II, ya que la inspección de estas características es a base de mediciones -- dimensionales y visual.

c).- Clase de inspección.- Las diferentes graduaciones de -- rigurosidad en la inspección, permite establecer tres -- clases de inspección que son normal, rigurosa y reducida. Se aplicará la inspección normal a menos que circunstancias especiales aconsejen lo contrario.

d).- Plan de muestreo.- Los planes de muestreo indican la -- cantidad de muestras que se han de inspeccionar de cada lote y puede ser simple, doble o múltiple. Se utilizará el muestreo simple.

Una vez establecidos estos parámetros se localiza la letra clave correspondiente al tamaño de la muestra en la tabla No. 7 y en la tabla No. 8 de acuerdo -- con la letra clave y para un plan de muestreo sencillo y una inspección normal podemos leer el número correspondiente al tamaño de la muestra, la cual se debe to--

...mar estrictamente al azar utilizando la tabla --  
No. 6 de números aleatorios.

e).- Nivel aceptable de calidad ( NAC ).- Es el porcentaje máximo de unidades defectuosas que, para propósitos de inspección por muestreo, se puede considerar satisfactorio como calidad promedio de un producto.

El NAC que se va a usar debe establecerse entre proveedor y consumidor, se pueden especificar diferentes NAC para grupos de defectos considerados en forma individual.

El valor del NAC aplicable a ánodos de sacrificio es de 2.5 expresado como % de defectuosas, considerado para todo tipo de defectos.

Teniendo estos dos valores, tamaño de la muestra y NAC se podrá leer en la tabla No. 8 los valores de aceptación y de rechazo o sea el número máximo de unidades defectuosas que se puede aceptar en la muestra para dar por bueno todo el lote.

f).- Valores de aceptación y rechazo de ánodos de sacrificio respecto a defectos críticos. Para aceptación o rechazo de un lote de ánodos de sacrificio respecto a defectos críticos se establecen los siguientes valores:

Tamaño del lote = N.

Tamaño de la muestra = n.



Nivel de Inspección = S-4.

Clase de inspección = normal.

Plan de muestreo = simple

NAC = 2.5 %

Tamaño del lote	Tamaño de la muestra	Criterio de aceptación	
		Ac	Re
N	n		
I	II	III	IV
2 a 15	2	0	1
16 a 25	3	0	1
26 a 90	5	0	1
91 a 150	8	1	2
151 a 500	13	1	2
501 a 1200	20	1	2
1201 a 10000	32	3	3

Tabla No. 4 .

g).- Valores de aceptación y rechazo de ánodos de sacrificio respecto a defectos mayores y menores.- Para aceptación o rechazo de un lote de ánodos de sacrificio - respecto a defectos mayores y menores se establecen - los siguientes valores:

Tamaño del lote = N

Tamaño de la muestra = n.

Nivel de inspección = II

Clase de inspección = normal.

Plan de muestreo = simple

NAC = 2.5 %

Tamaño del lote	Tamaño de la muestra	Criterio de aceptación	
		Ac	Re
N	n	III	IV
I	II	0	1
2 a 8	2	0	1
9 a 15	3	0	1
16 a 25	5	0	1
26 a 50	8	1	2
51 a 90	13	1	2
91 a 150	20	1	2
151 a 280	32	2	3
281 a 500	50	3	4
501 a 1200	80	5	6
1201 a 3200	125	7	8
3201 a 10000	200	10	11

Tabla No. 5 .

H).- Procedimientos.- Se extrae, susando la tabla No. 6 de números aleatorios una muestra de  $n$  ánodos de los  $N$  que componen el lote de acuerdo con la tabla No. 4; Probar los ánodos siguiendo los métodos de prueba descritos en el capítulo anterior y si del número de ánodos que forman la muestra ( $n$ ) columna II, solo son rechazados un número igual o menor al que se establece en la columna III (Ac), el lote  $N$  se acepta.

Si del número de ánodos que forman la muestra ( $n$ ) columna II, son rechazados un número igual o mayor al que se establece en la columna IV (Re) el lote ( $N$ ) se rechaza.

DIGITOS AL AZAR\*

1306	1189	5731	3968	5606	5084	8947	3897	1636	7810
0422	2431	0649	8085	5053	4722	6598	5044	9040	5121
6597	2022	6168	5060	8656	6733	6364	7649	1871	4328
7965	6541	5645	6243	7658	6903	9911	5740	7824	8520
7695	6937	0406	8894	0441	8135	9797	7285	5905	9539
5160	7851	8464	6789	3938	4197	6511	0407	9239	2232
2961	0551	0539	8288	7478	7565	5581	5771	5442	8761
1428	4183	4312	5445	4854	9157	9158	5218	1464	3634
3666	5642	4539	1561	7849	7520	2547	0756	1206	2033
6543	6799	7454	9052	6689	1946	2574	9386	0304	7945
9975	6080	7423	3175	9377	6951	6519	8287	8994	5532
4866	0956	7545	7723	8085	4948	2228	9583	4415	7665
8239	7068	6094	5168	3117	1586	0237	6160	9585	1133
8722	9191	3386	3443	0434	4586	4150	1224	6204	0937
1330	9120	8785	8382	2929	7089	3109	6742	2468	7025
2296	2952	4764	9070	6356	9192	4012	0618	2219	1109
3582	7052	3132	4519	9250	2486	0830	8472	2160	7046
5872	9207	7222	6494	8973	3545	6967	8490	5264	9821
1134	6324	6201	3792	5651	0538	4676	2064	0581	7996
1403	4497	7390	8503	8239	4236	8022	2914	4368	4529
3393	7025	3381	3553	2128	1021	8353	6413	5161	8583
1137	7896	3602	0060	7850	7626	0854	6565	4260	6220
7437	5198	8772	6927	8527	6851	2709	5992	7383	1071
8414	8820	3917	7238	9821	6073	6658	1280	9643	7761
8398	5224	2749	7311	5740	9771	7826	9533	3800	4553
0995	8935	2939	3092	2496	0359	0318	4697	7181	4035
6657	0755	9685	4017	6581	7292	5643	5064	1142	1297
8875	8369	7868	0190	9278	1709	4253	9346	4335	3769
8399	6702	0586	6428	7985	2979	4513	1970	1989	3105
6703	1024	2064	0393	6815	8502	1375	4171	6970	1201
4730	1653	9032	9855	0957	7366	0325	5178	7959	5371
8400	6834	3187	8688	1079	1480	6776	9888	7585	9998
3647	8002	6726	0877	4552	3238	7542	7804	3933	9475
6789	5197	8037	2354	9262	5497	0005	3986	1767	7981
2630	2721	2810	2185	6323	5679	4931	8336	6662	3566
1374	8625	1644	3342	1587	0762	6057	8011	2666	3759
1572	7625	9110	4409	0239	7059	3415	5537	2250	7292
9678	2877	7579	4335	0449	8119	6969	5383	1717	6719
0882	6781	3538	4090	3092	2365	6001	3446	9985	6007
0006	4205	2389	4365	1981	8158	7784	6256	3842	5603
4611	9861	7916	9305	2074	9462	0254	4827	9198	3974
1093	3784	4190	6332	1175	8599	9735	8584	6581	7194
3374	3545	6865	8819	3342	1676	2264	6014	5012	2458
3650	9676	1436	4374	4716	5548	8276	6235	6742	2154
7292	5749	7977	7602	9205	3599	3880	9537	4423	2330
2353	8319	2850	4026	3027	1708	3518	7034	7132	6903
1094	2009	8919	5676	7283	4982	9642	7235	8167	3366
0568	4002	0587	7165	1094	2006	7471	0940	4366	9554
5606	4070	5233	4339	6543	6695	5799	5821	3953	9458
8285	7537	1181	2300	5294	6892	1627	3372	1952	3028

De Donald B. Owen, *Handbook of Statistical Tables*. Reading, Mass: Addison Wesley, 1962

TABLA No. 6.- NUMEROS ALEATORIOS

TABLA 7.- LETRAS CODIGO DEL TAMAÑO DE LA MUESTRA

TAMAÑO DEL LOTE			Niveles de inspección especiales				Niveles de inspección generales		
			S-1	S-2	S-3	S-4	I	II	III
2	a	8	A	A	A	A	A	A	B
9		15	A	A	A	A	A	B	C
16		25	A	A	B	B	B	C	D
26		50	A	B	B	C	C	D	E
51		90	B	B	C	C	C	E	F
91		150	B	B	C	D	D	F	G
151		280	B	C	D	E	E	G	H
281		500	B	C	D	E	F	H	J
501		1200	C	C	E	F	G	J	K
1201		3200	C	D	E	G	H	K	L
3201		10000	C	D	F	G	J	L	M
10001		35000	C	U	F	H	K	M	N
35001		150000	D	E	G	J	L	N	P
150001		500000	D	E	G	J	M	P	Q
500001	en adelante		D	E	H	K	N	Q	R

TABLA No. 8.- TABLA PATRON PARA INSPECCION NORMAL  
 ( MUESTREO SIMPLE )

Letra código del tamaño de la muestra	Tamaño de la muestra	Niveles aceptables de calidad (Inspección normal).																											
		0.010	0.015	0.025	0.040	0.065	0.10	0.15	0.25	0.40	0.65	1.0	1.5	2.5	4.0	6.5	10	15	25	40	65	100	150	250	400	650	1000		
		Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re
A	2	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	0 1	↓	↓	1 2	2 3	3 4	5 6	7 8	10 11	14 15	21 22	30 31	44 45	↑	
B	3	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	0 1	↓	↓	1 2	2 3	3 4	5 6	7 8	10 11	14 15	21 22	30 31	44 45	↑	
C	5	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	0 1	↓	↓	1 2	2 3	3 4	5 6	7 8	10 11	14 15	21 22	30 31	44 45	↑	
D	8	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	0 1	↓	↓	1 2	2 3	3 4	5 6	7 8	10 11	14 15	21 22	30 31	44 45	↑	
E	13	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	0 1	↓	↓	1 2	2 3	3 4	5 6	7 8	10 11	14 15	21 22	30 31	44 45	↑	
F	20	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	0 1	↓	↓	1 2	2 3	3 4	5 6	7 8	10 11	14 15	21 22	30 31	44 45	↑	
G	32	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	0 1	↓	↓	1 2	2 3	3 4	5 6	7 8	10 11	14 15	21 22	30 31	44 45	↑	
H	50	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	0 1	↓	↓	1 2	2 3	3 4	5 6	7 8	10 11	14 15	21 22	30 31	44 45	↑	
J	80	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	0 1	↓	↓	1 2	2 3	3 4	5 6	7 8	10 11	14 15	21 22	30 31	44 45	↑	
K	125	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	0 1	↓	↓	1 2	2 3	3 4	5 6	7 8	10 11	14 15	21 22	30 31	44 45	↑	
L	200	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	0 1	↓	↓	1 2	2 3	3 4	5 6	7 8	10 11	14 15	21 22	30 31	44 45	↑	
M	315	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	0 1	↓	↓	1 2	2 3	3 4	5 6	7 8	10 11	14 15	21 22	30 31	44 45	↑	
N	500	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	0 1	↓	↓	1 2	2 3	3 4	5 6	7 8	10 11	14 15	21 22	30 31	44 45	↑	
P	800	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	0 1	↓	↓	1 2	2 3	3 4	5 6	7 8	10 11	14 15	21 22	30 31	44 45	↑	
Q	1250	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	0 1	↓	↓	1 2	2 3	3 4	5 6	7 8	10 11	14 15	21 22	30 31	44 45	↑	
R	2000	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	0 1	↓	↓	1 2	2 3	3 4	5 6	7 8	10 11	14 15	21 22	30 31	44 45	↑	

Utilizar el primer plan de muestreo que haya debajo de la flecha.

- Si el tamaño de la muestra es igual o excede al tamaño del lote, realizar una inspección 100 %.
- Utilizar el primer plan de muestreo que haya encima de la flecha.
- Ac = Número de aceptación.
- Ra = Número de rechazo.

## CAPITULO VII

### CONCLUSIONES

Con este trabajo se trata de ayudar a unificar criterios entre los fabricantes y usuarios de ánodos de sacrificio, de tal suerte, que el fabricante esté consciente de las necesidades del usuario y de la importancia que tiene la buena calidad de estos materiales y que el usuario a su vez compruebe si efectivamente tienen estos productos la calidad que garantiza el fabricante, y que no seleccione a sus proveedores solo en función del precio y de otras consideraciones que se apartan de lo fundamental.

El control de calidad por parte del usuario es indispensable para poder evaluar el comportamiento de los ánodos de sacrificio y poder tener un criterio para aceptar o rechazar un lote y, a través del tiempo le permite valorar la confiabilidad del fabricante.

El control de calidad por parte del fabricante es indispensable también para poder comprobar y garantizar la calidad y buen funcionamiento de estos productos.

CAPÍTULO VIII

BIBLIOGRAFIA

- 1).- I. Grant, Eugene and S. Leavenworth, Richard  
Statistical Quality Control  
Mc Graw-Hill Book Company  
New York  
1972
- 2).- Miller, Irwin and E. Freund, John  
Probability and Statistics for Engineers  
Prentice-Hall, inc.  
Englewood Cliffs, New Jersey  
1967
- 3).- Sánchez, Sánchez Antonio  
La Inspección y el Control de Calidad.  
Editorial Limusa  
México  
1975
- 4).- Petroleum Refiner  
Cathodic Protection Handbook  
June ( 1957 )
- 5).- The Dow Chemical Company  
Metal Products Department  
Galvalum Anodes- High Current Capacity for Sea Water  
Applications.  
Midland, Michigan.



- 6).- Reding, J.T.  
The Dow Chemical Company  
Field Evaluation of Aluminum Sacrificial Anodes  
Freeport, Texas.
- 7).- Snell, T.D. and Snell C.T.  
colorimetric Methods of Analysis  
3rd. Edition Vol II  
D. Van Nostrand Co., Inc.  
New York ( 1963 )
- 8).- Chemical Engineering  
Fundamentals of Corrosion  
May 17, 1971
- 9).- Chemical Engineering  
Fundamentals of Corrosion  
June 14, 1971
- 10).- Norma Oficial Mexicana NOM-K-109-1977  
Anodos de Magnesio Empleados en Protección Catódica
- 11).- Norma Oficial Mexicana DGN-R-18-1975  
Métodos de Muestreo para la Inspección por Atributos
- 12).- Norma Oficial Mexicana W-53-1974  
Determinación de Manganeso en Aleaciones de Magnesio
- 13).- Norma Oficial Mexicana W-70-1971  
Métodos de Prueba para la Determinación de Hierro en  
aleaciones de aluminio.

- 14).- Norma Oficial Mexicana W-78-1971  
Método de prueba para la Determinación de Zinc en  
Aleaciones de Aluminio.
- 15).- Norma Oficial Mexicana W-50-1974  
Determinación de Fierro en Aleaciones de Magnesio
- 16).- Norma de la Secretaría de la Defensa de U.S.A. - -  
MIL-STD-105D  
Sampling Procedures for Inspeccion by Atributes.
- 17).- Norma de la Secretaría de la Defensa de U.S.A.  
ZINC-MIL-18001 G  
Specifications for Zinc Anodes.