543(04)

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
FACULTAD DE CIENCIAS QUIMICAS

ACIDO METILEN-DISALICILICO 5.5' Y ALUMINON
(OBTENCION, PROPIEDADES Y APLICACIONES)

Flor López Pintado

MEXICO, D. F.
1951

Universidad Nacional Autónoma de México
UNAM
Biblioteca Central
Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE CIENCIAS QUIMICAS

ACIDO METILEN-DISALICILICO 5.5' Y ALUMINON

(OBTENCION, PROPIEDADES Y APLICACIONES)

T E S I S

Que para su examen profesional de
QUIMICO FARMACEUTICO BIOLOGO
P r e s e n t a

Flor López Pintado

TIPOGRAFICA ORTEGA
Emperadores 114
México, D. F. — 1951

Dedico esta tesis, con todo cariño,
A MIS PADRES.

A MIS HERMANOS Y FAMILIARES

A MIS MAESTROS.

Con especialidad al distinguido
maestro don
JOSE GIRAL PEREYRA,
Doctor en Química,
bajo cuya dirección llevé a cabo
este trabajo.

A MIS COMPAÑEROS Y AMIGOS.

A todas aquellas personas quienes colaboraron conmigo para llegar al final de esta carrera.

SUMARIO:

I.—Importancia, obtención, propiedades y aplicaciones del ácido metilén disalicílico 5.5'.

II.—Obtención, propiedades y aplicaciones del ácido aurín-tricarboxílico y aluminón.

III.— Importancia biológica del aluminio y métodos de cuanteo.

IV.—Cuanteo de aluminio en alimentos mexicanos. Resultados obtenidos.

V.—Conclusiones.

VI.—Bibliografía.

CAPITULO PRIMERO

IMPORTANCIA, OBTENCION, PROPIEDADES Y APLICACIONES DEL ACIDO METILEN DISALICILICO 5.5'

La importancia del ácido metilén disalicílico 5.5' se debe a la utilización del mismo para formar sales estables con las dialquilamino-metoxiquinolinas antipalúdicas, pues los clorhidratos de dichas bases son higroscópicas y de estabilidad insuficiente para ser administradas por la vía oral. Son en cambio muy adecuados para la administración parenteral por su gran solubilidad de agua. Sin embargo, tampoco tienen una estabilidad permanente, pues se oxidan lentamente en disolución.

Por el contrario la preparación de tabletas requiere una sal estable no higroscópica. Se buscaron ácidos que dieran sales muy insolubles, lo cual lleva implícito una segunda intención; la de tener preparados que se absorban lentamente, disminuyendo así la toxicidad y prolongando la acción. Los dos ácidos más utilizados con el citado objeto son el ácido metilendisalicílico 5.5' y el ácido metilén bis-oxinaftoico o ácido 2.2' dioxinaftil-metán 3.3' dicarboxílico llamado también ácido metánico. Ejemplo de un metilén disalicilato insoluble es el del plasmocid, el metilén disalicilato de plasmocid cuya fórmula condensada es de $2C_{15}H_{12}O_6C_{17}H_{25}ON_3$ y está formada por 2 moléculas de ácido metilén disalicílico 5.5' y una molécula de base sólida (plasmocid) que es el 6 metoxi 8 gama dietilamino-propil-amino quinolina $C_{17}H_{25}ON_3$ (1).

BIBLIOTECA DE LA FACULTAD NACIONAL DE QUIMICA MEXICO

Además es empleado el ácido metilén disalicílico 5.5' en síntesis de colorantes del grupo del trifenil-metano.

Condensado con una molécula de ácido salicílico en presencia de nitrito de sodio y ácido sulfúrico como deshidratante y oxidante, produce el ácido aurín-tricarboxílico, conocido con el nombre de aluminón, por emplearse en solución amoniacal como reactivo coloreado cualitativo y cuantitativo (colorimétrico) específico y sensible del aluminio (2).

Al hablar en el capítulo siguiente acerca del aluminón se hará resaltar nuevamente su importancia.

OBTENCION.

Para esto se hace a partir de ácido salicílico, formaldehido y agua como materias primas.

Partiendo de las siguientes cantidades:

Acido Salicílico	100 g.
Agua	1,500 c.c.
Formaldheido de 40%	50 c.c.
Acido clorhídrico conc.	300 c.c.

El aparato empleado consta de un matraz de fondo redondo con un refrigerante de reflujo; el matraz va colocado en baño de arena.

TECNICA.

El ácido salicílico se disuelve hirviendo a reflujo en 1,500 c.c. de agua, se añade el ácido clorhídrico concentrado y el formol y se hierve a reflujo durante 5 a 6 horas. Se deja enfriar durante la noche y el precipitado blanco se filtra en vacío, lavando con abundante agua hasta que los líquidos de loción no tengan reacción ácida.

El producto es suficientemente puro para usos subsiguientes; si se desea recristalizarlo puede hacerse en acetona, benceno y éter (3).

El método anterior fu
metilén-disalicílico 5.5' pe

Primero partí de la m

Agua .....
Acido Salicílico
Formaldehido de
Acido clorhídri

Se utiliza el mismo a
un poco la técnica como

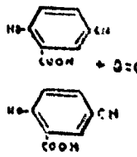
Dentro del matraz s
de agua destilada, calenté
se disolvió totalmente el
agua y reflujé 2 horas m
do salicílico al reflujar es
gunda vez y una tercera h

Hecho esto agregué
el calentamiento por 11 h

Lo dejé reposar una
Buchner el precipitado
destilada hasta que el líq

Se secó el precipita
den un rendimiento de 8

REACCIONES.



En la reacción ante
hidratante.

alicílico 5.5' en síntesis

salicílico en presencia
hidratante y oxidante,
con el nombre de alu-
como reactivo colorea-
) específico y sensible

a del aluminón se hará

alicílico, formaldehido y

100 g.
1,500 c.c.
50 c.c
300 c.c.

az de fondo redondo con
do en baño de arena.

a reflujo en 1,500 c.c. de
do y el formol y se hierve
durante la noche y el pre-
en abundante agua hasta
ácida.

a usos subsiguientes; si se
a, benceno y éter (3).

El método anterior fué el que seguí para la obtención del ácido metilén-disalicílico 5.5' pero con algunas variaciones.

Primero partí de la mitad de las cantidades.

Agua	750 c.c. - 150 c.c.
Acido Salicílico	50 g.
Formaldehido de 40%	25 c.c.
Acido clorhídrico conc. ...	150 c.c.

Se utiliza el mismo aparato mencionado anteriormente variando un poco la técnica como sigue.

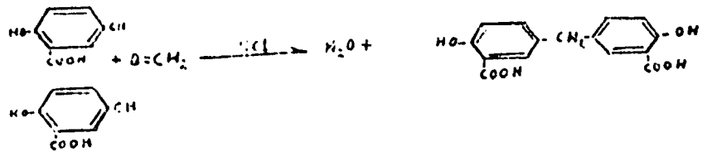
Dentro del matraz se puso el ácido salicílico y agregué 750 c.c. de agua destilada, calenté varias horas al cabo de las cuales como no se disolvió totalmente el ácido salicílico se agregaron otros 50 c.c. de agua y reflujé 2 horas más, con lo que se disolvió un poco más el ácido salicílico al reflujar esas dos horas, esta operación la repetí una segunda vez y una tercera hasta disolución total del ácido salicílico.

Hecho esto agregué el formol y el ácido clorhídrico y prolongué el calentamiento por 11 horas.

Lo dejé reposar una noche y al siguiente día se filtró en embudo Buchner el precipitado formado de color blanco y se lavó con agua destilada hasta que el líquido del filtrado no dió reacción ácida.

Se secó el precipitado y se pesó, obteniendo 44 g. que corresponden un rendimiento de 88%.

REACCIONES.



En la reacción anterior, el HCl actúa como condensador y deshidratante.

Además es empleado el ácido metilén disalicílico 5.5' en síntesis de colorantes del grupo del trifenil-metano.

Condensado con una molécula de ácido salicílico en presencia de nitrito de sodio y ácido sulfúrico como deshidratante y oxidante, produce el ácido aurín-tricarboxílico, conocido con el nombre de aluminón, por emplearse en solución amoniacal como reactivo coloreado cualitativo y cuantitativo (colorimétrico) específico y sensible del aluminio (2).

Al hablar en el capítulo siguiente acerca del aluminón se hará resaltar nuevamente su importancia.

OBTENCION.

Para esto se hace a partir de ácido salicílico, formaldehido y agua como materias primas.

Partiendo de las siguientes cantidades:

Acido Salicílico	100 g.
Agua	1,500 c.c.
Formaldheido de 40%	50 c.c.
Acido clorhídrico conc.	300 c.c.

El aparato empleado consta de un matraz de fondo redondo con un refrigerante de reflujo; el matraz va colocado en baño de arena.

TECNICA.

El ácido salicílico se disuelve hirviendo a reflujo en 1,500 c.c. de agua, se añade el ácido clorhídrico concentrado y el formol y se hierve a reflujo durante 5 a 6 horas. Se deja enfriar durante la noche y el precipitado blanco se filtra en vacío, lavando con abundante agua hasta que los líquidos de loción no tengan reacción ácida.

El producto es suficientemente puro para usos subsiguientes; si se desea recristalizarlo puede hacerse en acetona, benceno y éter (3).

El método anterior fu
metilén-disalicílico 5.5' pe

Primero partí de la m

Agua .....
Acido Salicílico
Formaldehido de
Acido clorhídri

Se utiliza el mismo a
un poco la técnica como

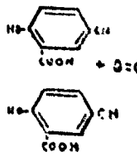
Dentro del matraz s
de agua destilada, calenté
se disolvió totalmente el
agua y reflujé 2 horas m
do salicílico al reflujar es
gunda vez y una tercera h

Hecho esto agregué
el calentamiento por 11 h

Lo dejé reposar una
Buchner el precipitado
destilada hasta que el líq

Se secó el precipita
den un rendimiento de 8

REACCIONES.



En la reacción ante
hidratante.

alicílico 5.5' en síntesis

salicílico en presencia
hidratante y oxidante,
con el nombre de alu-
como reactivo colorea-
) específico y sensible

a del aluminón se hará

alicílico, formaldehido y

100 g.
1,500 c.c.
50 c.c
300 c.c.

az de fondo redondo con
do en baño de arena.

a reflujo en 1,500 c.c. de
do y el formol y se hierve
durante la noche y el pre-
en abundante agua hasta
ácida.

a usos subsiguientes; si se
a, benceno y éter (3).

El método anterior fué el que seguí para la obtención del ácido metilén-disalicílico 5.5' pero con algunas variaciones.

Primero partí de la mitad de las cantidades.

Agua	750 c.c. - 150 c.c.
Acido Salicílico	50 g.
Formaldehido de 40%	25 c.c.
Acido clorhídrico conc. ...	150 c.c.

Se utiliza el mismo aparato mencionado anteriormente variando un poco la técnica como sigue.

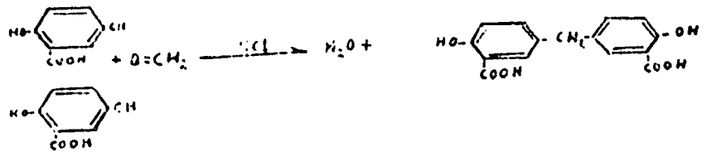
Dentro del matraz se puso el ácido salicílico y agregué 750 c.c. de agua destilada, calenté varias horas al cabo de las cuales como no se disolvió totalmente el ácido salicílico se agregaron otros 50 c.c. de agua y reflujé 2 horas más, con lo que se disolvió un poco más el ácido salicílico al reflujar esas dos horas, esta operación la repetí una segunda vez y una tercera hasta disolución total del ácido salicílico.

Hecho esto agregué el formol y el ácido clorhídrico y prolongué el calentamiento por 11 horas.

Lo dejé reposar una noche y al siguiente día se filtró en embudo Buchner el precipitado formado de color blanco y se lavó con agua destilada hasta que el líquido del filtrado no dió reacción ácida.

Se secó el precipitado y se pesó, obteniendo 44 g. que corresponden un rendimiento de 88%.

REACCIONES.



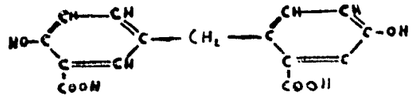
En la reacción anterior, el HCl actúa como condensador y deshidratante.

MONOGRAFIA.

Sinonimia.—Acido 4.4' dioxi-difenil-metándicarboxílico 3.3' ácido metilén disalicílico 5.5'.

Fórmula empírica.—$C_{15}H_{12}O_6$.

Fórmula de Constitución.



Forma cristalina.—Prismas de color blanco, sin olor, sabor amargo. Punto de Fusión = 240 grados C.

Es insoluble en agua fría y caliente, soluble en alcohol etílico frío muy soluble en alcohol etílico caliente, soluble en acetona y éter sulfúrio en frío y en caliente, es soluble en alcohol metílico y en dioxano en frío y en caliente, lo mismo que en alcohol bencílico en caliente y en frío, es poco soluble en alcohol amílico.

Es insoluble en benceno, en cloroformo en tolueno en frío y en caliente, muy poco soluble en tetracloruro de carboono y sulfuro de carbono, tanto en frío como en caliente.

Acción del calor.—Por calentamiento funde con desprendimiento de humos, carbonizándose después.

REACCIONES.

Con el nitrato de plata, da un precipitado blanco grumoso.

Con el cloruro férrico da una coloración violeta.

Con el cloruro de bario, no reacciona.

Reacción al tornasol.—E
reacción ácida.

Todas estas reacciones
comprobadas por nosotros en

APLICACIONES.

Las aplicaciones del ác
cionadas en la importancia q
ya no se mencionan aquí.

icarboxílico 3.3' á

C-OH

sin olor, sabor amar

en alcohol etílico frío
en acetona y éter sul
metílico y en dioxano
bencílico en caliente y

tolueno en frío y en
carboono y sulfuro de

de con desprendimiento

blanco grumoso.

violeta.

Reacción al tornasol.—Enrojece el papel azul, por lo cual tiene reacción ácida.

Todas estas reacciones propiedades y constantes físicas, fueron comprobadas por nosotros en el producto que obtuvimos.

APLICACIONES.

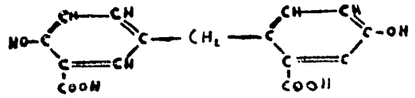
Las aplicaciones del ácido metilén disalicílico 5.5' fueron mencionadas en la importancia que presenta dicho compuesto, por lo cual ya no se mencionan aquí.

MONOGRAFIA.

Sinonimia.—Acido 4.4' dioxi-difenil-metándicarboxílico 3.3' ácido metilén disalicílico 5.5'.

Fórmula empírica.—$C_{15}H_{12}O_6$.

Fórmula de Constitución.



Forma cristalina.—Prismas de color blanco, sin olor, sabor amargo. Punto de Fusión = 240 grados C.

Es insoluble en agua fría y caliente, soluble en alcohol etílico frío muy soluble en alcohol etílico caliente, soluble en acetona y éter sulfúrio en frío y en caliente, es soluble en alcohol metílico y en dioxano en frío y en caliente, lo mismo que en alcohol bencílico en caliente y en frío, es poco soluble en alcohol amílico.

Es insoluble en benceno, en cloroformo en tolueno en frío y en caliente, muy poco soluble en tetracloruro de carboono y sulfuro de carbono, tanto en frío como en caliente.

Acción del calor.—Por calentamiento funde con desprendimiento de humos, carbonizándose después.

REACCIONES.

Con el nitrato de plata, da un precipitado blanco grumoso.

Con el cloruro férrico da una coloración violeta.

Con el cloruro de bario, no reacciona.

Reacción al tornasol.—E
reacción ácida.

Todas estas reacciones
comprobadas por nosotros en

APLICACIONES.

Las aplicaciones del ác
cionadas en la importancia q
ya no se mencionan aquí.

icarboxílico 3.3' á

C-OH

sin olor, sabor amar

en alcohol etílico frío
en acetona y éter sul
metílico y en dioxano
bencílico en caliente y

tolueno en frío y en
carboono y sulfuro de

de con desprendimiento

blanco grumoso.

violeta.

Reacción al tornasol.—Enrojece el papel azul, por lo cual tiene reacción ácida.

Todas estas reacciones propiedades y constantes físicas, fueron comprobadas por nosotros en el producto que obtuvimos.

APLICACIONES.

Las aplicaciones del ácido metilén disalicílico 5.5' fueron mencionadas en la importancia que presenta dicho compuesto, por lo cual ya no se mencionan aquí.

CAPITULO SEGUNDO

OBTENCION, PROPIEDADES Y APLICACIONES DEL ACIDO AURIN TRICARBOXILICO Y ALUMINON

OBTENCION DEL ACIDO AURIN TRICARBOXILICO.

Se obtiene partiendo de las siguientes substancias empleadas como materia prima.

Acido metilén-disalicílico 5.5'	25g.
Nitrito de sodio	12.5g.
Acido salicílico	12.5g.
Acido sulfúrico conc.	90 c.c.

La obtención del ácido aurín-tricarboxílico se hace en un mortero espacioso. Se coloca en el mortero el nitrito de sodio y se pulveriza; se va adicionando poco a poco el ácido sulfúrico concentrado agitando con el pistilo del mortero. (Esta manipulación se efectúa en la campana) debido al gran desprendimiento de vapores nitrosos.

Hecho esto, se adiciona poco a poco y agitando constantemente una mezcla previamente preparada de los ácidos metilén-disalicílico y salicílico.

Se produce una masa espesa con brillo metálico que se vierte sobre un recipiente conteniendo hielo picado y se agita vigorosamente para deshacer los grumos del ácido aurín tricarboxílico precipitado.

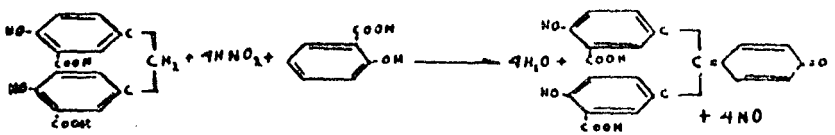
Se filtra por vacío y se lava con agua destilada triturando el precipitado en un mortero hasta que los líquidos de loción no tengan reacción ácida.

El ácido así obtenido, no necesita purificarse para ser empleado como reactivo del aluminio si se transforma en sal amónica.

Para ello el precipitado escurrido todavía húmedo se disuelve en amoníaco diluído (un volumen de amoníaco concentrado con dos volúmenes de agua) utilizando únicamente el necesario para su disolución completa. Ya disuelto, entonces se seca en baño maría, obteniéndose así el aurín-tricarboxilato de amonio.

RENDIMIENTO. — Obtuve 60g. que corresponden a un 75% de ácido-aurín-tricarboxílico.

REACCIONES. $NaNO_2 + H_2SO_4 \longrightarrow NaHSO_4 + HNO_2$

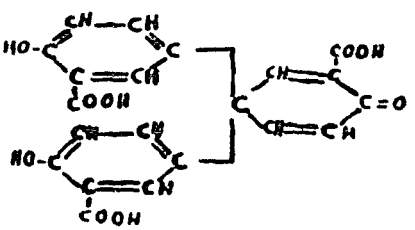


MONOGRAFIA.

Sinonimia.—Acico aurín-tricarboxílico; Acido 4'4" dioxifuchón-tricarboxílico 3.3'3".

Fórmula empírica.—$C_{22}H_{14}O_9$.

Fórmula de constitución.



ASPECTO.

El ácido aurín tricarboxílico forma un polvo rojo con brillo metálico, punto de fusión de 185 grados C., sin olor, sin sabor.

Es insoluble en agua, en benceno, en cloroformo, en sulfuro de carbono tanto en frío como en caliente.

Es soluble en alcohol etílico, en éter, en acetona, en alcohol metílico, en alcohol amílico, en alcohol bencílico y en dioxano, tanto en frío como en caliente.

Acción del calor.—Primero se funde carbonizándose después con desprendimiento de humos.

Reacción al tornasol.—Enrojece el papel azul, por lo cual, tiene reacción ácida. Todas estas reacciones, propiedades y constantes físicas, fueron comprobadas por nosotros en el producto que obtuvimos.

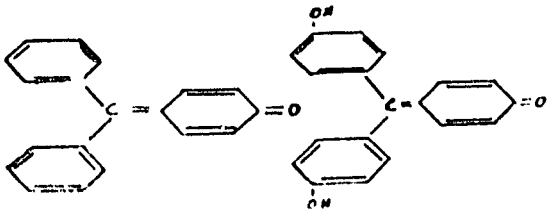
APLICACIONES.

Todas las aurinas son importantes materias colorantes empleadas para teñir con mordientes, se utilizan sobre todo para estampar siendo su empleo más importante en el estampado de papeles y cartones que en el de tejidos mismos.

Las aurinas son derivados fenólicos de la fuchona, así la monoxifuchona es la benaurina y dioxifuchona, la aurina, es decir benzaurina y aurina en la serie fenólica, corresponden a verde de malaquita y cristal violeta.

Y en la serie de las aurinas; benzaurina y verde de malaquita tienen un radical fenilo sin substituir y la aurina y el cristal violeta tienen los tres substituídos.

Una metil aurina es el ácido rosólico, se puede obtener por diazoación y descomposición del diazoico a partir de parafuchona y fuchona respectivamente. (4)



BENZAURINA. AURINA. ACIDO ROSOLICO.

SEGUNDA PARTE

OBTENCION DEL ALUMINON

La obtención del aluminón se hace a partir del ácido aurín-tricarboxílico todavía húmedo, el cual se disuelve en amoníaco diluído (1 volumen de amoníaco concentrado con dos volúmenes de agua) se filtra por filtro de pliegues y se evapora a sequedad, obteniéndose de esta manera el aluminón.

REACCIONES.

Rendimiento.—Para la obtención del aluminón partimos de 15g. de ácido aurín-tricarboxílico, obteniéndose 13.5g. de la sal amoníaca que corresponden a un rendimiento de 75%.

MONOGRAFIA.

Sinonimia.—Aurín tricarboxilato de amonio; aluminón.

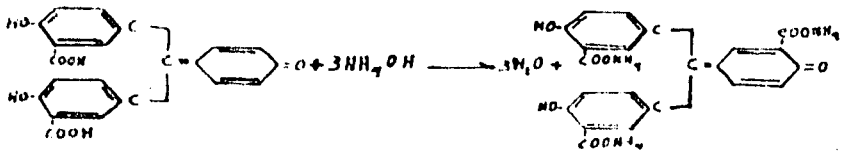
Fórmula empírica. $(C_6H_3OH{-}COONH_4)_2\,CC_6H_3(COONH_4)$

SEGUNDA PARTE

OBTENCION DEL ALUMINON

La obtención del aluminón se hace a partir del ácido aurín-tricarboxílico todavía húmedo, el cual se disuelve en amoníaco diluído (1 volumen de amoníaco concentrado con dos volúmenes de agua) se filtra por filtro de pliegues y se evapora a sequedad, obteniéndose de esta manera el aluminón.

REACCIONES.



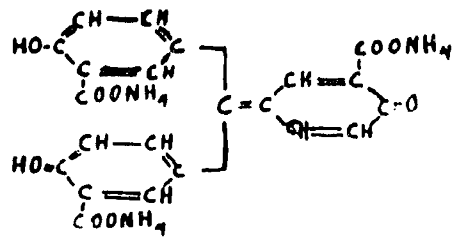
Rendimiento.—Para la obtención del aluminón partimos de 15g. de ácido aurín-tricarboxílico, obteniéndose 13.5g. de la sal amoníaca que corresponden a un rendimiento de 75%.

MONOGRAFIA.

Sinonimia.—Aurín tricarboxilato de amonio; aluminón.

Fórmula empírica. $(C_6H_3OH—COONH_4)_2\,CC_6H_3(COONH_4)$

Fórmula de constitución.



ASPECTO.

Es un polvo café rojizo con brillo metálico, sin olor, sin sabor, punto de fusión. ... 108 grados C.

Es insoluble en benceno, éter, cloroformo, sulfuro de carbono, acetona tetracloruro de carbono, dioxano, y tolueno tanto en frío como en caliente.

Muy poco soluble en alcohol amílico, y en alcohol bencílico en frío y en caliente.

Acción del calor.—Funde, carbonizándose después y desprendiendo humos.

Reacción al tornasol.—Ninguna.

Un derivado ácido de la aurina es el ácido aurín-tricarboxílico. Tiene una doble importancia: Por un lado, como todas las aurinas, es una materia colorante, muy empleada para teñir con mordiente, especialmente de cromo y para tal fin se suele emplear su sal sódica que se conoce con el nombre comercial de violeta de cromo de diversas marcas.

Tiene también, por otro lado, que desde hace pocos años ha adquirido gran relieve en el análisis químico como reactivo colorimétrico, específico y muy sensible del aluminio, por producir con este metal una laca de color rojo sumamente intenso. El método analítico es cualitativo y cuantitativo, siendo este último método; colorimétrico y fotocolorimétrico el cual permite cuantear pequeñísimas cantidades de aluminio, lo que hace de este método ser exacto y de gran sensibilidad.

A este último empleo, debe su nombre de aluminón, y bajo esta denominación, se comprenden indistintamente el ácido y su sal amónica.

Modernamente se tiende más a usar la sal amónica, pues cuando se emplea el ácido libre, como es insoluble en agua, se disuelve en amoníaco diluído, de modo que el verdadero reactivo es la sal amónica.

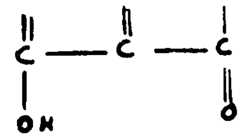
La formación de la laca de aluminio debe procurarse a un pH alrededor de 5. Como el ... se prepara en medio acético, se utiliza una solución amortiguadora de ácido acético y acetatos.

En estas condiciones el cromo produce un color muy semejante del aluminio, pero se diferencian fácilmente, pues la laca del aluminio es estable en amoníaco mientras que la de cromo se decolora al alcalinizar con amoníaco, pero en medio amoniacal no se forma la laca de aluminio por lo que una vez formada en medio ácido lo que se hace es alcalinizarla y así si es de cromo se disuelve, mientras que la de aluminio no.

El ácido aurín-tricarboxílico ha sido usado para estimar .02mg. de berilio y 0.1 a 0.5mg. de aluminio. Grandes cantidades de aluminio requieren la adición de goma arábiga para prevenir la precipitación de la laca y la óptima condición para la producción de la máxima intensidad del color es a un pH de 4 a 5.

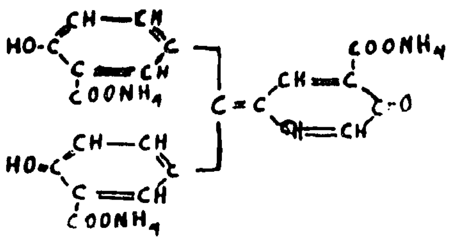
Los siguientes iones, tales como Co, Cu, Au, Iridio, níquel, osmio, platino, rodio, rutenio y vanadio forman con cada uno soluciones coloridas o precipitados con el ácido aurín-tricarboxílico.

El grupo reaccionante es el siguiente.



Con el aluminio, el ácido aurín-tricarboxílico forma el complejo metálico que contiene un anillo quelato de 6 miembros y una doble ligadura (5).

Fórmula de constitución.



ASPECTO.

Es un polvo café rojizo con brillo metálico, sin olor, sin sabor, punto de fusión. ... 108 grados C.

Es insoluble en benceno, éter, cloroformo, sulfuro de carbono, acetona tetracloruro de carbono, dioxano, y tolueno tanto en frío como en caliente.

Muy poco soluble en alcohol amílico, y en alcohol bencílico en frío y en caliente.

Acción del calor.—Funde, carbonizándose después y desprendiendo humos.

Reacción al tornasol.—Ninguna.

Un derivado ácido de la aurina es el ácido aurín-tricarboxílico. Tiene una doble importancia: Por un lado, como todas las aurinas, es una materia colorante, muy empleada para teñir con mordiente, especialmente de cromo y para tal fin se suele emplear su sal sódica que se conoce con el nombre comercial de violeta de cromo de diversas marcas.

Tiene también, por otro lado, que desde hace pocos años ha adquirido gran relieve en el análisis químico como reactivo colorimétrico, específico y muy sensible del aluminio, por producir con este metal una laca de color rojo sumamente intenso. El método analítico es cualitativo y cuantitativo, siendo este último método; colorimétrico y fotocolorimétrico el cual permite cuantear pequeñísimas cantidades de aluminio, lo que hace de este método ser exacto y de gran sensibilidad.

A este último empleo, debe su nombre de aluminón, y bajo esta denominación, se comprenden indistintamente el ácido y su sal amónica.

Modernamente se tiende más a usar la sal amónica, pues cuando se emplea el ácido libre, como es insoluble en agua, se disuelve en amoníaco diluído, de modo que el verdadero reactivo es la sal amónica.

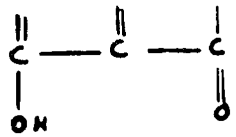
La formación de la laca de aluminio debe procurarse a un pH alrededor de 5. Como el color se prepara en medio acético, se utiliza una solución amortiguadora de ácido acético y acetatos.

En estas condiciones el cromo produce un color muy semejante del aluminio, pero se diferencian fácilmente, pues la laca del aluminio es estable en amoníaco mientras que la de cromo se decolora al alcalinizar con amoníaco, pero en medio amoniacal no se forma la laca de aluminio por lo que una vez formada en medio ácido lo que se hace es alcalinizarla y así si es de cromo se disuelve, mientras que la de aluminio no.

El ácido aurín-tricarboxílico ha sido usado para estimar .02mg. de berilio y 0.1 a 0.5mg. de aluminio. Grandes cantidades de aluminio requieren la adición de goma arábiga para prevenir la precipitación de la laca y la óptima condición para la producción de la máxima intensidad del color es a un pH de 4 a 5.

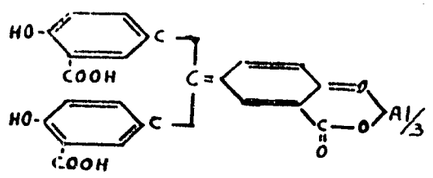
Los siguientes iones, tales como Co, Cu, Au, Iridio, níquel, osmio, platino, rodio, rutenio y vanadio forman con cada uno soluciones coloridas o precipitados con el ácido aurín-tricarboxílico.

El grupo reaccionante es el siguiente.



Con el aluminio, el ácido aurín-tricarboxílico forma el complejo metálico que contiene un anillo quelato de 6 miembros y una doble ligadura (5).

Sea la siguiente fórmula.



He utilizado este reactivo para cuantear aluminio en alimentos mexicanos dada la pequeña cantidad que contienen éstos. Y a esto me referiré en capítulos adelante.

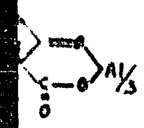
IMPORTANC
M

El aluminio ex
por lo tanto en todos
absorbe poco en el in
las heces.

Se conoce muy
han experimentado su
ellas un raquitismo m
asimilación de los fos

Algunas plantas
les son por ejemplo l
último pueden llegar
teace Orites Excelsa l
tienen alumino. Las x
piensa por algunos in
las primeras se debe a
tritivo; se cree que el
no se conoce en qué f
químicas existentes en

Es indudable la
plantas de maíz, y por
semillas de esta planta



r aluminio en alimentos
tienen éstos. Y a esto

CAPITULO TERCERO

IMPORTANCIA BIOLOGICA DEL ALUMINIO Y METODOS DE CUANTEO

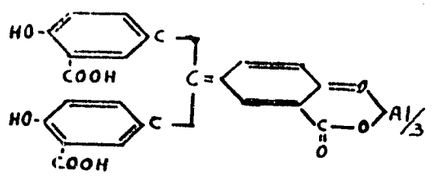
El aluminio existe en todos los tejidos vegetales y animales, y por lo tanto en todos los alimentos usuales. El procedente de éstos se absorbe poco en el intestino y más de un 70% de él se elimina por las heces.

Se conoce muy poco acerca de su acción bioquímica, aunque se han experimentado sus sales en ratas, observando que determina en ellas un raquitismo muy acentuado, debido a que sin duda retrasa la asimilación de los fosfatos.

Algunas plantas contienen grandes cantidades de aluminio; tales son por ejemplo los equicetos y el licopodio; las cenizas de este último pueden llegan a contener un 33.5% de $Al_2 O_3$ y los de Proteace Orites Excelsa llegan hasta el 80%. Todas las fanerógramas contienen alumino. Las xerofitas contienen menos que las hidrofitas y se piensa por algunos investigadores que el crecimiento y desarrollo de las primeras se debe a los iones aluminio que existan en su medio nutritivo; se cree que el aluminio estimula los iones de Fe y de Mn, pero no se conoce en qué forma se encuentra este elemento en las moléculas químicas existentes en las células.

Es indudable la influencia del aluminio en el desarrollo de las plantas de maíz, y por eso lo hemos cuanteado preferentemente en las semillas de esta planta.

Sea la siguiente fórmula.



He utilizado este reactivo para cuantear aluminio en alimentos mexicanos dada la pequeña cantidad que contienen éstos. Y a esto me referiré en capítulos adelante.

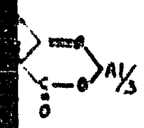
IMPORTANC
M

El aluminio ex
por lo tanto en todos
absorbe poco en el in
las heces.

Se conoce muy
han experimentado su
ellas un raquitismo m
asimilación de los fos

Algunas plantas
les son por ejemplo l
último pueden llegar
teace Orites Excelsa l
tienen alumino. Las x
piensa por algunos in
las primeras se debe a
tritivo; se cree que el
no se conoce en qué f
químicas existentes en

Es indudable la
plantas de maíz, y por
semillas de esta planta



r aluminio en alimentos
tienen éstos. Y a esto

CAPITULO TERCERO

IMPORTANCIA BIOLOGICA DEL ALUMINIO Y METODOS DE CUANTEO

El aluminio existe en todos los tejidos vegetales y animales, y por lo tanto en todos los alimentos usuales. El procedente de éstos se absorbe poco en el intestino y más de un 70% de él se elimina por las heces.

Se conoce muy poco acerca de su acción bioquímica, aunque se han experimentado sus sales en ratas, observando que determina en ellas un raquitismo muy acentuado, debido a que sin duda retrasa la asimilación de los fosfatos.

Algunas plantas contienen grandes cantidades de aluminio; tales son por ejemplo los equicetos y el licopodio; las cenizas de este último pueden llegan a contener un 33.5% de $Al_2 O_3$ y los de Proteace Orites Excelsa llegan hasta el 80%. Todas las fanerógramas contienen alumino. Las xerofitas contienen menos que las hidrofitas y se piensa por algunos investigadores que el crecimiento y desarrollo de las primeras se debe a los iones aluminio que existan en su medio nutritivo; se cree que el aluminio estimula los iones de Fe y de Mn, pero no se conoce en qué forma se encuentra este elemento en las moléculas químicas existentes en las células.

Es indudable la influencia del aluminio en el desarrollo de las plantas de maíz, y por eso lo hemos cuanteado preferentemente en las semillas de esta planta.

En la tierra laborable, el aluminio existe principalmente al estado de compuestos insolubles, y por lo tanto no asimilables por la planta, pero se solubilizan en pequeña cantidad en las tierras llamadas ácidas. Claro es que este elemento puede ejercer acción tóxica cuando penetra en el organismo vegetal en cantidades considerables.

En los organismos animales se encuentra aluminio en muy pequeña cantidad. Como lo demuestra el cuadro que consignamos a continuación debido a C. Myerx y Killiam. (6)

Mg. de Al % en órganos humanos.

Cerebro	.203
Corazón	.225
Hígado	.17 — 1.17
Bilis	.069
Sangre	.21
Riñones	.13 — 87

Los mismos investigadores han determinado la cantidad de aluminio en órganos de otros animales especialmente la rata y el perro.

He aquí los resultados publicados.

1 Kg. de substancia fresca contiene		Al en mg.	
Substancia	Rata		Perro
Hígado	1.4	.....	1.5
Corazón	1.6	.....	1.1
Riñones	1.5	.....	9.8
Páncreas	2.9	.....	.7
Pulmón	.6	.....	——
Cerebro	.5	.....	——
Sangre	.6	.....	——
Animal entero	2.0	.....	—— (7)

Métodos de cuanteo de aluminio.

Los métodos antiguos para la determinación cuantitativa del aluminio en órganos o productos vegetales o animales se fundan en incinerar el producto y cuantear el metal en las cenizas, al estado de óxido o hidróxido; es indispensable separarlo del fierro, lo acul cons-

tituye una operación b
métodos no dan buenos
contengan gran cantida
cienes, o las sales del
gramáticas de aluminio
dos muy sensibles, em
de éstos son materias co
tos de aluminio; se det
fotocolorímetro, operan
una sal de aluminio.

Ordinariamente h
ción de Aluminio.

1.—Con alizarin
Fórmula ——

Este método tien
el Cr, Fe, Mn, torio,
alcohol etílico, prepa
nado con la solución
oscuro con la alizarin

2.—Con alizarin

Fórmula ——

Tiene este méto
cias que interfieren s

La alizarina S
filtro con solución de
rece coloración café

3.—Con alizarin

Tiene como sub
cantidad determinab

c principalmente al estado
asimilables por la planta,
s tierras llamadas ácidas,
ción tóxica cuando pene-
considerables.

ntra aluminio en muy pe-
tos que consignamos a con-
)

Al % en órganos humanos.

.203
.225
.17 — 1.17
.069
.21
.13 — 87

minado la cantidad de alu-
ente la rata y el perro.

Al en mg.
Perro
1.5
1.1
9.8
.7
——
——
——
—— (7)

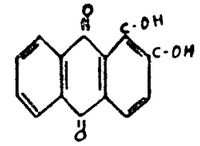
luminio

minación cuantitativa del
o animales se fundan en
las cenizas, al estado de
del fierro, lo acul cons-

tituye una operación bastante larga y difícil. Por otra parte, estos métodos no dan buenos resultados, más que con las substancias que contengan gran cantidad de aluminio, como son los metales y sus aleaciones o las sales del mismo metal. Para determinar cantidades miligramáticas de aluminio se utilizan actualmente muchos otros métodos muy sensibles, empleando reactivos orgánicos. La mayor parte de éstos son materias colorantes que producen lacas con los compuestos de aluminio; se determina la intensidad de color de éstas con un fotocolorímetro, operando comparativamente con soluciones tipos de una sal de aluminio.

Ordinariamente hay los métodos siguientes para la determinación de **Aluminio.**

1.—Con alizarina.
Fórmula ——



Este método tiene una sensibilidad de 1 : 300,000, interfieren el Cr, Fe, Mn, torio, titanio y uranio. La alizarina se usa al 1% en alcohol etílico, preparando un papel tipo que es papel filtro impregnado con la solución de alizarina y secado. Forma lacas de color rojo oscuro con la alizarina. Es un método cualitativo.

2.—Con alizarina S.

Fórmula ——— $C_{14}H_5O_2(OH)_2SO_3NaH_2O$.

Tiene este método una sensibilidad de 1 : 77,000 las substancias que interfieren son Co, Cu y Fe.

La alizarina S se emplea en papel tipo, impregnando un papel filtro con solución de alizarina S al 1% y secar. Con el aluminio aparece coloración café rojiza. Es un método cualitativo.

3.—Con alizarina S.

Tiene como substancias que interfieren al Cr, Co, Cu y Mn. La cantidad determinable es de 0.03 — 0.003 mg. de aluminio.

En la tierra laborable, el aluminio existe principalmente al estado de compuestos insolubles, y por lo tanto no asimilables por la planta, pero se solubilizan en pequeña cantidad en las tierras llamadas ácidas. Claro es que este elemento puede ejercer acción tóxica cuando penetra en el organismo vegetal en cantidades considerables.

En los organismos animales se encuentra aluminio en muy pequeña cantidad. Como lo demuestra el cuadro que consignamos a continuación debido a C. Myerx y Killiam. (6)

Mg. de Al % en órganos humanos.

Cerebro	.203
Corazón	.225
Hígado	.17 — 1.17
Bilis	.069
Sangre	.21
Riñones	.13 — 87

Los mismos investigadores han determinado la cantidad de aluminio en órganos de otros animales especialmente la rata y el perro.

He aquí los resultados publicados.

1 Kg. de substancia fresca contiene		Al en mg.	
Substancia	Rata		Perro
Hígado	1.4	.....	1.5
Corazón	1.6	.....	1.1
Riñones	1.5	.....	9.8
Páncreas	2.9	.....	.7
Pulmón	.6	.....	——
Cerebro	.5	.....	——
Sangre	.6	.....	——
Animal entero	2.0	.....	—— (7)

Métodos de cuanteo de aluminio.

Los métodos antiguos para la determinación cuantitativa del aluminio en órganos o productos vegetales o animales se fundan en incinerar el producto y cuantear el metal en las cenizas, al estado de óxido o hidróxido; es indispensable separarlo del fierro, lo acul cons-

tituye una operación b
métodos no dan buenos
contengan gran cantida
cienes, o las sales del
gramáticas de aluminio
dos muy sensibles, em
de éstos son materias co
tos de aluminio; se det
fotocolorímetro, operan
una sal de aluminio.

Ordinariamente h
ción de Aluminio.

1.—Con alizarin
Fórmula ——

Este método tien
el Cr, Fe, Mn, torio,
alcohol etílico, prepa
nado con la solución
oscuro con la alizarin

2.—Con alizarin

Fórmula ——

Tiene este méto
cias que interfieren s

La alizarina S
filtro con solución de
rece coloración café

3.—Con alizarin

Tiene como sub
cantidad determinab

c principalmente al estado
asimilables por la planta,
s tierras llamadas ácidas,
ción tóxica cuando pene-
considerables.

ntra aluminio en muy pe-
tos que consignamos a con-
)

Al % en órganos humanos.

.203
.225
.17 — 1.17
.069
.21
.13 — 87

minado la cantidad de alu-
ente la rata y el perro.

Al en mg.
Perro
1.5
1.1
9.8
.7
——
——
——
—— (7)

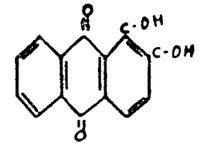
luminio

minación cuantitativa del
o animales se fundan en
las cenizas, al estado de
del fierro, lo acul cons-

tituye una operación bastante larga y difícil. Por otra parte, estos métodos no dan buenos resultados, más que con las substancias que contengan gran cantidad de aluminio, como son los metales y sus aleaciones o las sales del mismo metal. Para determinar cantidades miligramáticas de aluminio se utilizan actualmente muchos otros métodos muy sensibles, empleando reactivos orgánicos. La mayor parte de éstos son materias colorantes que producen lacas con los compuestos de aluminio; se determina la intensidad de color de éstas con un fotocolorímetro, operando comparativamente con soluciones tipos de una sal de aluminio.

Ordinariamente hay los métodos siguientes para la determinación de **Aluminio.**

1.—Con alizarina.
Fórmula ——



Este método tiene una sensibilidad de 1 : 300,000, interfieren el Cr, Fe, Mn, torio, titanio y uranio. La alizarina se usa al 1% en alcohol etílico, preparando un papel tipo que es papel filtro impregnado con la solución de alizarina y secado. Forma lacas de color rojo oscuro con la alizarina. Es un método cualitativo.

2.—Con alizarina S.

Fórmula ——— $C_{14}H_5O_2(OH)_2SO_3NaH_2O$.

Tiene este método una sensibilidad de 1 : 77,000 las substancias que interfieren son Co, Cu y Fe.

La alizarina S se emplea en papel tipo, impregnando un papel filtro con solución de alizarina S al 1% y secar. Con el aluminio aparece coloración café rojiza. Es un método cualitativo.

3.—Con alizarina S.

Tiene como substancias que interfieren al Cr, Co, Cu y Mn. La cantidad determinable es de 0.03 — 0.003 mg. de aluminio.

La alizarina S se utiliza al 0.05%, el pH debe ser a 3.6 y la coloración anaranjada obtenida se compara después de 5 minutos con los tipos preparados de la misma manera y al mismo tiempo. Siendo éste un procedimiento colorimétrico.

Con hidrazina y ácido carbónico.

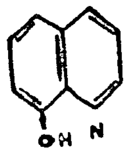
Fórmula ———> $H_2N{\cdot}NH_2{\cdot}H_2O$ y H_2CO_3.

Cantidad determinable 0.1g. de aluminio, substancias que interfieren Sales alcalinas, bajan los resultados Fe, Mn, y Zn.

Reactivos.—Solución de hidrazina y carbonato 50% de hidrato de hidrazina, con un volumen de agua. Se satura esta solución con CO a punto de solidificación, diluir con un volumen de 50% de hidrato de hidrazina. Este es un procedimiento gravimétrico.

5.—Con 8 hidroxiquinolina.

Fórmula ———>



Cantidad determinable 0.1 g. de aluminio.

Reactivos.—Solución de 8 hidroxiquinolina; se disuelve la 8 hidroxiquinolina en ácido acético glacial calentando, se agrega agua destilada a 60 grados C., se enfría, filtra y diluye a un volumen de 500cc. Este es un procedimiento gravimétrico.

6.—Con Morín.

Es la materia colorante del leño de la chlorophora tinctorea llamada también palo fustete, que se utiliza en tintorería para teñir la na de amarillo.

La cantidad determinable es de 0.0002 y tiene una sensibilidad de 1 : 250,000. Como reactivo se usa la solución de Morín, que es solución saturada en alcohol etílico. En presencia de aluminio aparece una fluorescencia verde. Es un método cualitativo.

7.—Con pontacromo azul negro R.

Fórmula.—Sal de Zn de 4 sulfo 2.2' dihidroxi-azo-naftaleno.

Cantidad determinable 0.1g. de Aluminio.

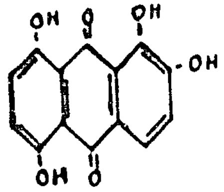
Substancias que interfieren: Alcalis, hidróxidos, HCl, HNO_3, $H_3PO_4H_2SO_4$ iones coloridos como Cr, Co, Fe Ni y Cr hexavalente. Los fluoruros son quitados por la adición de $CaCl_2$.

El pontacromo azul negro R es la sal de Zn de 4 sulfo 2.2' dihidroxi-azo-naftaleno y se usa al .1% en solución acuosa.

Es un procedimiento colorimétrico que en presencia de aluminio da una fluorescencia rojo anaranjada brillante. Se compara con tipos preparados de la misma manera y al mismo tiempo. Es un método colorimétrico.

8.—Con quinalizarina.

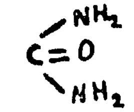
Fórmula ———>



Cantidad determinable 0.02 — 0.05 mg. de aluminio.
Substancias que interfieren.—Sb, berilio, bismuto, cobre y fierro.
Solución de quinalizarina al .1g. % en alcohol etílico.
Es método colorimétrico que dá coloración violeta púrpura.

9.—Con urea.

Fórmula ———>



Cantidad determinable .1g. de aluminio. Substancias que interfieren Fe, sílice titanio y Zn.

La urea se usa Q. P. siendo éste un procedimiento gravimétrico dando un precipitado opalescente.

La alizarina S se utiliza al 0.05%, el pH debe ser a 3.6 y la coloración anaranjada obtenida se compara después de 5 minutos con los tipos preparados de la misma manera y al mismo tiempo. Siendo éste un procedimiento colorimétrico.

Con hidrazina y ácido carbónico.

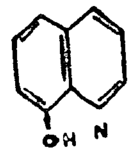
Fórmula ———> $H_2N \cdot NH_2 \cdot H_2O$ y H_2CO_3.

Cantidad determinable 0.1g. de aluminio, substancias que interfieren Sales alcalinas, bajan los resultados Fe, Mn, y Zn.

Reactivos.—Solución de hidrazina y carbonato 50% de hidrato de hidrazina, con un volumen de agua. Se satura esta solución con CO a punto de solidificación, diluir con un volumen de 50% de hidrato de hidrazina. Este es un procedimiento gravimétrico.

5.—Con 8 hidroxiquinolina.

Fórmula ———>



Cantidad determinable 0.1 g. de aluminio.

Reactivos.—Solución de 8 hidroxiquinolina; se disuelve la 8 hidroxiquinolina en ácido acético glacial calentando, se agrega agua destilada a 60 grados C., se enfría, filtra y diluye a un volumen de 500cc. Este es un procedimiento gravimétrico.

6.—Con Morín.

Es la materia colorante del leño de la chlorophora tinctorea llamada también palo fustete, que se utiliza en tintorería para teñir la na de amarillo.

La cantidad determinable es de 0.0002 y tiene una sensibilidad de 1 : 250,000. Como reactivo se usa la solución de Morín, que es solución saturada en alcohol etílico. En presencia de aluminio aparece una fluorescencia verde. Es un método cualitativo.

7.—Con pontacromo azul negro R.

Fórmula.—Sal de Zn de 4 sulfo 2.2' dihidroxi-azo-naftaleno.

Cantidad determinable 0.1g. de Aluminio.

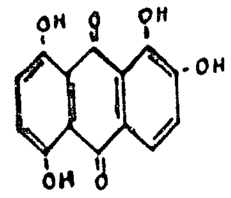
Substancias que interfieren: Alcalis, hidróxidos, HCl, HNO_3 $H_3PO_4H_2SO_4$ iones coloridos como Cr, Co, Fe Ni y Cr hexavalente. Los fluoruros son quitados por la adición de $CaCl_2$.

El pontacromo azul negro R es la sal de Zn de 4 sulfo 2.2' dihidroxi-azo-naftaleno y se usa al .1% en solución acuosa.

Es un procedimiento colorimétrico que en presencia de aluminio da una fluorescencia rojo anaranjada brillante. Se compara con tipos preparados de la misma manera y al mismo tiempo. Es un método colorimétrico.

8.—Con quinalizarina.

Fórmula ———>



Cantidad determinable 0.02 — 0.05 mg. de aluminio.
Substancias que interfieren.—Sb, berilio, bismuto, cobre y fierro.
Solución de quinalizarina al .1g. % en alcohol etílico.
Es método colorimétrico que dá coloración violeta púrpura.

9.—Con urea.

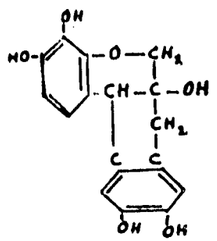
Fórmula ———> $C{=}O(NH_2)_2$

Cantidad determinable .1g. de aluminio. Substancias que interfieren Fe, sílice titanio y Zn.

La urea se usa Q. P. siendo éste un procedimiento gravimétrico dando un precipitado opalescente.

10.—Con hematoxilina

Fórmula ——— >

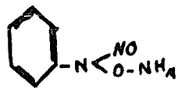


Cantidad determinable: 0.0001 a 0.001mgñ de Al en una concentración de 1 : 1'000,000.

La solución de hematoxilina se hace disolviendo .1g. de cristales blancos de hematoxilina en 100 c.c. de agua hirviendo. iSendo éste procedimiento colorimétrico y usando el aluminio en filtrado de agua. Da un color café amarillento.

11.—Con la sal amónica de nitroso fenil hidroxilamina, o cupferrón.

Fórmula ——— >



Cantidad determinable 3 a 3 0 mg. de aluminio.

Interfieren las siguientes substancias: B, Sb. Cu, Fe, Si, los iones coloridos tales como Cr, Co. Mn. o Ni están presentes, hacer la comparación nefelométrica. Es un procedimiento colorimétrico dando color amarillo por luz transmitida y azul por luz reflejada.

12.—Con alkanet.

La alkaneta llamada también orcaneta, es la materia tintorea de las raíces de la a! ana tintorea que se utiliza en tintorería y para colorear los aceites en rojo pardo.

Substancias que interfieren son ácido salicílico, estaño y titanio.

Las 2 primeras dan un pr
cipitado café rojizo.

La solución de alkane
95 c.c. de alcohol etílico

Es un procedimiento
que por adición de amon
agregando más amoníaco.
cipitado púrpura, el cual

13.—Con sal amón

Fórmula ——— >

Cantidad determin
que interfieren son las
plomo, mercurio, gran e
estaño y titanio.

La sal amónica del
acuosa al 1%.

Es un procedimien
substancias que interfie
la aparición de una col

14.—Con sal amó

Fórmula ———

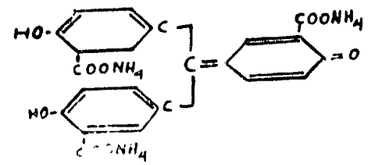
Las 2 primeras dan un precipitado azul gris y el titanio da un precipitado café rojizo.

La solución de alkaneta se hace con 10 g. de la raíz en polvo, con 95 c.c. de alcohol etílico al 95%.

Es un procedimiento cualitativo ,dando una coloración rojo rubí que por adición de amoníaco y agitando vigorosamente pasa a azul, agregando más amoníaco, si hay aluminio presente se formará un precipitado púrpura, el cual flota en la superficie.

13.—Con sal amónica del ácido aurín tricarboxílico.

Fórmula ——— >



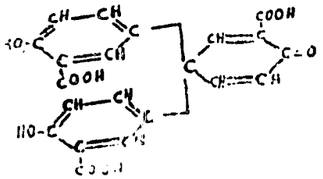
Cantidad determinable 0.005 mg. de aluminio. Las substancias que interfieren son las siguientes: Sb, Bi, galio berilio indio, fierro, plomo, mercurio, gran exceso de fosfatos, agentes reductores, silicatos estaño y titanio.

La sal amónica del ácido aurín tricarboxílico se usa en solución acuosa al 1%.

Es un procedimiento cualitativo. Después de haber eliminado las substancias que interfieren; la presencia de aluminio es expresada por la aparición de una coloración roja o precipitado rojo.

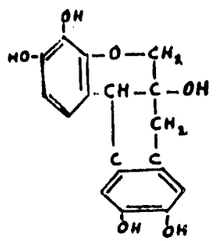
14.—Con sal amónima del ácido aurín tricarboxílico.

Fórmula ——— >



10.—Con hematoxilina

Fórmula ——— >

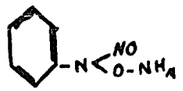


Cantidad determinable: 0.0001 a 0.001mgñ de Al en una concentración de 1 : 1'000,000.

La solución de hematoxilina se hace disolviendo .1g. de cristales blancos de hematoxilina en 100 c.c. de agua hirviendo. iSendo éste procedimiento colorimétrico y usando el aluminio en filtrado de agua. Da un color café amarillento.

11.—Con la sal amónica de nitroso fenil hidroxilamina, o cupferrón.

Fórmula ——— >



Cantidad determinable 3 a 3 0 mg. de aluminio.

Interfieren las siguientes substancias: B, Sb. Cu, Fe, Si, los iones coloridos tales como Cr, Co. Mn. o Ni están presentes, hacer la comparación nefelométrica. Es un procedimiento colorimétrico dando color amarillo por luz transmitida y azul por luz reflejada.

12.—Con alkanet.

La alkaneta llamada también orcaneta, es la materia tintorea de las raíces de la a! ana tintorea que se utiliza en tintorería y para colorear los aceites en rojo pardo.

Substancias que interfieren son ácido salicílico, estaño y titanio.

Las 2 primeras dan un pr
cipitado café rojizo.

La solución de alkane
95 c.c. de alcohol etílico

Es un procedimiento
que por adición de amon
agregando más amoníaco.
cipitado púrpura, el cual

13.—Con sal amón

Fórmula ——— >

Cantidad determin
que interfieren son las
plomo, mercurio, gran e
estaño y titanio.

La sal amónica del
acuosa al 1%.

Es un procedimien
substancias que interfie
la aparición de una col

14.—Con sal amó

Fórmula ———

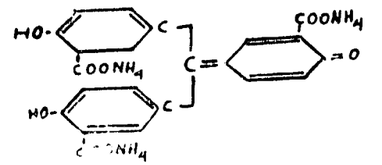
Las 2 primeras dan un precipitado azul gris y el titanio da un precipitado café rojizo.

La solución de alkaneta se hace con 10 g. de la raíz en polvo, con 95 c.c. de alcohol etílico al 95%.

Es un procedimiento cualitativo ,dando una coloración rojo rubí que por adición de amoníaco y agitando vigorosamente pasa a azul, agregando más amoníaco, si hay aluminio presente se formará un precipitado púrpura, el cual flota en la superficie.

13.—Con sal amónica del ácido aurín tricarboxílico.

Fórmula ——— >



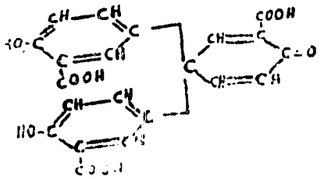
Cantidad determinable 0.005 mg. de aluminio. Las substancias que interfieren son las siguientes: Sb, Bi, galio berilio indio, fierro, plomo, mercurio, gran exceso de fosfatos, agentes reductores, silicatos estaño y titanio.

La sal amónica del ácido aurín tricarboxílico se usa en solución acuosa al 1%.

Es un procedimiento cualitativo. Después de haber eliminado las substancias que interfieren; la presencia de aluminio es expresada por la aparición de una coloración roja o precipitado rojo.

14.—Con sal amónima del ácido aurín tricarboxílico.

Fórmula ——— >



Cantidad determinable 0.002 a 0.02 mg. de aluminio. Interfieren las siguientes substancias HNO_3 y berilio. En este método la muestra debe prepararse previamente para eliminar todas las interferencias.

Siendo éste un procedimiento colorimétrico, y la coloración desarrollada después de un tratamiento previo es comparado con tipos preparados igualmente y al mismo tiempo.

15.—Sal amónica del ácido auín tricarboxílico.

Cantidad determinable 0.05 mg. de aluminio.

El aluminón se usa para este procedimiento en solución acuosa al 0.2%, siendo éste un procedimiento colorimétrico en el cual se usa un tintómetro Lovibond usando una célula de 1/2 pulgada. (8)

16.—Método de separación de aluminio en análisis cualitativo. Es el siguiente.

Teniendo el aluminio valencia +3 y pudiendo encontrarse en la solución el Fe^{+3}, Cr^{+3}, Mn^{+2}, Zn^{+2}, Ni^{+2}, y Co^{+2} se trata con solución de cloruro de amonio (para reproducir la concentración de los iones OH del NH_4OH) gota a gota y agitando se agrega NH_4OH hasta reacción ligeramente alcalina al tornasol, la solución se lleva a ebullición y se va agregando $(NH_4)_2S$ hasta precipitación completa. Ya precipitado se hierve de nuevo y al cabo de 1 minuto se prueba con un papel impregnado con acetato de plomo, dando el sulfuro de plomo, lo cual demuestra que hay desprendimiento de H_2S y por lo tanto que se ha puesto el $(NH_4)_2S$ en exceso.

Hecho esto, se filtra el precipitado rápidamente y se lava con agua conteniendo 1% de $(NH_4)_2S$ y luego una vez con agua destilada.

El precipitado está formado por los siguientes compuestos: CoS, NiS, MnS, ZnS, FeS, $Al(OH)_3$, $Cr(OH)_3$, impidiendo así la precipitación de los iones del cuarto grupo. Mg.

Con el NH_4OH precipita el Fe, Cr y Al como hidróxido, quedando los demás en solución. El Co, Ni y Zn, quedan como iones complejos de amonio y el Mn como ion metálico simple.

Para saber si hay N
ción cualitativa con dim
y NH_4Cl con unas gota
Ni se formará un precipit
con H_2S en lugar de co
coloidal que atravesaría

Se recomienda al fil
furos formados se oxidan

Ya así el precipitad
y diluído, se agita por alg
Quedando así en soluci
quedando precipitados e

La solución en la c
ros se hierve hasta elimi

Esta solución se ne
indicador) agregando u
de oxilita agitando cons
curo. Se hierve por 2 m
y lava con agua caliente

En la solución va
Na_2ZnO_2 quedando en

La solución se neu
NH_4OH hasta reacció
gelatinoso de $Al(OH)_3$

El precipitado de A
así en condiciones para
todo. (9)

Todos los métodos
de una amnera superfic
vo, la variación está en
la cual están usados los

17.—Determinaci

minio. Interfieren
método la muestra
interferencias.

la coloración des
parado con tipos

lico.

olución acuosa al
el cual se usa un
gada. (8)

nálisis cualitativo.

encontrarse en la
y Co^{+2} se trata
la concentración
gitando se agrega
rnasol, la solución
asta precipitación
bo de 1 minuto se
plomo, dando el
esprendimiento de
exceso.

nte y se lava con
vez con agua des-

compuestos: CoS,
ndo así la precipi-

dróxido, quedando
omo iones comple-

Para saber si hay Ni en la separación hay que hacer una reacción cualitativa con dimetilglioxima poniendo antes ácido tártrico y NH_4Cl con unas gotas de amoníaco hasta reacción alcalina. Si hay Ni se formará un precipitado rojo. Y entonces la precipitación se hará con H_2S en lugar de con $(NH_4)_2S$ para evitar la formación del NiS coloidal que atravesaría las paredes del filtro

Se recomienda al filtrar tener el filtro con líquido, ya que los sulfuros formados se oxidan fácilmente al aire.

Ya así el precipitado se baja a una cápsula y se agrega HCl frío y diluído, se agita por algún tiempo, se filtra y lava con agua destilada. Quedando así en solución el Mn, Fe, Zn, Al y Cr como cloruros; quedando precipitados el Ni y Co y por lo tanto separados.

La solución en la cual está el Fe, Mn, Zn, Al y Cr como cloruros se hierve hasta eliminación del H_2S y si está turbia se filtra.

Esta solución se neutraliza con NaOH (con papel tornasol como indicador) agregando un exceso de 5 c.c. más. Ya fría se agregan 2g. de oxilita agitando constantemente, se forma un precipitado café oscuro. Se hierve por 2 minutos, se diluye con agua destilada, se filtra y lava con agua caliente.

En la solución va el Al, Cr y Zn como $NaAlO_2$, Na_2CrO_4 y Na_2ZnO_2 quedando en el precipitado el Fe y el Mn.

La solución se neutraliza con HCl diluído, se agrega NH_4Cl y NH_4OH hasta reacción alcalina, se hierve y aparece un precipitado gelatinoso de $Al(OH)_3$. Se filtra y se lava el precipitado.

El precipitado de $Al(OH)_3$ se disuelve en HCl diluído quedando así en condiciones para ser identificado el aluminio por cualquier método. (9)

Todos los métodos mencionados anteriormente han sido descritos de una amnera superficial, y aunque algunos utilizan el mismo reactivo, la variación está en el modo de separar la muestra o la forma en la cual están usados los reactivos.

17.—Determinación de aluminio por medio de aluminón.

Cantidad determinable 0.002 a 0.02 mg. de aluminio. Interfieren las siguientes substancias HNO_3 y berilio. En este método la muestra debe prepararse previamente para eliminar todas las interferencias.

Siendo éste un procedimiento colorimétrico, y la coloración desarrollada después de un tratamiento previo es comparado con tipos preparados igualmente y al mismo tiempo.

15.—Sal amónica del ácido auín tricarboxílico.

Cantidad determinable 0.05 mg. de aluminio.

El aluminón se usa para este procedimiento en solución acuosa al 0.2%, siendo éste un procedimiento colorimétrico en el cual se usa un tintómetro Lovibond usando una célula de 1/2 pulgada. (8)

16.—Método de separación de aluminio en análisis cualitativo. Es el siguiente.

Teniendo el aluminio valencia +3 y pudiendo encontrarse en la solución el Fe^{+3}, Cr^{+3}, Mn^{+2}, Zn^{+2}, Ni^{+2}, y Co^{+2} se trata con solución de cloruro de amonio (para reproducir la concentración de los iones OH del NH_4OH) gota a gota y agitando se agrega NH_4OH hasta reacción ligeramente alcalina al tornasol, la solución se lleva a ebullición y se va agregando $(NH_4)_2S$ hasta precipitación completa. Ya precipitado se hierve de nuevo y al cabo de 1 minuto se prueba con un papel impregnado con acetato de plomo, dando el sulfuro de plomo, lo cual demuestra que hay desprendimiento de H_2S y por lo tanto que se ha puesto el $(NH_4)_2S$ en exceso.

Hecho esto, se filtra el precipitado rápidamente y se lava con agua conteniendo 1% de $(NH_4)_2S$ y luego una vez con agua destilada.

El precipitado está formado por los siguientes compuestos: CoS, NiS, MnS, ZnS, FeS, $Al(OH)_3$, $Cr(OH)_3$, impidiendo así la precipitación de los iones del cuarto grupo. Mg.

Con el NH_4OH precipita el Fe, Cr y Al como hidróxido, quedando los demás en solución. El Co, Ni y Zn, quedan como iones complejos de amonio y el Mn como ion metálico simple.

Para saber si hay N
ción cualitativa con dim
y NH_4Cl con unas gota
Ni se formará un precipit
con H_2S en lugar de co
coloidal que atravesaría

Se recomienda al fil
furos formados se oxidan

Ya así el precipitad
y diluído, se agita por alg
Quedando así en soluci
quedando precipitados e

La solución en la c
ros se hierve hasta elimi

Esta solución se ne
indicador) agregando u
de oxilita agitando cons
curo. Se hierve por 2 m
y lava con agua caliente

En la solución va
Na_2ZnO_2 quedando en

La solución se neu
NH_4OH hasta reacció
gelatinoso de $Al(OH)_3$

El precipitado de A
así en condiciones para
todo. (9)

Todos los métodos
de una amnera superfic
vo, la variación está en
la cual están usados los

17.—Determinaci

minio. Interfieren
método la muestra
interferencias.

la coloración des
parado con tipos

lico.

olución acuosa al
el cual se usa un
gada. (8)

nálisis cualitativo.

encontrarse en la
y Co^{+2} se trata
la concentración
gitando se agrega
rnasol, la solución
asta precipitación
bo de 1 minuto se
plomo, dando el
esprendimiento de
exceso.

nte y se lava con
vez con agua des-

compuestos: CoS,
ndo así la precipi-

dróxido, quedando
omo iones comple-

Para saber si hay Ni en la separación hay que hacer una reacción cualitativa con dimetilglioxima poniendo antes ácido tártrico y NH_4Cl con unas gotas de amoníaco hasta reacción alcalina. Si hay Ni se formará un precipitado rojo. Y entonces la precipitación se hará con H_2S en lugar de con $(NH_4)_2S$ para evitar la formación del NiS coloidal que atravesaría las paredes del filtro

Se recomienda al filtrar tener el filtro con líquido, ya que los sulfuros formados se oxidan fácilmente al aire.

Ya así el precipitado se baja a una cápsula y se agrega HCl frío y diluído, se agita por algún tiempo, se filtra y lava con agua destilada. Quedando así en solución el Mn, Fe, Zn, Al y Cr como cloruros; quedando precipitados el Ni y Co y por lo tanto separados.

La solución en la cual está el Fe, Mn, Zn, Al y Cr como cloruros se hierve hasta eliminación del H_2S y si está turbia se filtra.

Esta solución se neutraliza con NaOH (con papel tornasol como indicador) agregando un exceso de 5 c.c. más. Ya fría se agregan 2g. de oxilita agitando constantemente, se forma un precipitado café oscuro. Se hierve por 2 minutos, se diluye con agua destilada, se filtra y lava con agua caliente.

En la solución va el Al, Cr y Zn como $NaAlO_2$, Na_2CrO_4 y Na_2ZnO_2 quedando en el precipitado el Fe y el Mn.

La solución se neutraliza con HCl diluído, se agrega NH_4Cl y NH_4OH hasta reacción alcalina, se hierve y aparece un precipitado gelatinoso de $Al(OH)_3$. Se filtra y se lava el precipitado.

El precipitado de $Al(OH)_3$ se disuelve en HCl diluído quedando así en condiciones para ser identificado el aluminio por cualquier método. (9)

Todos los métodos mencionados anteriormente han sido descritos de una amnera superficial, y aunque algunos utilizan el mismo reactivo, la variación está en el modo de separar la muestra o la forma en la cual están usados los reactivos.

17.—Determinación de aluminio por medio de aluminón.

La reacción más conocida del aluminio con aluminón ha sido modificada para hacerla específica.

Ha sido modificada agregando primero H_2SO_4 y luego etanol y HCl.

El primer reactivo previene las interferencias de cromo indio, galio y titanio. El segundo al berilio selenio y Zr y pequeñas cantidades de fierro.

La sensibilidad es ligeramente reducida, pero aun así es de 1 : 500,000 a menos que más grandes cantidades de fosfatos, oxalatos o fluoruros estén presentes. (10)

18.—El método para hacer la separación de aluminios en diversos alimentos es el que describo a continuación.

Método de separación.

Las cenizas deben de estar blancas o casi blancas, habiendo sido previamente pesadas y conocido también la cantidad de muestra de la que se partió, así como el peso de la muestra después de haber sido secada a la estufa. Al incinerar se hace en crisol de platino de fondo plano a temperatura que no exceda del rojo vivo y permaneciendo así hasta que las cenizas estén blancas o ligeramente como tal. Es necesario conocer también el peso de las cenizas después de frías. Las cenizas las disolví en 5 a 10 c.c. de HCl, hirviendo aproximadamente por 2 minutos. De esta solución oxidé el fierro por calentamiento a ebullición con unas gotas de HNO_3 concentrado, y lo pasé a un tubo de centrífuga.

Como la cantidad de fierro es muy pequeña, agregué $FeCl_3$, solución equivalente aproximadamente a .1mg. de Fe, o si la cantidad de fosfatos presentes, es pequeña añadir aproximadamente 0.1g. de $(NH_4)_2 HPO_4$ para asegurar la completa precipitación del Fe y Al.

Diluí el contenido aproximadamente 15 con agua, neutralicé con NH_4OH usando una gota de rojo de metilo como indicador y agregué 1 c.c. de una solución saturada de acetato de amonio. Coloqué el tubo en baño de agua hasta que el precipitado empezó a asentarse (unos 10 minutos).

Centrifugué, decant
precipitado en 1 cc. de
el calentamiento necesari

Después de enfriar
5 cc. de NaOH 6N. (esp

Después de lavar d
trifugué. El precipitado

Se toma una part
agregando agua aprox m
bajo papel tornasol ha
queda lista para seguir el

El método de sepa
por otro más sencillo y
zas se tratan con HCl
HNO_3 para oxidar el
filtrado agregar pequeñ
níaco en exceso, agitar,

Se formó un preci
xidos de fierro y alumi
precipitado llevarlo a
HCl (1 + 9).

Este filtrado qued

Agregar 5 cc. de
de ácido clorhídrico 1
0.1% y olocar en baño
10 minutos. Agregar
jándola enfriar a la ten
solución 3.2N de car
con agua y mezclar.

La concentración

Simultáneamente
do cantidades conoci

n aluminón ha sido

SO_4 y luego etanol

de cromo indio, ga-
pequeñas cantidades

ro aun así es de 1 :
fosfatos, oxalatos o

aluminios en diver-

lancas, habiendo sido
ntidad de muestra de
después de haber sido
l de platino de fondo
y permaneciendo así
como tal. Es necesa-
ués de frías. Las ceni-
aproximadamente por
calentamiento a ebu-
y lo pasé a un tubo

eña, agregué $FeCl_3$, so-
Fe, o si la cantidad
ximadamente 0.1g. de
cipitación del Fe y Al.
con agua, neutralicé
etilo como indicador y
ato de amonio. Coloqué
ado empezó a asentarse

Centrifugué, decanté y vacié el líquido sobrenadante. Disolví el precipitado en 1 cc. de solución de HCl aproximadamente 6N. con el calentamiento necesario y diluí a 15 cc. aproximadamente.

Después de enfriar agregué a 1.25 cc. de ácido acético glacial y 5 cc. de NaOH 6N. (especial para aluminio libre).

Después de lavar dejé reposar aproximadamente 1 hora y centrifugué. El precipitado contiene el F- y la solución el aluminio.

Se toma una parte alícuota y se coloca en un matraz volumétrico, agregando agua aproximadamente 20 cc., se adiciona HCl (1 + 9) bajo papel tornasol hasta que éste se torne rojo. Ya así la solución queda lista para seguir el método colorimétrico. (11)

El método de separación anterior fué modificado por nosotros, por otro más sencillo y menos laborioso que es como sigue: Las cenizas se tratan con HCl concentrado caliente, se agregan unas gotas de HNO_3 para oxidar el fierro, se filtra y lava con agua destilada. Al filtrado agregar pequeña cantidad de cloruro de amonio sólido y amoníaco en exceso, agitar, calentar y dejar reposar 15 minutos.

Se formó un precipitado blanco rojizo constituído por los hidróxidos de fierro y aluminio, filtré, lavé y sobre el filtro húmedo con el precipitado llevarlo a un vaso de precipitados chico y tratarlo con HCl (1 + 9).

Este filtrado queda listo para ser tratado como sigue.

Agregar 5 cc. de acetato de amonio 5N, en seguida agregar 5 cc. de ácido clorhídrico 1.5N y 2 cc. de una solución de aluminón al 0.1% y olocar en baño de agua aproximadamente a 80 grados C. por 10 minutos. Agregar 5 cc. de solución 5N. de cloruro de amonio dejándola enfriar a la temperatura del laboratorio. Agregar 5 cc. de una solución 3.2N de carbonato de amonio agitando lentamente, aforar con agua y mezclar.

La concentración exacta de los reactivos no es importante.

Simultáneamente hacer un tipo o tipos si es necesario, conteniendo cantidades conocidas de aluminio.

La reacción más conocida del aluminio con aluminón ha sido modificada para hacerla específica.

Ha sido modificada agregando primero H_2SO_4 y luego etanol y HCl.

El primer reactivo previene las interferencias de cromo indio, galio y titanio. El segundo al berilio selenio y Zr y pequeñas cantidades de fierro.

La sensibilidad es ligeramente reducida, pero aun así es de 1 : 500,000 a menos que más grandes cantidades de fosfatos, oxalatos o fluoruros estén presentes. (10)

18.—El método para hacer la separación de aluminios en diversos alimentos es el que describo a continuación.

Método de separación.

Las cenizas deben de estar blancas o casi blancas, habiendo sido previamente pesadas y conocido también la cantidad de muestra de la que se partió, así como el peso de la muestra después de haber sido secada a la estufa. Al incinerar se hace en crisol de platino de fondo plano a temperatura que no exceda del rojo vivo y permaneciendo así hasta que las cenizas estén blancas o ligeramente como tal. Es necesario conocer también el peso de las cenizas después de frías. Las cenizas las disolví en 5 a 10 c.c. de HCl, hirviendo aproximadamente por 2 minutos. De esta solución oxidé el fierro por calentamiento a ebullición con unas gotas de HNO_3 concentrado, y lo pasé a un tubo de centrífuga.

Como la cantidad de fierro es muy pequeña, agregué $FeCl_3$, solución equivalente aproximadamente a .1mg. de Fe, o si la cantidad de fosfatos presentes, es pequeña añadir aproximadamente 0.1g. de $(NH_4)_2 HPO_4$ para asegurar la completa precipitación del Fe y Al.

Diluí el contenido aproximadamente 15 con agua, neutralicé con NH_4OH usando una gota de rojo de metilo como indicador y agregué 1 c.c. de una solución saturada de acetato de amonio. Coloqué el tubo en baño de agua hasta que el precipitado empezó a asentarse (unos 10 minutos).

Centrifugué, decant
precipitado en 1 cc. de
el calentamiento necesari

Después de enfriar
5 cc. de NaOH 6N. (esp

Después de lavar d
trifugué. El precipitado

Se toma una part
agregando agua aprox m
bajo papel tornasol ha
queda lista para seguir el

El método de sepa
por otro más sencillo y
zas se tratan con HCl
HNO_3 para oxidar el
filtrado agregar pequeñ
níaco en exceso, agitar,

Se formó un preci
xidos de fierro y alumi
precipitado llevarlo a
HCl (1 + 9).

Este filtrado qued

Agregar 5 cc. de
de ácido clorhídrico 1
0.1% y olocar en baño
10 minutos. Agregar
jándola enfriar a la ten
solución 3.2N de car
con agua y mezclar.

La concentración

Simultáneamente
do cantidades conoci

n aluminón ha sido

SO_4 y luego etanol

de cromo indio, ga-
pequeñas cantidades

ro aun así es de 1 :
fosfatos, oxalatos o

aluminios en diver-

lancas, habiendo sido
ntidad de muestra de
después de haber sido
l de platino de fondo
y permaneciendo así
como tal. Es necesa-
ués de frías. Las ceni-
aproximadamente por
calentamiento a ebu-
y lo pasé a un tubo

eña, agregué $FeCl_3$, so-
Fe, o si la cantidad
ximadamente 0.1g. de
cipitación del Fe y Al.
con agua, neutralicé
etilo como indicador y
ato de amonio. Coloqué
ado empezó a asentarse

Centrifugué, decanté y vacié el líquido sobrenadante. Disolví el precipitado en 1 cc. de solución de HCl aproximadamente 6N. con el calentamiento necesario y diluí a 15 cc. aproximadamente.

Después de enfriar agregué a 1.25 cc. de ácido acético glacial y 5 cc. de NaOH 6N. (especial para aluminio libre).

Después de lavar dejé reposar aproximadamente 1 hora y centrifugué. El precipitado contiene el F- y la solución el aluminio.

Se toma una parte alícuota y se coloca en un matraz volumétrico, agregando agua aproximadamente 20 cc., se adiciona HCl (1 + 9) bajo papel tornasol hasta que éste se torne rojo. Ya así la solución queda lista para seguir el método colorimétrico. (11)

El método de separación anterior fué modificado por nosotros, por otro más sencillo y menos laborioso que es como sigue: Las cenizas se tratan con HCl concentrado caliente, se agregan unas gotas de HNO_3 para oxidar el fierro, se filtra y lava con agua destilada. Al filtrado agregar pequeña cantidad de cloruro de amonio sólido y amoníaco en exceso, agitar, calentar y dejar reposar 15 minutos.

Se formó un precipitado blanco rojizo constituído por los hidróxidos de fierro y aluminio, filtré, lavé y sobre el filtro húmedo con el precipitado llevarlo a un vaso de precipitados chico y tratarlo con HCl (1 + 9).

Este filtrado queda listo para ser tratado como sigue.

Agregar 5 cc. de acetato de amonio 5N, en seguida agregar 5 cc. de ácido clorhídrico 1.5N y 2 cc. de una solución de aluminón al 0.1% y olocar en baño de agua aproximadamente a 80 grados C. por 10 minutos. Agregar 5 cc. de solución 5N. de cloruro de amonio dejándola enfriar a la temperatura del laboratorio. Agregar 5 cc. de una solución 3.2N de carbonato de amonio agitando lentamente, aforar con agua y mezclar.

La concentración exacta de los reactivos no es importante.

Simultáneamente hacer un tipo o tipos si es necesario, conteniendo cantidades conocidas de aluminio.

Sea como en el caso que seguí.

Preparé 4 tipos conteniendo el primero 0.01; 0.03; 0.05; 0.07 mg. de aluminio respectivamente y llevé ésos como patrones, siguiendo con cada uno de ellos el procedimiento anterior, hice las lecturas en el fotocolorímetro, estas lecturas ya graficadas permitirán hacer las lecturas de las muestras problemas.

CAPITULO IV

CUANTEO DE ALUMINIO EN ALIMENTOS MEXICANOS. RESULTADOS OBTENIDOS

El método que seguí para el canteo del aluminio en las diferentes muestras lo mencioné en el capítulo anterior, pero aquí volveré a hacer hincapié de él otra vez.

Hice 11 determinaciones siguiendo en todas el mismo método de separación y de cuanteo.

Para poder hacer las lecturas fué necesario la preparación de 4 tipos conteniendo cada uno de ellos respectivamente 0.01, 0.03, 0.05, 0.07 mg. de aluminio.

Para esto pesé .1 g. de $AlCl_3 6H_2O$, aforé a 100 cc. con agua destilada; hice el cálculo respectivo poniendo en 4 matraces aforados de 100 la cantidad correspondiente: Al primero 0.01 mg. de Al o sea 0.09 de cc., al segundo 0.03 o sea 0.27 de cc., al tercero 0.05 o sea 0.45 de cc., al cuarto 0.07 mg. o sea 0.63 de cc. Hecho esto les agregué un pequeño volumen de agua destilada (10 cc.) a cada uno de ellos, adicioné en seguida (HCl (1 + 9) hasta que las soluciones quedaron ácidas (coloración roja al tornasol).

Adicioné en seguida a cada matraz 5 cc. de acetato de amonio 5N. luego 5 cc. de HCl 1.5N. y 2 cc. de la tintura de aluminón al .1% coloqué en baño de agua a 80 grados C. por 10 minutos con objeto de desarrollar la coloración del tipo con el reactivo; en seguida agregué 5 cc. de solución de cloruro de amonio 5N., dejé enfriar bien

Sea como en el caso que seguí.

Preparé 4 tipos conteniendo el primero 0.01; 0.03; 0.05; 0.07 mg. de aluminio respectivamente y llevé ésos como patrones, siguiendo con cada uno de ellos el procedimiento anterior, hice las lecturas en el fotocolorímetro, estas lecturas ya graficadas permitirán hacer las lecturas de las muestras problemas.

CAPITULO IV

CUANTEO DE ALUMINIO EN ALIMENTOS MEXICANOS. RESULTADOS OBTENIDOS

El método que seguí para el canteo del aluminio en las diferentes muestras lo mencioné en el capítulo anterior, pero aquí volveré a hacer hincapié de él otra vez.

Hice 11 determinaciones siguiendo en todas el mismo método de separación y de cuanteo.

Para poder hacer las lecturas fué necesario la preparación de 4 tipos conteniendo cada uno de ellos respectivamente 0.01, 0.03, 0.05, 0.07 mg. de aluminio.

Para esto pesé .1 g. de $AlCl_3 6H_2O$, aforé a 100 cc. con agua destilada; hice el cálculo respectivo poniendo en 4 matraces aforados de 100 la cantidad correspondiente: Al primero 0.01 mg. de Al o sea 0.09 de cc., al segundo 0.03 o sea 0.27 de cc., al tercero 0.05 o sea 0.45 de cc., al cuarto 0.07 mg. o sea 0.63 de cc. Hecho esto les agregué un pequeño volumen de agua destilada (10 cc.) a cada uno de ellos, adicioné en seguida (HCl (1 + 9) hasta que las soluciones quedaron ácidas (coloración roja al tornasol).

Adicioné en seguida a cada matraz 5 cc. de acetato de amonio 5N. luego 5 cc. de HCl 1.5N. y 2 cc. de la tintura de aluminón al .1% coloqué en baño de agua a 80 grados C. por 10 minutos con objeto de desarrollar la coloración del tipo con el reactivo; en seguida agregué 5 cc. de solución de cloruro de amonio 5N., dejé enfriar bien

las soluciones y fuí adicionando poco a poco a cada uno de ellos 5 cc. de una solución de carbonato de amonio 3.2N., aforé con agua destilada a 100 cc., observé las lecturas en el fotocolorímetro empleando para esto tubos de Klett graduados de 10 cc. y empleando filtro verde (500-570 milimicrones) habiendo obtenido las siguientes lecturas.

Matraces	Cantidad de aluminio	Lectura observada
1°	.01mg.	42
2°	.03mg.	70
3°	.05mg.	94
4°	.07mg.	122

Estas lecturas fueron llevadas a una gráfica en papel milimétrico tomando las diversas concentraciones como abcisas y las lecturas observadas como ordenadas. Obteniendo así una recta que sirve de patrón para las lecturas de las muestras problemas. (ver gráfica).

PRIMERA DETERMINACION.

Con maíz híbrido H-305.

La determinación anterior la hice con 10 g. de muestra molida.

El peso de la muestra después de secada a la estufa hasta peso constante a 110 grados C. fué de 9.1518 g. Teniendo una humedad de 0.8281 g.

Ya así la muestra es llevada a la mufla a una temperatura de 1 200 grados F. hasta que las cenizas quedaron blancas. Después de frías se pesaron dando un peso 0.1324 g.

Las cenizas fueron tratadas con 10 cc. de HCl concentrado, calentando a ebullición por 2 minutos más o menos; agregué unas gotas de ácido nítrico concentrado para oxidar el fierro calentando a ebullición. Después filtré y lavé, agregué al filtrado una pequeña cantidad de cloruro de amonio sólido y amoníaco en exceso, hasta precipitación total.

Agité, calenté en baño maría por 15 minutos y dejé reposar. Se formó un precipitado blanco rojizo formado por los hidróxido de

fierro y aluminio, filtré, la
llevé a un vaso de precipita
al 10%, calenté un poco, f
el fierro como precipitado

El líquido filtrado lo
ja al tornasol) y lo llevé
procedimiento colorimétri

Diluí con agua destil
5N. de acetato de amonio,
de HCl, adicioné después
calenté en baño maría por
la coloración; en seguida
amonio y dejé enfriar la
agitando 5 cc. de una sol
100 cc. y observé en el
dos en 10. Utilicé el filtro
tenido como lectura 56 q
una cantidad de aluminio

Antes de hacer la l
naciones con agua destil

SEGUNDA DETERM

Con maíz híbrido

Determinación de a

Peso de la muestra

Humedad de la m
grados C. por una hora.

Peso de las ceniza
dos F. = 0.4648 g.

Seguí el mismo m
las cenizas, siguiendo
la primera determinac

a uno de ellos 5 cc.
foré con agua desti-
orímetro empleando
pleando filtro verde
uientes lecturas.

Lectura observada

... 42
... 70
... 94
... 122

a en papel milimé-
bcisas y las lecturas
recta que sirve de
s. (ver gráfica).

de muestra molida.

a estufa hasta peso
endo una humedad

una temperatura de
blancas. Después de

Cl concentrado, ca-
agregué unas gotas
calentando a ebulli-
a pequeña cantidad
hasta precipitación

s y dejé reposar. Se
r los hidróxido de

fierro y aluminio, filtré, lavé y sobre el precipitado todavía húmedo lo llevé a un vaso de precipitados pequeño y lo traté con 10 cc. de NaOH al 10%, calenté un poco, filtré. En el filtrado va el aluminio quedando el fierro como precipitado.

El líquido filtrado lo traté con HCl diluído (hasta coloración roja al tornasol) y lo llevé a matraz aforado de 100 en donde seguí el procedimiento colorimétrico como sigue:

Diluí con agua destilada (5 ó 10 cc.), agregué 5 cc. de solución 5N. de acetato de amonio, en seguida le agregué 5cc. de solución 1.5N. de HCl, adicioné después 2 cc. de la tintura de aluminón al 0.1% y calenté en baño maría por 10 minutos a 80 grados C. para desarrollar la coloración; en seguida adicioné 5 cc. de solución 5N de cloruro de amonio y dejé enfriar la solución a la que le adicioné poco a poco y agitando 5 cc. de una solución de carbonato de amonio 3.2N, aforé a 100 cc. y observé en el fotocolorímetro usando tubos de Klett aforados en 10. Utilicé el filtro verde (500-570 milimicrones) habiendo obtenido como lectura 56 que llevada a la gráfica que sirvió de patrón de una cantidad de aluminio correspondiente a 62 gamas.

Antes de hacer la lectura, se marcó el cero en todas las determinaciones con agua destilada.

SEGUNDA DETERMINACION.

Con maíz híbrido muestra H-123.

Determinación de aluminio en 25 g. de maíz híbrido.

Peso de la muestra molida 25 g.

Humedad de la muestra después de ser secada a laestufa a 110 grados C. por una hora. 2.2392 g.

Peso de las cenizas después de calcinadas a la mufla a 1 200 grados F. = 0.4648 g.

Seguí el mismo método de separación y tratamiento sucesivo en las cenizas, siguiendo también la misma técnica colorimétrica que en la primera determinación; por lo tanto, no la mencionaré en las mues-

las soluciones y fuí adicionando poco a poco a cada uno de ellos 5 cc. de una solución de carbonato de amonio 3.2N., aforé con agua destilada a 100 cc., observé las lecturas en el fotocolorímetro empleando para esto tubos de Klett graduados de 10 cc. y empleando filtro verde (500-570 milimicrones) habiendo obtenido las siguientes lecturas.

Matraces	Cantidad de aluminio	Lectura observada
1°	.01mg.	42
2°	.03mg.	70
3°	.05mg.	94
4°	.07mg.	122

Estas lecturas fueron llevadas a una gráfica en papel milimétrico tomando las diversas concentraciones como abcisas y las lecturas observadas como ordenadas. Obteniendo así una recta que sirve de patrón para las lecturas de las muestras problemas. (ver gráfica).

PRIMERA DETERMINACION.

Con maíz híbrido H-305.

La determinación anterior la hice con 10 g. de muestra molida.

El peso de la muestra después de secada a la estufa hasta peso constante a 110 grados C. fué de 9.1518 g. Teniendo una humedad de 0.8281 g.

Ya así la muestra es llevada a la mufla a una temperatura de 1 200 grados F. hasta que las cenizas quedaron blancas. Después de frías se pesaron dando un peso 0.1324 g.

Las cenizas fueron tratadas con 10 cc. de HCl concentrado, calentando a ebullición por 2 minutos más o menos; agregué unas gotas de ácido nítrico concentrado para oxidar el fierro calentando a ebullición. Después filtré y lavé, agregué al filtrado una pequeña cantidad de cloruro de amonio sólido y amoníaco en exceso, hasta precipitación total.

Agité, calenté en baño maría por 15 minutos y dejé reposar. Se formó un precipitado blanco rojizo formado por los hidróxido de

fierro y aluminio, filtré, la
llevé a un vaso de precipita
al 10%, calenté un poco, f
el fierro como precipitado

El líquido filtrado lo
ja al tornasol) y lo llevé
procedimiento colorimétri

Diluí con agua destil
5N. de acetato de amonio,
de HCl, adicioné después
calenté en baño maría por
la coloración; en seguida
amonio y dejé enfriar la
agitando 5 cc. de una sol
100 cc. y observé en el
dos en 10. Utilicé el filtro
tenido como lectura 56 q
una cantidad de aluminio

Antes de hacer la l
naciones con agua destil

SEGUNDA DETERM

Con maíz híbrido

Determinación de a

Peso de la muestra

Humedad de la m
grados C. por una hora.

Peso de las ceniza
dos F. = 0.4648 g.

Seguí el mismo m
las cenizas, siguiendo
la primera determinac

a uno de ellos 5 cc.
foré con agua desti-
orímetro empleando
pleando filtro verde
uientes lecturas.

Lectura observada

... 42
... 70
... 94
... 122

a en papel milimé-
bcisas y las lecturas
recta que sirve de
s. (ver gráfica).

de muestra molida.

a estufa hasta peso
endo una humedad

una temperatura de
blancas. Después de

Cl concentrado, ca-
agregué unas gotas
calentando a ebulli-
a pequeña cantidad
hasta precipitación

s y dejé reposar. Se
r los hidróxido de

fierro y aluminio, filtré, lavé y sobre el precipitado todavía húmedo lo llevé a un vaso de precipitados pequeño y lo traté con 10 cc. de NaOH al 10%, calenté un poco, filtré. En el filtrado va el aluminio quedando el fierro como precipitado.

El líquido filtrado lo traté con HCl diluído (hasta coloración roja al tornasol) y lo llevé a matraz aforado de 100 en donde seguí el procedimiento colorimétrico como sigue:

Diluí con agua destilada (5 ó 10 cc.), agregué 5 cc. de solución 5N. de acetato de amonio, en seguida le agregué 5cc. de solución 1.5N. de HCl, adicioné después 2 cc. de la tintura de aluminón al 0.1% y calenté en baño maría por 10 minutos a 80 grados C. para desarrollar la coloración; en seguida adicioné 5 cc. de solución 5N de cloruro de amonio y dejé enfriar la solución a la que le adicioné poco a poco y agitando 5 cc. de una solución de carbonato de amonio 3.2N, aforé a 100 cc. y observé en el fotocolorímetro usando tubos de Klett aforados en 10. Utilicé el filtro verde (500-570 milimicrones) habiendo obtenido como lectura 56 que llevada a la gráfica que sirvió de patrón de una cantidad de aluminio correspondiente a 62 gamas.

Antes de hacer la lectura, se marcó el cero en todas las determinaciones con agua destilada.

SEGUNDA DETERMINACION.

Con maíz híbrido muestra H-123.

Determinación de aluminio en 25 g. de maíz híbrido.

Peso de la muestra molida 25 g.

Humedad de la muestra después de ser secada a laestufa a 110 grados C. por una hora. 2.2392 g.

Peso de las cenizas después de calcinadas a la mufla a 1 200 grados F. = 0.4648 g.

Seguí el mismo método de separación y tratamiento sucesivo en las cenizas, siguiendo también la misma técnica colorimétrica que en la primera determinación; por lo tanto, no la mencionaré en las mues-

tras siguientes, ya que sería una repetición del método. Unicamente nombraré los datos numéricos.

En la muestra de maíz híbrido H-1'23 observé en el fotocolorímetro con filtro verde (500-570 milimicrones), marqué el cero con agua destilada, la lectura observada fué de 42 que llevada a la gráfica dió una cifra de 42.5 gamas de aluminio.

TERCERA DETERMINACION.

Con maíz blanco.

Determinación cuantitativa de aluminio en 25 g. de maíz blanco.

Peso de la muestra molida 25 g.

Humedad de la muestra después de ser secada a la estufa a 110 grados C. por una hora 1.4229 g.

Peso de las cenizas después de calcinadas a la mufla a 1 200 grados F. = 0.4481 g.

Después de haber seguido el mismo procedimiento como en la primera muestra; se hizo la lectura en el fotocolorímetro usando el filtro verde (500-570 milimicrones). Obtuve la lectura de 62 que llevada a la gráfica dió la cantidad de 71.5 gamas de aluminio.

CUARTA DETERMINACION.

Con maíz dorado.

Determinación cuantitativa de aluminio en maíz morado.

Peso de la muestra molida 25 g.

Humedad de la muestra después de ser secada en la estufa a 110 grados C. por una hora y puesto a peso constante previamente 2.1028 g.

Peso de las cenizas después de ser calcinadas en la mufla a 1 200 grados F. = 0.2805 g.

La muestra después de haber hecho la separación y seguido la técnica de desarrollo de la coloración fué observada en el fotocolorí-

metro con filtro verde (
46 que llevada a la gr
aluminio.

QUINTA DETERMIN

Con lenteja.

Determinación cuan

Peso de la muestra

Humedad de la m
110 grados C. por una
constante 1.8294 g.

El peso de las ceniz

Después de haber
anteriores la lectura fué
microones) dando una ci
dad de 25 gamas de alu

SEXTA DETERMINA

Con garbancillo.

Determinación cu

Peso de la muestra

Humedad de la mu
grados C. por una hora

Peso de las cenias
1 200 grado sF. = 0.7

Después de seguir
tes y efectuando la lec
que llevado a la gráfica

SEPTIMA DETERM

Con cebada.
Determinación cu

todo. Unicamente

en el fotocolorí-
arqué el cero con
llevada a la grá-

g. de maíz blanco.

a la estufa a 110

mufla a 1 200 gra-

to como en la pri-
o usando el filtro
le 62 que llevada
io.

íz morado.

n la estufa a 110
ante previamente

la mufla a 1 200

ión y seguido la
en el fotocolorí-

metro con filtro verde (500-570 milimicrones) dando una lectura de 46 que llevada a la gráfica nos dió la cantidad de 48 gamas de aluminio.

QUINTA DETERMINACION.

Con lenteja.

Determinación cuantitativa de aluminio en 25 g. de lenteja.

Peso de la muestra molida 25 g.

Humedad de la muestra después de ser secada en la estufa a 110 grados C. por una hora y habiendo puesto previamente a peso constante 1.8294 g.

El peso de las cenizas después de frías y blancas fué de 0.6338 g.

Después de haber seguido la misma técnica que en los métodos anteriores la lectura fué hecha usando el filtro verde (500-570 milimicrones) dando una cifra de 44 que llevada a la gráfica dió la cantidad de 25 gamas de aluminio.

SEXTA DETERMINACION.

Con garbancillo.

Determinación cuantitativa de aluminio en frijol garbancillo.

Peso de la muestra molida 25g.

Humedad de la muestra después de ser secada en la estufa a 110 grados C. por una hora fué de 2.2385g.

Peso de las cenias después de calcinada la muestra en la mufla a 1 200 grado sF. = 0.7876g.

Después de seguir la misma técnica que en los métodos anteriores y efectuando la lectura en el fotocolorímetro dió la cifra de 46 que llevado a la gráfica corresponde a 48 gamas de aluminio.

SEPTIMA DETERMINACION.

Con cebada.
Determinación cuantitativa de aluminio en cebada.

tras siguientes, ya que sería una repetición del método. Unicamente nombraré los datos numéricos.

En la muestra de maíz híbrido H-1'23 observé en el fotocolorímetro con filtro verde (500-570 milimicrones), marqué el cero con agua destilada, la lectura observada fué de 42 que llevada a la gráfica dió una cifra de 42.5 gamas de aluminio.

TERCERA DETERMINACION.

Con maíz blanco.

Determinación cuantitativa de aluminio en 25 g. de maíz blanco.

Peso de la muestra molida 25 g.

Humedad de la muestra después de ser secada a la estufa a 110 grados C. por una hora 1.4229 g.

Peso de las cenizas después de calcinadas a la mufla a 1 200 grados F. = 0.4481 g.

Después de haber seguido el mismo procedimiento como en la primera muestra; se hizo la lectura en el fotocolorímetro usando el filtro verde (500-570 milimicrones). Obtuve la lectura de 62 que llevada a la gráfica dió la cantidad de 71.5 gamas de aluminio.

CUARTA DETERMINACION.

Con maíz dorado.

Determinación cuantitativa de aluminio en maíz morado.

Peso de la muestra molida 25 g.

Humedad de la muestra después de ser secada en la estufa a 110 grados C. por una hora y puesto a peso constante previamente 2.1028 g.

Peso de las cenizas después de ser calcinadas en la mufla a 1 200 grados F. = 0.2805 g.

La muestra después de haber hecho la separación y seguido la técnica de desarrollo de la coloración fué observada en el fotocolorí-

metro con filtro verde (
46 que llevada a la gr
aluminio.

QUINTA DETERMIN

Con lenteja.

Determinación cuan

Peso de la muestra

Humedad de la m
110 grados C. por una
constante 1.8294 g.

El peso de las ceniz

Después de haber
anteriores la lectura fué
microones) dando una ci
dad de 25 gamas de alu

SEXTA DETERMINA

Con garbancillo.

Determinación cu

Peso de la muestra

Humedad de la mu
grados C. por una hora

Peso de las cenias
1 200 grado sF. = 0.7

Después de seguir
tes y efectuando la lec
que llevado a la gráfica

SEPTIMA DETERM

Con cebada.
Determinación cu

todo. Unicamente

en el fotocolorí-
arqué el cero con
llevada a la grá-

g. de maíz blanco.

a la estufa a 110

mufla a 1 200 gra-

to como en la pri-
o usando el filtro
le 62 que llevada
io.

íz morado.

n la estufa a 110
ante previamente

la mufla a 1 200

ión y seguido la
en el fotocolorí-

metro con filtro verde (500-570 milimicrones) dando una lectura de 46 que llevada a la gráfica nos dió la cantidad de 48 gamas de aluminio.

QUINTA DETERMINACION.

Con lenteja.

Determinación cuantitativa de aluminio en 25 g. de lenteja.

Peso de la muestra molida 25 g.

Humedad de la muestra después de ser secada en la estufa a 110 grados C. por una hora y habiendo puesto previamente a peso constante 1.8294 g.

El peso de las cenizas después de frías y blancas fué de 0.6338 g.

Después de haber seguido la misma técnica que en los métodos anteriores la lectura fué hecha usando el filtro verde (500-570 milimicrones) dando una cifra de 44 que llevada a la gráfica dió la cantidad de 25 gamas de aluminio.

SEXTA DETERMINACION.

Con garbancillo.

Determinación cuantitativa de aluminio en frijol garbancillo.

Peso de la muestra molida 25g.

Humedad de la muestra después de ser secada en la estufa a 110 grados C. por una hora fué de 2.2385g.

Peso de las cenias después de calcinada la muestra en la mufla a 1 200 grado sF. = 0.7876g.

Después de seguir la misma técnica que en los métodos anteriores y efectuando la lectura en el fotocolorímetro dió la cifra de 46 que llevado a la gráfica corresponde a 48 gamas de aluminio.

SEPTIMA DETERMINACION.

Con cebada.
Determinación cuantitativa de aluminio en cebada.

Peso de la muestra molizda 25g.

Humedad de la muestra después de ser secada en la estufa a 110 grados C. por una hora fué de 0.722g.

Peso de las cenizas después de ser calcinada la muestra en la mufla a 1 200 grados F. = 0.625g.

Después de seguir la misma técnica que en los métodos anteriores y efectuando la lectura en el fotocolorímetro dió la cifra de 48 que llevado a la gráfica corresponde a 51 gamas de aluminio.

OCTAVA DETERMINACION.

Con arroz.
Determinación cuantitativa de aluminio en arroz.
Peso de la muestra molida 10g.

Humedad de la muestra después de secada en la estufa a 110 grados C. por una hora 0.5939g.

Peso de las cenizas después de ser calcinada la muestra en la mufla a 1 200 grados F. = 0.2115g.

Como en los casos anteriores, seguí la misma técnica usando en todos los casos el mismo filtro, ya que en todos hay la misma coloración. Dió una lectura de 39 que en la gráfica corresponde a 38 gamas de aluminio.

NOVENA DETERMINACION.

Con trigo.

Determinación cuantitativa de aluminio en trigo.

Peso de la muestra molida 25g.

Humedad de la muestra después de ser secada en la estufa a 110 grados C. por una hora 2.388g.

Peso de las cenizas después de ser calcinada la muestra en la mufla a 1 200 grados F. = 0.4346g.

La lectura observad
vada a la gráfica dió la ci

DECIMA DETERMIN

Con aguacate.

Determinación cuan

Peso de la muestra

Humedad de la mu
grados C. 6.8831'g.

Peso de las cenizas
fla a 1 200 grados F.

Observé la siguien
de 30 que en la gráfica

DECIMA-PRIMERA

Con espinacas.

Determinación cu

Humedad de la
110 grados C. por una

Peso de las ceniz
mufla a una temperatu

Observé la siguie
de 36, que llevada a l

En las 11 determ
preparados por nosot
usando el aluminón q

En el cuadro sig
pondientes a las 11 d

a en la estufa a 110

a muestra en la mu-

los métodos anterio-
dió la cifra de 48
de aluminio.

arroz.

en la estufa a 110

muestra en la mu-

técnica usando en
ay la misma colora-
sponde a 38 gamas

igo.

en la estufa a 110

muestra en la mu-

La lectura observada en el fotocolorímetro fué de 50 y ésta llevada a la gráfica dió la cifra de 54 gamas de aluminio.

DECIMA DETERMINACION.

Con aguacate.

Determinación cuantitativa de aluminio en aguacate.

Peso de la muestra sin cáscara 10g.

Humedad de la muestra después de ser secada en la estufa a 110 grados C. 6.8831'g.

Peso de las cenizas después de ser calcinada la muestra en la mufla a 1 200 grados F. = 0.1425g.

Observé la siguiente lectura en el fotocolorímetro, siendo ésta de 30 que en la gráfica corresponde a 24 gamas de aluminio.

DECIMA-PRIMERA DETERMINACION.

Con espinacas.

Determinación cuantitativa de aluminio en espinacas.

Humedad de la muestra después de ser secada en la estufa a 110 grados C. por una hora 21.3936g.

Peso de las cenizas de la muestra después de ser calcinada en la mufla a una temperatura de 1 200 grados F. = 0.3476g.

Observé la siguiente lectura en el fotocolorímetro, siendo ésta de 36, que llevada a la gráfica corresponde a 36 gamas de aluminio.

En las 11 determinaciones que efectúe, todos los reactivos fueron preparados por nosotros y el desarrollo de la coloración fué hecho usando el aluminón que obtuve en la síntesis.

En el cuadro siguiente quedan resumidos todos los datos correspondientes a las 11 determinaciones hechas.

Peso de la muestra molizda 25g.

Humedad de la muestra después de ser secada en la estufa a 110 grados C. por una hora fué de 0.722g.

Peso de las cenizas después de ser calcinada la muestra en la mufla a 1 200 grados F. = 0.625g.

Después de seguir la misma técnica que en los métodos anteriores y efectuando la lectura en el fotocolorímetro dió la cifra de 48 que llevado a la gráfica corresponde a 51 gamas de aluminio.

OCTAVA DETERMINACION.

Con arroz.
Determinación cuantitativa de aluminio en arroz.
Peso de la muestra molida 10g.

Humedad de la muestra después de secada en la estufa a 110 grados C. por una hora 0.5939g.

Peso de las cenizas después de ser calcinada la muestra en la mufla a 1 200 grados F. = 0.2115g.

Como en los casos anteriores, seguí la misma técnica usando en todos los casos el mismo filtro, ya que en todos hay la misma coloración. Dió una lectura de 39 que en la gráfica corresponde a 38 gamas de aluminio.

NOVENA DETERMINACION.

Con trigo.

Determinación cuantitativa de aluminio en trigo.

Peso de la muestra molida 25g.

Humedad de la muestra después de ser secada en la estufa a 110 grados C. por una hora 2.388g.

Peso de las cenizas después de ser calcinada la muestra en la mufla a 1 200 grados F. = 0.4346g.

La lectura observad
vada a la gráfica dió la ci

DECIMA DETERMIN

Con aguacate.

Determinación cuan

Peso de la muestra

Humedad de la mu
grados C. 6.8831'g.

Peso de las cenizas
fla a 1 200 grados F.

Observé la siguien
de 30 que en la gráfica

DECIMA-PRIMERA

Con espinacas.

Determinación cu

Humedad de la
110 grados C. por una

Peso de las ceniz
mufla a una temperatu

Observé la siguie
de 36, que llevada a l

En las 11 determ
preparados por nosot
usando el aluminón q

En el cuadro sig
pondientes a las 11 d

a en la estufa a 110

a muestra en la mu-

los métodos anterio-
dió la cifra de 48
de aluminio.

arroz.

en la estufa a 110

muestra en la mu-

técnica usando en
ay la misma colora-
sponde a 38 gamas

igo.

en la estufa a 110

muestra en la mu-

La lectura observada en el fotocolorímetro fué de 50 y ésta llevada a la gráfica dió la cifra de 54 gamas de aluminio.

DECIMA DETERMINACION.

Con aguacate.

Determinación cuantitativa de aluminio en aguacate.

Peso de la muestra sin cáscara 10g.

Humedad de la muestra después de ser secada en la estufa a 110 grados C. 6.8831'g.

Peso de las cenizas después de ser calcinada la muestra en la mufla a 1 200 grados F. = 0.1425g.

Observé la siguiente lectura en el fotocolorímetro, siendo ésta de 30 que en la gráfica corresponde a 24 gamas de aluminio.

DECIMA-PRIMERA DETERMINACION.

Con espinacas.

Determinación cuantitativa de aluminio en espinacas.

Humedad de la muestra después de ser secada en la estufa a 110 grados C. por una hora 21.3936g.

Peso de las cenizas de la muestra después de ser calcinada en la mufla a una temperatura de 1 200 grados F. = 0.3476g.

Observé la siguiente lectura en el fotocolorímetro, siendo ésta de 36, que llevada a la gráfica corresponde a 36 gamas de aluminio.

En las 11 determinaciones que efectúe, todos los reactivos fueron preparados por nosotros y el desarrollo de la coloración fué hecho usando el aluminón que obtuve en la síntesis.

En el cuadro siguiente quedan resumidos todos los datos correspondientes a las 11 determinaciones hechas.

Alimento	Peso de la muestra	Humedad	Cenizas	Al. en 100g. de cenizas	Al. en 100g. alimento seco
Maíz Híbrido H-305	10g.	0.8281g.	0.1024g.	46.80mg.	0.676mg.
Maíz Híbrido H-123	25g.	2.2392g.	0.4648g.	9.14mg.	0.187mg.
Maíz blanco	25g.	1.4229g.	0.4481g.	15.95mg.	0.303mg.
Maíz morado	25g.	2.1028g.	0.2805g.	17.11mg.	0.210mg.
Lenteja	25g.	1.8294g.	0.6538g.	3.32mg.	0.210mg.
Frijol garbancillo	25g.	2.2385g.	0.7876g.	5.84mg.	0.414mg.
Cebada	25g.	0.7220g.	0.6265g.	8.14mg.	0.239mg.
Arroz	10g.	0.5939g.	0.2115g.	18.44mg.	0.415mg.
Trigo	25g.	2.3880g.	0.4346g.	12.40mg.	0.239mg.
Aguacate	10g.	6.3881g.	0.1425g.	21.05mg.	0.962mg.
Espinacas	25g.	21.3936g.	0.3476g.	94.93mg.	0.915mg.

Puede observarse considerando las cifras encontradas y que se consignan en el cuadro anterior, que no hay variación específica en la cantidad de aluminio de los maíces híbridos con los corrientes, puesto que uno de aquellos contiene mayor cantidad de dicho elemento que los maíces blanco y morado; pero en cambio el otro contiene menor cantidad que éste.

Puede señalarse como más ricos en aluminio el aguacate y las espinacas; siguiéndole después el arroz. Los otros alimentos analizados contienen la misma cantidad que los maíces.

.01
.05
.10
.20

CAPITULO V

RESUMEN Y CONCLUSIONES

I.—Obtuve el ácido metlén disalicílico 5.5' por síntesis con excelente rendimiento. Este cuerpo es de gran importanca porque forma sales estables con ciertos antipalúdicos; estas sales no son higroscópicas y son muy insolubles lo cual permite que la acción sea lenta y constante. También el cuerpo que obtuve es utiliza mucho en la síntesis de materias colorantes, derivados del trifenil metano. Obtuve con detalle sus solubilidades, así como constantes físicas y reacciones químicas.

II.—El reactivo llamado aluminón, tan usado como su nombre indica para la micro determinación del aluminio lo obtuve a partir del ácido metilén-disalicílico. También hice un estudio completo de sus propiedades y constantes. Está ultimamente relacionado con el ácido aurín tricarboxílico del cual derivan muchas materias colorantes (principalmente las aurinas) que se utilizan en la industria.

III.—He considerado la importancia biológica del aluminio y la riqueza en este elemento en diversos órganos y tejidos vegetales y animales. Así mismo hice un estudio crítico de los principales micrométodos de cuanteo de aluminio, y todos ellos se basan en el empleo de materias colorantes orgánicas.

IV.—He seleccionado el método del aluminón como más sensible y expeditivo aplicándolo a la determinación cuantitativa del aluminio en diversos alimentos mexicanos ed consumo corriente.

V.—Los resultados obtenidos se resumen en el cuadro que está

al final del capítulo IV de esta tesis, así como las consideraciones y comentarios sugeridos por las cifras encontradas.

VI.—El objetivo principal de esta tesis era la atención sintética de cuerpos de gran aplicación e interés y la investigación y significación del aluminio en los alimentos humanos.

las consideraciones y

la atención sintética
stigación y significa-

CAPITULO VI

BIBLIOGRAFIA

1.—Giral y Rojahn. Productos Químcos y Farmacéuticos. Tomo III. Páginas 1870 y 1884. (1946).

2.—Giral y Rojahn. Productos Químicos y Farmacéuticos. Tomo II. Página 1110. (1946).

3.—Giral y Rojahn. Productos Químicos y Farmacéuticos. Tomo II. Página 1109. (1946).

4.—Giral y Rojahn. Productos Químicos y Farmacéuticos. Tomo II. Página 1279. (1946).

5.—Ibert Mellan. Organic Reagents in Inorganic Analysis. Página 36 (1941).

6.—J. Biol. Chemistry. Páginas 78-591. (1928).

7.—Dr. K. Scharrer. Biochemie der Spurenelemente. Página 13. (1941).

8.—Ibert Mellan.—Organic Reagents in Inorganic Analysis. Página 227 a 245. (1941).

9.—Francisco Díaz Lombardo.—Análisis Cualitativo. Página 57 a 61. (1946).

10.—Analytical Chemistry Abstracts. Volumen 43, Número 1. Página 61. January 10. (1949).

11.—E. M. Bailey (Chairman) L. E. Warren, J. W .Sale, G. G. Frary, H. A. Lepper and Marian. E. Lapp. Methods of Analysis of the Association of Official Agriculture Chemistry. Página 126 y127. Fifthy. (1940).

al final del capítulo IV de esta tesis, así como las consideraciones y comentarios sugeridos por las cifras encontradas.

VI.—El objetivo principal de esta tesis era la atención sintética de cuerpos de gran aplicación e interés y la investigación y significación del aluminio en los alimentos humanos.

las consideraciones y

la atención sintética
estigación y significa-

1.—Giral y R
III. Páginas 1870
2.—Giral y R
mo II. Página 111
3.—Giral y R
mo II. Página 110
4.—Giral y R
II. Página 1279.
5.—Ibert M
gina 36 (1941).
6.—J. Biol.
7.—Dr. K.
(1941).
8.—Ibert
Página 227 a 24
9.—Franci
a 61. (1946).
10—Anal
Página 61. Jan
11.—E. M
Frary, H. A.
the Associatio
Fifthy. (1940

CAPITULO VI

BIBLIOGRAFIA

1.—Giral y Rojahn. Productos Químcos y Farmacéuticos. Tomo III. Páginas 1870 y 1884. (1946).

2.—Giral y Rojahn. Productos Químicos y Farmacéuticos. Tomo II. Página 1110. (1946).

3.—Giral y Rojahn. Productos Químicos y Farmacéuticos. Tomo II. Página 1109. (1946).

4.—Giral y Rojahn. Productos Químicos y Farmacéuticos. Tomo II. Página 1279. (1946).

5.—Ibert Mellan. Organic Reagents in Inorganic Analysis. Página 36 (1941).

6.—J. Biol. Chemistry. Páginas 78-591. (1928).

7.—Dr. K. Scharrer. Biochemie der Spurenelemente. Página 13. (1941).

8.—Ibert Mellan.—Organic Reagents in Inorganic Analysis. Página 227 a 245. (1941).

9.—Francisco Díaz Lombardo.—Análisis Cualitativo. Página 57 a 61. (1946).

10—Analytical Chemistry Abstracts. Volumen 43, Número 1. Página 61. January 10. (1949).

11.—E. M. Bailey (Chairman) L. E. Warren, J. W .Sale, G. G. Frary, H. A. Lepper and Marian. E. Lapp. Methods of Analysis of the Association of Official Agriculture Chemistry. Página 126 y127. Fifthy. (1940).