

C.114
I.289

Determinaciones Fotocolorimétricas Control de

Calidad. Detección de molibdeno – Hierro ferroso –

Cloruros – Silicio en aleaciones metálicas – Hierro total

Técnicas operatorias – Crudo Caamaño

Por: Esteban Arias Cáu

1974

26/11



Laboratorio.-

-1-

Esteban Arias C.

TECNICAS EN FOTOCOLORIMETRIA, EN APARATO CRUDO CAAMAÑO.-

Determinación de Molibdeno.-

-Este es un procedimiento simplificado, el cuál ha sido usado con mucho éxito en nuestro Laboratorio de Química. La usual extracción del molibdeno con un solvente orgánico se omite. La muestra se disuelve en ácido perclórico, la solución se trata con tiocianato de sodio y con cloruro estannoso. Después de la dilución apropiada en frasco volumétrico, se lee en el colorímetro y la concentración de molibdeno se busca en la curva de calibración.-

Soluciones Requeridas:

- 1.-Acido perclórico al 60%.-
- 2.-Mezcla de ácido sulfúrico y ácido clorhídrico.-
- 3.-Sulfocianuro de sodio al 5%.-
- 4.-Cloruro estannoso.-
- 5.-Acido sulfúrico 1:6.-
- 6.-Filtro verde 530 mμ.-

Análisis:

-Pesar 0.1 g de la muestra seca y finamente pulverizada en erlenmeyer de 250 ml de capacidad. Agregar 10 ml de ácido perclórico al 60%, y, calentar hasta que la muestra se haya disuelto. Llevar a ebullición hasta que los humos densos lleguen hasta el cuello del frasco.

-Enfriar y agregar 30 ml de la mezcla $\text{SO}_4\text{H}_2:\text{ClH}$. Enfriar a la temperatura ambiente y agregar con una bureta 10 ml de solución de SCNNa al 5%. Mezclar cuidadosamente.-

-Agregar con una bureta 8 ml de Cl_2Sn y sacudir durante un minuto. Transferir a un frasco volumétrico de 100 ml y diluir hasta la marca con solución de SO_4H_2 1:6. Mezclar con cuidado. Tomar una porción en tubo de fotocolorímetro y medir en aparato, ajustando a 0 ó 100 % con agua destilada.- De la observación de la lectura, en la escala se determina el contenido de molibdeno en el problema por referencia a la curva de calibración.-

NOTA: Si el desvanecimiento del color es apreciable, se debe establecer un factor del tiempo entre la adición de los reactivos y la lectura final del color. EL MISMO FACTOR DE TIEMPO DEBE SER USADO TANTO EN -



-2-

LA CALIBRACION COMO PARA LA DETERMINACION DE LOS PROBLEMAS

Preparación de soluciones:

2.-Mezcla de ácido sulfúrico y clorhídrico: A 450 ml de agua destilada, agregar 100 ml de ácido clorhídrico 1:1 y 450 ml de ácido sulfúrico 1:1 p.a.-

3.-Sulfocianuro de sodio al 5%: Disolver 50 g de sulfocianuro de sodio cristalizado en agua destilada y diluir a 1000 ml .-

4.-Cloruro estannoso: Disolver 250 g de cloruro estannoso en una mezcla de 200 ml de ácido clorhídrico y 800 ml de agua destilada. Agregar unos trozos de estaño metálico p.a.-

Determinación cuantitativa de hierro ferroso.-

Se valora una sal ferrosa para preparar con ella una solución patrón, la cuál es dibujada en distintas concentraciones en orden creciente de 1 a 100 p.p.m. de hierro.- En medio del ClH el ión ferroso da una coloración azul, cuando reacciona con el ferrocianuro de potasio, la intensidad del color está en relación proporcional con la concentración del ión ferroso. La comparación cuantitativa se efectúa en fotocolorímetro usando filtro rojo 670 mμ, el cuál deja pasar una banda completa entre 640 y 700 mμ de longitud de onda para la luz roja.- Valoración de sulfato ferroso desecado:

-Disolver unos 0.8 g de sulfato ferroso en 25 ml de SO_4H_2 diluido y 25 ml de agua destilada, y valorar con MnO_4K 0.1N hasta obtener un tinte rosado persistente. Cada ml de MnO_4K 0.1 N precipita 0.01519 g de sulfato ferroso.-

Solución patrón de hierro:

-Disolver la cantidad necesaria de sulfato ferroso valorado que contenga exactamente 0.0272 g de sulfato ferroso en un litro de agua destilada, con el agregado de unas gotas de ClH. Cada ml de esta solución contiene 0.01 mg de Fe (10 p.p.m.).-

Curva patrón:

1 ml patrón	Para 1 g de muestra	10 p.p.m.	0.001 % Fe
2 "	" "	20 "	0.002 % Fe

-Agregar 2,5 ml de ClH concentrado, mezclar bien, entasar y finalmente agregar 1 ml de solución de ferrocianuro de potasio 10%, agitar después de transcurrido 1 minuto leer en aparato.-

-Controlar con agua destilada el 100%T.-



-3-

Prueba turbidimétrica para la determinación de Cloruros.-

Control de calidad.-

-La turbiedad producida por la suspensión del precipitado de cloruro de plata puede ser comparada cuantitativamente hasta no más de 350 p.p.m. de cloruros presentes, debido a la turbiedad no es directamente proporcional a mayores concentraciones. La comparación se efectúa en fotocolorímetro, usando filtro azul 470 mμ.-

Solución patrón de ClH 0.02N:

-Preparar una solución de ClH midiendo la cantidad que corresponde a un ClH 1N, diluyéndolo 50 veces.-

1 ml ClH 0.02N.... 0.000709 g Cl.-

Curva patrón:

0.10 ml ClH 0.02N 35.4 p.p.m. de Cl

0.25 ml " 177.0 " "

-Se pipetea en un tubo de Nessler de 50 ml.-

-Agregar agua destilada hasta un volumen de 20 ml, mas 1 ml de NO_3H 3N enrasar a 50 ml con agua destilada. Agitar y agregar 1 ml de NO_3Ag 0.1N. Agitar sólo una vez y dejar reposar en la obscuridad durante cinco minutos. Leer en aparato.-

-La muestra se pesa en vaso de precipitación 1 g, y se le agregan 25 ml de agua destilada.-

Determinación de silicio :

-El método está basado en la formación de azul de molibdeno procedente de la reducción del ácido sílico molíbdico, siendo seguida la ley de Beer dentro de grandes amplitudes de concentración de silicio. Se ha realizado un estudio comparativo entre el método colorimétrico citado y el gravimétrico, siendo analizados estadísticamente. El método fotométrico reveló ser más preciso que el gravimétrico, además de ser más rápido.-

Técnica operatoria:

-Pesar 0.2 g de muestra en erlenmeyer de 250 ml de capacidad. Atacar hasta disolución completa con 25 ml de ácido sulfúrico 8:82.- Adicionar 10 ml de solución de persulfato de amonio al 3%, Hervir un minuto y retirar del baño maría. Agregar 100 ml de agua destilada. Enfriar, transferir a matraces de 250 ml aforados y en-



-4-

rasar. Homogeneizar. Pipetear 25 ml de solución a un erlenmeyer de - 125 ml, agregar 5 ml de agua destilada, 10 ml de solución de molibdato de amonio al 5% y homogeneizar. Esperar 8 minutos y agregar 10 ml de fluoruro de sodio al 5% y proceder a la lectura en fotómetro.-

-Debe tenerse en cuenta que en esta técnica, no es posible efectuar diluciones para disminuir el color. Cuando esto sea necesario, debe pesarse menos muestra. Para construcción de la curva de calibración puede usarse un acero de National Bureau of Standard ó similares dentro del rango que se desee trabajar.

Preparación de los reactivos:

- 1.-Acido sulfúrico 8;82: Se prepara 8 ml de ácido sulfúrico mas 92 ml de agua destilada.-
- 2.-Persulfato de amonio 3%: Se prepara disolviendo 3 g de persulfato de amonio en agua destilada enrasando a 100 ml.-
- 3.-Molibdato de amonio 5%: Pesar 5 g de reactivo y llevar a 100 ml con agua destilada. Filtrar si fuera necesario.-
- 4.-Fluoruro de sodio 5%: Pesar 5 g de droga llevar a 100 ml con agua destilada. Debe filtrarse hasta que se obtenga una solución límpida.-

MUY IMPORTANTE: En ningún caso debe usarse agua desmineralizada proveniente de columnas de resina intercambiadoras de iones, ni vapores provenientes de calderas.-

Siempre debe usarse agua bidestilada fresca y guardada en recipientes de plástico incoloro. Debe tenerse en cuenta que el ataque debe hacerse en baño de arena, para evitar ebullición violenta, que además del riesgo de perder muestra por proyecciones, en algunos casos ya sea por evaporación brusca, se producen materias insolubles que inducen a error.

-Los reactivos deben usarse en el orden indicado, utilizándose material muy limpio y enjuagado con agua bidestilada.-

Determinación de Hierro :

Control de calidad.- (Como impurezas.-)

Curva patrón:

-Pipetear en vasos de vidrio, 1 a 10 ml sucesivamente de solución de sulfato de hierro y amonio; 1 ml contiene 0.01 g de hierro y agregar a cada uno 5 ml de una mezcla de 1 volumen de NO_3H y 9 volúmenes de agua destilada. Calentar y hervir durante un minuto cada con-

DIRECCION PROVINCIAL DE MINERIA
JUJUY



-5-

tracción.-

-Enfriar y enrasar con agua destilada a 50 ml, mezclar bien y agregar 5 ml de solución de sulfocianuro de amonio .Idem al ferroso.-

-Efectuar las lecturas en el fotocolorímetro usando filtro N-530 mu verde.-

San Salvador de JUJUY, 24 de Julio de 1974.-



Esteban
ESTEBAN ARIAS CAU
JEFE DE LABORATORIO (INT)
DIRECCION PROVINCIAL DE MINERIA