

C.113
I.283

MARCHAS ANALÍTICAS

DETERMINACIÓN COLORIMÉTRICA DE MOLIBDENO

LABORATORIO QUÍMICO DIRECCIÓN PROVINCIAL DE
MINERÍA

SETIEMBRE 1972

260

Solicitud del detalle del proceso analítico colorimétrico, para determinación geoquímica por colorimetría de Cu, Pb, Zn y Mo, usados por el Laboratorio Químico de la D.P.M.-

MARCHAS ANALITICAS .-

-DETERMINACION COLORIMETRICA DE MOLIBDENO.-

REACTIVOS:

- 1.-SOLUCION DE CLORURO ESTANNOZO: Disolver 10 gr de cloruro estannoso en cristales, en 100 ml de ClH aproximadamente 2 N.-
- 2.-ETER ETILICO: Purificado el mismo día que se ha de emplear. Se agita éter p.a. con un décimo de su volumen de una mezcla de volúmenes iguales de solución de cloruro estannoso, y de solución de tiocianato de potasio p.a. al 5%.-
- 3.-SOLUCION VALORADA DE MOLIBDENO: Se disuelven 1.5 gr de trióxido de Molibdeno p.a. en unos pocos ml de solución diluida de Hidróxido de sodio, se diluye con agua, se acidula ligeramente con ClH y se diluye a 1 litro con agua. La solución contiene 1 mg de Mo por ml, y se puede diluir nuevamente si fuera necesario.-

PROCEDIMIENTO:

1.-A la solución en análisis, ya neutralizada, que contenga hasta 0.5 mg de Mo, se le agrega 4 ml de ClH concentrado y se diluye con agua hasta 50 ml en un embudo de separación. Se enfría la solución hasta 15°C, se agregan 6-7 ml de solución de tiocianato de potasio al 5% y 2 ml, (ó mas si fuera necesario), de cloruro Estannoso. Se agita la solución durante 1 minuto, y después se agregan 15 ml de éter purificado. Se agita durante 30 segundos con las precauciones usuales, y se deja separar las dos capas. Se pasa la capa inferior acuosa a un vaso de precipitación. Se pasa la capa de éter a un matraz aforado de 25 ml. Se vuelve la solución acuosa al embudo de separación y se extrae nuevamente con 10 ml de éter. Se reúnen las dos extracciones, y se lleva a volumen con éter. Se determina el Mo del extracto etéreo en fotocolorímetro usando filtro de 450-500 mμ. Se preparan las curvas con patrones utilizando los mismos métodos que para las muestras.

1 ml..... 0.001 g de Mo

continúa

//..

DETERMINACION DE ZINC EN SUELOS-- COLORIMETRIA-METODO DE LA DITIZONA .-REACTIVOS:

- 1.-SOLUCION BUFFER: Pesar 125 grs de tiosulfato de sodio y disolver con 300 gr de acetato de sodio más 60 ml de ácido acético. Mezclar y llevar a 2000 ml con agua bidestilada.
- 2.-VERDE DE BROMOCRESOL: al 0.1% en agua.-
- 3.-AMONIACO AL 0.5%:
- 4.-DITIZONA: 0.02 gr+ 50 ml de tetracloruro de carbono. Lavar con solución amoniacal. acidular y agregar 50 ml de tetracloruro de carbono, separar las capas y guardar la ditizona en frasco color caramelo.
- 5.-DITIZONA DILUIDA: De la ditizona patrón tomar 25 ml H_2O y llevar a 100 ml con tetracloruro .

PROCEDIMIENTO:

-Se pesa 0.1 g de muestra en tubo de ensayo + 0.5 g de bisulfato de potasio y fundir. Una vez frío agregar 3 ml de HCl 1:1, y disolver. Enfriar y agregar agua bidestilada. hasta enrase 20 ml. -Tomar 1 ml de alícuota en embudo de separación de 150 ml que ya contienen 10 ml de buffer. Agregar 2 gotas de indicador bromocresol y gotear amoníaco hasta coloración azul. Luego agregar 10 ml de ditizona y agitar 30 segundos. Dejar separar. La capa orgánica a otro embudo que ya contienen 50 ml de amoníaco 0.5%. Agitar. La capa orgánica a otro embudo que ya contienen 25 ml de amoníaco 0.5%. Agitar. La capa rosada en tubo Nessler de 25 ml y enrasar con H_2O tetracloruro de carbono. Medir la transmisión en fotocolorímetro.

SOLUCION PATRON : Preparar una solución que contengan 0.01 mg a 0.1 mg de Zn por ml.-

DETERMINACION DE PLOMO

- Utilizar el mismo método de ataque y pesada que para el Zinc.
- Del tubo de ensayo tomar alícuotas de 4 a 8 ml, (según el contenido de Pb), en un embudo de separación que ya contienen 10 ml de buffer de plomo. Se agregan 2 gotas de azul de thymol al 0.2%, y se lleva hasta color azul con amoníaco. Se agregan 15 ml de ditizona y se agita por espacio de treinta segundos. La capa e

///...

orgánica se pasa a otro embudo que contiene 20 ml de cianuro de potasio 0.1% y se agita. La capa orgánica llevar a un TUBO NESSLER de 25 ml y enrasar con tetracloruro de carbono destilado. Medir en fotocolorímetro. Comparar con el patrón.

0.1 ml 1 gama de Pb

BUFFER DE PLOMO:

-Pesar 50 grs.de citrato de amonio + 10 gr de cianuro de potasio +8 gr de clorhidrato de hidroxilamina en un embudo de separación. Agregar 800 ml- de agua bidestilada y disolver. Se agregan 2 gotas de azul thymol y se lleva a PH 8.5 con amoníaco. Luego se separan los metales pesados con extracciones sucesivas de tetracloruro de carbono.-

DETERMINACION DE COBRE .-

Pesar 0.4 gr de muestra en erlenmeyer de 100 ml + 1 gr de bisulfato de potasio y fundir.Enfriar.Agregar 20 ml de HCl 1:1 y disolver.Precipitar el hierro con amoníaco en exceso PH 9. Agregar 10 ml de dietildithiocarbamato sódico al 0.1% en agua en el matraz aforado de 100 ml.Enrasar y agitar. Medir en fotocolorímetro. Medir la transmisión usando filtro N° 53.-

PATRON: Preparar una solución de cobre que contenga 0.1 mg/ml.-



Esteban Arias Cau
ESTEBAN ARIAS CAU
LABORATORIO QUIMICO
D.P.M.

Agustín
Agustín
Químico Industrial