

TRABAJO
DE
DIPLOMA

Instituto Superior Minero Metalúrgico
Facultad Metalurgia Electromecánica

HOJA

NO. _____

MINISTERIO DE EDUCACION SUPERIOR

MOA. HOLGUIN

T R A B A J O D E D I P L O M A

TITULO: DETERMINACION DE NIQUEL POR EL METODO POLA-
ROGRAFICO A PARTIR DE LAS COLAS.

DIPLOMANTE: MAIDA LEON SALON.

TUTOR: LIC. CARLOS IZAGUIRRE BONELLA.



1988

"AÑO 30 DE LA REVOLUCION"

DEDICATORIA

DEDICATORIA:

- A mis padres, hermanos y esposo,
a la memoria indestructible de -
mi hermana y al orgullo de mi vi
da Darys A. Rivero León.

A G R A D E C I M I E N T O

AGRADECIMIENTO:

Deseo expresar un profundo agradecimiento a todos aquellos que de una forma u otra han colaborado en la realización de este trabajo, en especial al Lic. Carlos Izaguirre, Ing. Alfredo Coollo y a la -- Cand. a Doct. Esther Teherán.

R E S U M E N

- RESUMEN -

El presente trabajo de diploma recoge un estudio sobre la determinación de níquel en medio amoniacal por el método polarográfico.

El análisis de varianza realizado se efectuó utilizando el criterio de Fisher.

Además de la parte experimental y análisis de los resultados, el trabajo consta de una síntesis teórica del método polarográfico, un bosquejo del tratamiento del mineral en la empresa Cmdte "René Ramos Latour" - de Nicaro, hasta obtener las colas, prop. físico-químicas del Ni, Co y Fe, así como las aplicaciones del Níquel, el modo de preparación de las soluciones, además de tablas y anexos.

I N D I C E

- I N D I C E -

	Pág.
I.- Introducción.	1
II.- Parte especial.	
2.1.- Reseña del tratamiento del mineral late- rítico hasta obtener las colas en la Em- presa Cdte "René Ramos Latour" de Nicaro.	5
2.2.- Propiedades físicas y químicas del Ni, - Fe y Co. Aplicaciones del Ni.	7
2.3.- Fundamento teórico del método.	10
2.3.1.- Curvas polarográficas.	11
2.3.2.- Potencial de media onda.	12
2.3.3.- Eliminación de iones y elementos in- terferentes.	13
2.3.4.- Electrólito soporte.	15
2.3.5.- Máximos polarográficos.	17
2.4.- Metodología de investigación.	20
2.4.1.- Soluciones tipos (patrón). Cu, Cd, Ni y Co.	21
2.4.2.- Preparación de las soluciones etalón.	23
2.4.3.- Preparación de las colas para el aná- lisis.	25
2.5.- Descripción del equipo.	26
2.5.1.- Puesta en funcionamiento del polaró- grafo.	29
2.5.2.- Campos de aplicación de la polarografía	31

	Pág.
2.6.- Planificación de los experimentos.	32
2.7.- Análisis de los resultados obtenidos.	39
2.8.- Protección e Higiene del Trabajo.	40
III.- Conclusiones.	43
IV.- Recomendaciones.	44
Bibliografía.	45
Tablas y Gráficos.	
Anexos.	

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

I. - I N T R O D U C C I O N -

El método polarográfico de análisis químico fue introducido por J. Heyrovsky en la Universidad de Charles en Praga; a principios del siglo XX; este fue progresivamente desarrollado por este investigador y sus colaboradores.

El trabajo de Heyrovsky fue de gran importancia en la química electroanalítica; porque abrió camino a -- los nuevos métodos de análisis, este se convirtió en el más importante y versátil de todos los métodos --- electroquímicos. (4)

La polarografía está basada en las curvas corriente-potencial; producidos en un microelectrodo cuando la difusión es lo determinante en la descarga del ión y las condiciones son tales que se produce sobrevoltaje. Se pueden realizar análisis cualitativos y cuantitativos de aquellas sustancias capaces de sufrir una reducción catódica ó una oxidación anódica siempre que se encuentren en un rango de concentraciones entre -- 10^{-5} y 10^{-2} Mol.

En el análisis se utilizan dos electrodos uno no polarizable que es el electrodo de referencia (Calomel Saturado). La superficie del electrodo de referencia debe ser lo suficientemente grande para garantizar una

baja resistencia ya que se puede requerir el paso de corriente del orden de 100 Micro Ampere. El electrodo polarizable es el más pequeño del par y muchas veces nos referimos a él como un microelectrodo; estos están conectados en serie con un microamperímetro a la fuente de potencial variable; conocido.

El electrodo goteador de mercurio: Es el microelectrodo más ampliamente utilizado en forma de una sucesión de gotas; que caen desde un capilar de vidrio -- muy fino. Este debe cumplir los siguientes requisitos:

- 1.- El mercurio en el capilar debe estar protegido de la contaminación (para ello se utiliza un -- alambre fino de platino).
- 2.- La altura de la columna de mercurio debe ser fácilmente cambiabile.

La razón por la cual se utiliza tan ampliamente; es su propiedad singular de dar superficies exactamente renovables; lo que trae como resultado: que su superficie es reproducible con cualquier capilar dado; la constante renovación de la superficie del electrodo -- elimina los efectos de pasividad o envenenamiento; el alto sobrevoltaje del hidrógeno sobre el mercurio hace posible la deposición de sustancias difíciles de -- reducir.

Aplicaciones:

Una gran variedad de sustancias puede analizarse por polarografía o voltametría. Pueden determinarse casi todos los cationes metálicos y varios aniones (iodatos; bromatos; haluros; cromatos; ácidos; sulfurosos; selenitos, etc.)

Los elementos tales como el oxígeno y azufre se reducen en el electrodo de gotas de mercurio pueden analizarse muchas sustancias de la química orgánica, hidrocarburos no saturados, alifáticos y aromáticos, derivados halogenados, aldehidos; cetonas; quinonas; nitroderivados; azo y diazo compuestos y otras muchas sustancias.

La sensibilidad es muy buena como método electroquímico, ya que como dijimos anteriormente pueden determinarse concentraciones de 10^{-5} Mol y el límite superior es de 10^{-2} Mol. Hay métodos electroquímicos más sensibles; pero ninguno de estos métodos tiene aplicaciones tan variadas como la polarografía. La cantidad de sustancia requerida para un análisis es muy pequeña; del orden de un miligramo; ya que si es preciso pueden emplearse volúmenes menores de 1 mililitro.

El método polarográfico es más bien selectivo ya que se observan las ondas en intervalos definidos de poten

ciales. Muchas sustancias tienen aproximadamente el mismo potencial de media onda y se debe tener alguna idea de la composición de la solución antes de llevar a cabo la indentificación polarográfico cualitativa.

La exactitud de este método es bastante buena ya que se obtienen errores relativos del orden de 1% y 2%; y en algunos casos del 0,2%. (2). (4).

La duración de cada análisis es corta. La operación más larga es la eliminación del oxígeno.

Este trabajo fue concebido con el objetivo de dar - utilización al método polarográfico en la determinación de Ni en las colas obtenidas en la empresa Cmdte "René Ramos Latour" de Nicaro.

P A R T E

E S P E C I A L

II.-

- PARTE ESPECIAL -

2.1.- Reseña del tratamiento del mineral laterítico hasta obtener las colas en la empresa Cmdte "René Ramos Latour" de Nicaro.

El mineral una vez extraído de la mina es transportado hasta el área de la fábrica a través del transporte ferroviario, una vez en esta es sometido a un proceso de beneficio en la planta de molinos y secaderos.

El mineral recibido en esta etapa se muele y se reduce al tamaño adecuado y se le elimina el exceso de humedad, dejándolo en las condiciones necesarias para la siguiente etapa; la de reducción. El mineral que recibe esta planta es primeramente pasado por una trituradora de rodillos, después se conduce a los hornos de - tambor rotatorio para el secado, donde se pone en contacto de forma concurrente con los gases; producto de la combustión de petróleo. Al entrar al horno, el mineral contiene un 25 - 36% de humedad en dependencia - de la época del año, y sale con un 5 - 5,5% de humedad. Ya seco, el mineral se traslada a un molino de marti--llos en el que se tritura y sufre una primera clasifi--cación. El mineral grueso se pasa por un molino de bolas y sufre una nueva trituración y clasificación.

El mineral que todavía quede grueso retorna al moli-

no de bolas, mientras que el de tamaño adecuado producto de las dos clasificaciones es conducido a los silos de almacenaje para enviarlo a la etapa de reducción.

En esta etapa del proceso el mineral es reducido, pasando el níquel y el cobalto presentes a la forma metálica.

El mineral almacenado, seco y molido se introduce en los hornos de reducción de hogares múltiples por su parte superior, lográndose el movimiento del mineral con rastrillos rotatorios. Por la parte inferior del horno se inyecta el agente reductor, formado por los gases producto de la combustión incompleta del carbón "gas pobre" está formado por (CO_2 , CO , N_2 , H_2) posee un por ciento considerable de CO_2 H_2 , que son los principales agentes de reducción.

Una vez reducido el mineral en los hornos se envía a los enfriadores rotatorios introducidos en una piscina en la que se enfría hasta 200°C , aunque se mantiene la atmósfera reductora para evitar la oxidación de los metales formados.

De aquí el mineral pasa a la etapa de lixiviación y lavado, el mineral reducido es lixiviado con una disolución carbonato - amoniacal $(\text{NH}_4)_2 \text{CO}_3$; y se separa la disolución así obtenida del resto del mineral.

El mineral se mezcla en los tanques de contacto con licor amoniacal (68 g/L de NH_3 y 35 g/L de CO_2), y se obtiene una pulpa de alrededor de 30% de sólido. De aquí pasa a las tres etapas de lixiviación y cinco de lavado, todo a contra corriente.

El sistema de lixiviación y lavado está conectado a una línea de succión de olla los gases son enviados al sistema de absorción a fin de recuperar los que como el NH_3 y el CO_2 tienen interés económico.

A continuación el licor producto y las colas se envían a la sección de recuperación de amoníaco.

Las colas obtenidas utilizando este procedimiento -- fueron las utilizadas en nuestro trabajo. (6)

2.2.- Propiedades físico y químicos del Ni; Fe y Co.
Aplicaciones del Ni.

- Propiedades del níquel y cobalto.

- . Masa atómica Ni= 58,69; Co=58,94.
- . Temperatura de fusión Ni= 1452°C ; Co= 1490°C .
- . Temperatura de ebullición Ni = 2900°C ; Co= 3182°C .
- . Densidad Ni = 8,7 - 8,8 g/cm³; Co = 8,8 - 8,9 g/cm³
- . Potencial normal Ni = 0,24 V; Co = -0,27 V.
- . Poseen elevada resistencia, son dúctiles, así como que poseen gran maleabilidad y se pueden hacer láminas

de Ni con grosor de 0,02 mm y alambres con un espesor de 0,01 m.

. En presencia de ácidos sulfurosos y acéticos son -
resistentes incluso a elevadas presiones y temperatu--
ras.

. El NiO se disuelve con facilidad ante estos ácidos
a elevadas presiones y temperaturas, ocurriendo algo -
similar con las soluciones amoniacales.

. El Ni y Co a temperatura ambiente e incluso en una
atmósfera húmeda no se oxida. Su oxidación comienza a
una temperatura de 500°C formando el NiO y Ni₂O₃.

.El Ni₂O₃ es el óxido superior de Ni y se caracteriza
por poca estabilidad química por lo que al aumentar la
temperatura se descompone.

.El Ni tiene gran afinidad hacia el azufre por ello -
al interactuar ambas trae consigo la formación de sul-
furos.

. El NiS a elevadas temperaturas se descompone.

. El Ni metálico al enteractuar con CO forma el car-
bonilo de Ni, que es un compuesto muy volátil, que a -
temperatura mayores de 180°C, se descompone en Ni meta
lico y monóxido de carbono.

. El NiO puede ser reducido por el $C;H_2$ y algunos elementos más electropositivos que él.

Este valioso metal se utiliza en la galvanica, en la industria química; en la construcción de maquinaria en forma de aleaciones, fabricación de utensilios domésticos.

En el mercado el costo del níquel es 5,214 dólares - por kilogramo.

Propiedades del hierro:

. El Fe es el cuarto elemento que más abunda en la corteza terrestre y debido a esta abundancia y a la variedad en sus propiedades han convertido al Fe en el metal de mayor utilización en el mundo.

. Pertenece al grupo VII de la tabla periódica. Posee color blanco plateado, es maleable y viscoso.

. Temperatura de fusión $1539^{\circ}C$.

. Temperatura de ebullición $2300^{\circ}C$.

. Con el carbono forma carburos; donde el contenido máximo de carbono puede alcanzar hasta 6,66%.

. En solución amoniaca precipita formando el $\text{Fe}(\text{OH})$.
(III).

2.3.- Fundamento teórico del método:

La polarografía se fundamenta en el estudio de las -
características corriente - potencial

La interpretación de las curvas corriente-potencial se simplifica cuando se cumplen las dos condiciones siguientes: la caída de corriente en la celda es despreciable (unos pocos milivoltios), el potencial de un -- electrodo es independiente de la intensidad de corriente, este electrodo se denomina no polarizado y el otro electrodo polarizado.

Las celdas utilizadas en análisis polarográficos pueden ser de una gran variedad de diseños. El tipo más simple es un frasco cónico con mercurio en su fondo, - el mercurio está en contacto con un alambre de platino conectado al ánodo.

Existen dos tipos de polarógrafos los de operación - manual y los que registran automáticamente las curvas de corriente-potencial.

El utilizado en nuestro trabajo es un polarógrafo de registro gráfico, donde el movimiento del papel se rea

liza de forma similar al del método de registros fotográficos a través de rodillos, pero en este caso es -- una plumilla acoplada al amperímetro (con un sistema de amortiguamiento, la que corre sobre la carta, dejando trazada la curva polarográfica. (2).

2.3.1.- Curvas polarográficas.

La curva está dividida en tres regiones. En la parte izquierda el potencial es muy bajo, por lo que no ocurre la reducción de las sustancias conocidas presentes. La pequeña corriente que fluye se llama corriente residual y puede explicar como la suma total de las corrientes debidas a la reducción de trazas de impurezas (posiblemente hierro, cobre u oxígeno), y la llamada corriente de carga, que resulta del hecho de que la interfase mercurio-disolución actúa como un capacitor de área continuamente creciente. La corriente residual es pequeña y reproducible. Deben tomarse precauciones para eliminar las impurezas que pueden reducirse.

Al llegar a un potencial entre -0.4 y -0.5 , la corriente crece bruscamente producto de la descarga del ión, la cual ocurre a un potencial definido, conocido como potencial de reducción.

En la parte derecha la corriente provoca un efecto -

de saturación causado por el agotamiento local de los iones reducidos en la vecindad del electrodo goteador de mercurio. Continuamente llegan por difusión más iones reducibles desde el seno de la disolución al electrodo y son reducidos inmediatamente. La velocidad de difusión está determinada únicamente (a temperatura constante) por el gradiente de concentración, esto es, por la diferencia entre la concentración en el seno de la disolución y cero, que es la concentración en la superficie del electrodo, el valor de la corriente límite en la parte derecha de la curva, llamada corriente de difusión, depende directamente de la concentración de las especies reducidas, por supuesto, esta debe de corregirse con la corriente residual.

La curva completa se llama polarograma y el escalón característico correspondiente a la reducción de una especie particular, se llama onda polarográfica. (2).

2.3.2.- Potencial de media onda.

El potencial al cual aparece la inflexión en la curva, depende de la concentración de las sustancias reducibles y de los métodos de medida empleados.

Todas las curvas serán simétricas respecto a un va--

lor promedio de potencial llamado potencial de media - onda, este es una constante independiente de la concentración del ión reducible y del método empleado.

El potencial de media onda es el potencial en el punto medio de la onda polarográfica, solo depende de la naturaleza del ión reducible y es independiente de su concentración. Da una información cualitativa de los iones presentes en la disolución. Por tanto, el análisis cualitativo polarográfico está basado en la determinación de los potenciales de media onda. (2).

2.3.3.- Eliminación de iones y de elementos de interferencia.

La presencia en disolución de grandes concentracio--nes de iones con potenciales de reducción más positi--vos que otros, ocasiona grandes inconvenientes en el - análisis polarográfico. Por ejemplo, en disoluciones de acero, los cuales contienen grandes cantidades de - hierro trivalente ($E_{1/2} = -0.12 \text{ V}$) es casi imposible - determinar otras iones por que las ondas de todos los cationes son insignificantes comparados con las gran--des ondas del hierro. El cobre es igualmente perjudi--cial en los análisis polarográfico de bronce, porque su onda está casi al comienzo de la curva polarográfi--ca. En estos casos los elementos interferentes deben eliminarse químicamente. Una de las formas de lograr

esta eliminación es mediante la utilización de un agente precipitante adecuado. Por ejemplo, cuando se analiza nuestras muestras de cola el Fe presente se elimina con amoníaco. Un elemento interferente puede eliminarse también mediante la formación de un complejo, de esta forma su potencial de reducción será menos positiva. Un tercer método es la reducción del elemento interferente a un estado de valencia menor, en el cual su potencial de reducción es más negativa. Por ejemplo la reducción del hierro a su estado divalente donde su $E_{1/2} = -1.30 \text{ V}$, cuando anteriormente en estado trivalente $E_{1/2} = -0.12 \text{ V}$.

Una interferencia muy común en la determinación polarográfica es el oxígeno, el cual está casi siempre disuelto en el agua y se reduce $E_{1/2} = -0.2 \text{ V}$ (primera onda) y $E_{1/2} = -0.9 \text{ V}$ (segunda onda), la primera causada por la reducción del oxígeno a H_2O_2 y la segunda corresponde a la reducción del oxígeno a H_2O obviamente deben tomarse medidas para la eliminación del oxígeno. En disoluciones alcalinas esto se puede lograr de una forma relativamente fácil, por la adición de sulfito de potasio, que reduce al oxígeno cuantitativamente. En nuestro caso se utilizó el sulfito de sodio. En cualquier circunstancia se puede eliminar el oxígeno, haciéndole pasar a la disolución una corriente de gas no reducido, como el nitrógeno utilizando para ella un tubo estrecho de vidrio como surtido y burbujeando di-

cho gas de 30 a 20 minutos. La corriente de gas debe interrumpirse cuando se van a tomar los datos, debido a las alteraciones provocadas por la agitación.

El mercurio no debe ponerse en contacto con la disolución hasta después de la desoxigenación, ya que puede ser oxidado, esto implica que el capilar no debe introducirse en la celda antes de haber eliminado el oxígeno. (2).

2.3.4.- Electrólito soporte.

El movimiento de los iones en una disolución puede deberse no solo a la difusión, como ya se explicó, sino también al campo eléctrico aplicado, lo que se conoce como migración iónica. Este movimiento adicional de los iones hace difícil establecer relaciones en análisis polarográfico y, por tanto, debe ser minimizado. Para ello es conveniente la adición de iones inertes - extraños a la disolución, los cuales sean reducibles - a potenciales más negativos que el ión o iones que se estén analizando, de modo que no interfieran en el análisis. Los electrólitos empleados para este fin son llamados electrólitos soportes.

Explicaremos con un ejemplo la función del electrólito soporte: supongamos una disolución de ión cadmio - 0.01 Moles en presencia de cloruro de potasio 0.1 M

la corriente es transportada a través de las células - por todos los iones presentes, la fracción transportada por cada uno depende de su concentración relativa - y su número de transporte. En este caso, los iones potasio transportan al cátodo aproximadamente el 90% de la corriente. Si aumentamos la concentración de los iones potasio hasta que presenten un 99% del total de los cationes presentes, la corriente relativa transportada por los otros cationes se reducirá prácticamente a cero. Los iones cloruro transportan la corriente en sentido opuesto.

Como los iones potasio no se descargan en el cátodo hasta que el voltaje aplicado sea bastante grande, un gran número de ellos permanecieran como una nube alrededor del cátodo. Esta nube cargada positivamente restringe el gradiente de potencial a una región muy cercana a la superficie del electrodo, por lo que no habrá una atracción electrostática grande para atraer -- del seno de la disolución a otros iones reducibles. - Con un exceso apropiado de electrólito soporte (en este caso KCL), se elimina la corriente de migración.

Los electrólitos soportes más comúnmente utilizados en polarografía son compuestos de iones monovalentes - como KCL, Na_2SO_4 , HCL, NaOH, etc.

En la determinación de metales alcalinos cuyos potenciales de reducción son altamente negativos, se utiliza como electrólito soporte una disolución de hidróxido de tetrametilamonio ($N^+(CH_3)_4OH$), o sus haluros, -- que tienen potenciales de reducción más negativos aún que los metales alcalinos.

Varios compuestos orgánicos formadores de complejos son también utilizados como disoluciones soportes, en la determinación de oro se utiliza como soporte una disolución de tartrato de etilendiamina, en la cual el oro se reduce a menos 0.02 V, el cobre a -0.25 V y el bismuto a menos 0.2 V.

Frecuentemente el electrólito soporte es además una mezcla buffer para el control del PH. (2).

2.3.5.- Máximos polarográficos.

Otro hecho importante en polarografía, es la formación de máximos en las curvas polarográficas. En algunos casos, se obtiene una curva con un máximo en lugar de la curva escalonada normal, debido a que dentro de cierto intervalo de voltaje hay aumentos de corriente que excede considerablemente la corriente de difusión. Con un nuevo aumento del potencial la corriente disminuye más o menos bruscamente, alcanzando algunas veces la corriente de difusión límite, sin embargo, muy fre-

cuentemente el retorno de la corriente máxima a la corriente de difusión es gradual, y entonces la determinación de la altura de la onda polarográfica se hace difícil. Esto hace casi imposible el análisis polarográfico cuantitativo.

La mejor explicación de los máximos se deriva de la teoría de Frunkin. De acuerdo con esta teoría, los máximos se forman debido al movimiento de la superficie de la gota de mercurio, el cual causa una agitación -- adicional de la disolución. Este movimiento intensifica el transporte de la sustancia reducible al cátodo, aumentando así la corriente de difusión.

El movimiento de la gota de mercurio debido a una polarización no uniforme causa un máximo de primera clase. Tales máximos aparecen en ausencia de sustancias tensoactivas a bajas concentraciones del electrólito -- soporte y son puntiagudos.

Los máximos de primera clase se observan generalmente dentro de un rango estrecho de potenciales, pero -- también ocurre movimiento dentro de la gota de mercurio, causado por el flujo del mercurio dentro del capilar. Como en el caso anterior, esto provoca una agitación de la disolución y la aparición de un máximo en la curva corriente-potencial. Tales máximos ocurren -- en disoluciones concentradas cuando se trabaja con ca-

pilares de goteo rápido, son de forma aplanada y pueden aparecer a cualquier potencial, se conocen como máximos de segunda clase.

Los máximos en las curvas son, generalmente, perjudiciales para las investigaciones polarográficas y deberán eliminarse, sin embargo, hay métodos de análisis polarográficos que sacan provecho de estos máximos.

Los máximos de primera y segunda clase pueden eliminarse mediante la visión de sustancias para retardar el movimiento de la superficie de mercurio. Las sustancias utilizadas para este fin son: La gelatina, el agar-agar, los colorantes orgánicos, etc. Sin embargo en la eliminación de los máximos de segunda clase la adición de sustancias tensoactivas puede provocar falsas ondas en las curvas de corriente-potencial, complicando la interpretación del polarograma.

Con electrodos sólidos estacionarios se observan máximos de tercera y cuarta clase. Un máximo de tercera clase está relacionado con la velocidad de variación del potencial aplicado sobre el electrodo y aparece cuando esta es alta. Los máximos de cuarta clase están relacionados con la deposición o absorción de la sustancia reducida sobre el electrodo. La forma de estos máximos es similar a la de los máximos de segunda clase, pero con la diferencia de que no pueden ser eli

minados por agentes tensoactivos.

En el trabajo práctico, es importante tener en cuenta:

- Los máximos se pueden eliminar con sustancias tensoactivas.

- Pueden utilizarse para la determinación de sustan--cias tensoactivas.

- Grandes concentraciones de sustancias tensoactivas y en particular de gelatina, pueden dar como resultado una disminución de la corriente de difusión e incluso anularla.

- Los máximos de segunda clase se eliminan a veces - con ayuda de sustancias tensoactivas, pero esto no --- siempre es así, ya que la adición de tales sustancias en este caso pueden dar lugar a la aparición de ondas polarográficas complejas. (2).

2.4.- Metodología de investigación.

Para realizar una determinación polarográfica para - comenzar lo primero que hay que hacer es la selección del electrólito soporte para que él transporte las par-tículas a la superficie del electrodo por difusión. - Para el níquel estará compuesta por NH_4Cl y NH_4OH , ya que las partículas más pequeñas no migran uniformemen-te para que se cree la doble capa. Se registra el po-larograma del electrolito soporte, la meseta indica la

descarga del elemento sobre la doble capa, en el caso del níquel se descargará el ión amonio, al registrar el polarograma se comprueba que no hay ningún tipo de alteración.

A continuación se prepara una solución patrón de los elementos que se estimen estén presentes en la muestra real objeto de análisis. Una vez preparada las soluciones patrón se toman pequeños volúmenes de ella de acuerdo a la metodología y se preparan las soluciones etalón, se hacen los polarogramas correspondientes y se hace con ellos una curva de calibración de altura de onda polarográfica contra concentración, luego se van realizando las mezclas de cada elemento con el níquel y se hace la curva de calibración de cada uno de ellos a partir de los polarogramas trazados, la mezcla se realiza hasta obtener una solución con composición semejante a la muestra real a analizar. A continuación se prepara la mezcla real (cola). (1)

El modo de preparación de las soluciones patrón, etalón y de la muestra real se explica a continuación en epígrafes independientes.

2.4.1.- Soluciones tipos (patrón) Cu, Cd, Ni y Co.

Las soluciones de metales que se analizan como regla general deben ser suscloruros, ya que para polarografía

se hace en gran medida un soporte de cloruros o ácido clorhídrico. La presencia en la solución a analizar - de aniones de otros ácidos, en particular de ácido nítrico puede ejercer una influencia negativa en los resultados. Los cloruros de los metales que frecuentemente contienen humedad cristalizada o higroscópica y algunas veces otros residuos, no se recomiendan en calidad de sustancia inicial para la preparación de soluciones tipos (patrón).

Las soluciones patrón de cloruros de metales con contenido conocido es mejor prepararlos con un peso exacto al metal de marca superior.

El Co, Cd, Ni y Cu no se disuelven en ácido clorhídrico, para obtener los cloruros de estos metales, se disuelven en ácido nítrico y la solución obtenida se vaporiza varias veces con ácido clorhídrico, para la eliminación del ácido nítrico.

Se pesa un gramo del metal de marca superior en forma de polvo, se introduce en un erlenmeyer de capacidad de 250 mililitros y se disuelve con temperatura en 20 - 25 mililitros de ácido nítrico 1:1, la solución se vaporiza hasta obtener un pequeño residuo (2 - 3 mililitros) se le añaden 15 mililitros de ácido clorhídrico de peso específico 1.10 g/cm^3 y nuevamente se vaporiza hasta obtener un pequeño residuo. Esta vapori-

zación se repite dos veces más con 5 mililitros de ácido clorhídrico. Después de enfriado se añaden 50 mililitros de solución al 5% (por volumen) de ácido clorhídrico y se traslada la solución a un volumétrico de 1 litro y se añade ácido clorhídrico de la misma concentración hasta la medida (enrase) y se mezcla cuidadosamente. Un mililitro de solución contiene un miligramo del metal.

2.4.2.- Preparación de las soluciones etalón.

Las soluciones etalón deben de contener aproximadamente la misma cantidad del metal a investigar, como la solución a analizar para que ambas soluciones puedan ser polarografiadas con la misma sensibilidad del galvanómetro. Por esto es necesario preparar una serie de soluciones etalón con diferentes concentraciones del metal definido desde 5 miligramo/litro para el análisis de muestras que contienen fracciones de porcentaje del metal definido, hasta 200 miligramo/litro para muestras que contengan hasta 5% de este. Con esto las primeras soluciones se diferencian entre sí en 5 miligramos/litro y las siguientes soluciones a medida que aumenta la concentración del metal definido en 15-20 miligramo sobre litro.

Además, de la solución tipo del metal definido las soluciones etalón deben de contener los mismo electró-

lito soporte de igual concentración con la solución a investigar.

Las soluciones etalón de Cu, Zn, Ni y Co. Estos se preparan en soportes de soluciones amoniacaes, cloruros o sulfatos de amonio.

En un volumétrico de capacidad de 500 mililitros se introducen las cantidades señaladas arriba de las soluciones tipos del correspondiente metal (es necesario utilizar una microbureta si la cantidad de disolución no es mayor de 5 mililitro), después se añaden 110 mililitro de agua, 50 mililitros de solución de amoníaco de peso específico 0.91 g/cm^3 (concentrado) y se añaden 50 gramos de cloruro o sulfato de amonio, se agita hasta la disolución de la sal, se añade agua hasta la medida y se agita nuevamente.

Para 100 mililitros, las soluciones estarían compuestas por:

- 1.- 0,5 mililitros de solución patrón.
- 2.- 1 mililitro de solución patrón.
- 3.- 1,5 mililitro de solución patrón.
- 4.- 3,0 mililitro de solución patrón.
- 5.- 4,5 mililitro de solución patrón.
- 6.- 6,0 mililitro de solución patrón.
- 7.- 8,0 mililitro de solución patrón.

A cada uno de ellas se le adiciona 20 mililitros de agua destilada, 10 mililitros de amoniaco concentrado y 10 gramos de cloruro de amonio.

2.4.3.- Preparación de las colas para el análisis.

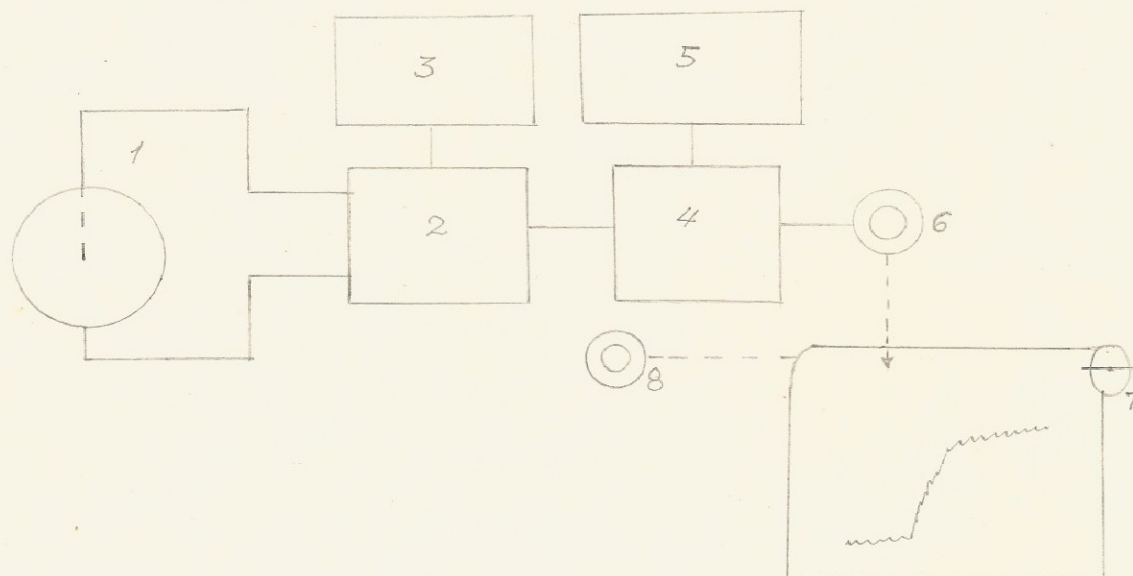
El método es aplicado con pequeñas concentraciones, ya que los potenciales de media onda de ambos metales en estos soportes están muy cerca (1.14 V y 1.32 V) -- respectivamente para el níquel y el cobalto.

Se pesan 0.5 gramos de colas, se descomponen con ácidos y un exceso de un fluoruro de metales alcalinos en este caso (fluoruro de sodio), 0.5 gramos, después de añadir 10 mililitros de ácido clorhídrico de peso específico 1.19 gramos sobre centímetro cúbico, se vaporiza el ácido hasta dejar un residuo, se le añade de 2-3 mililitros de ácido nítrico concentrado (esta operación se repite tres veces), luego se le añade 10 mililitro de ácido sulfúrico diluido 1:1 y se evapora hasta la liberación de vapores del anhídrido sulfuroso. La disolución se deja enfriar, se le añaden de 20-25 mililitros de agua destilada, se calienta hasta la disolución de los sulfatos, nuevamente se enfria y se introduce en un volumétrico de 100 mililitros. Luego la disolución se neutraliza con amoniaco concentrado (25%) y se añaden 10 mililitros en exceso, se añade agua hasta la medida y se agita. (1)

2.5.- Descripción del equipo:

El funcionamiento del instrumento puede ser observado a través del esquema de bloques de la descripción de la conexión de compensación destinada al análisis de sistemas de alta resistencia.

La célula polarográfica (1) se conecta al circuito de la entrada (2). Este último incluye las cadenas divisoras que permiten el ajuste del principio y del alcance de las tensiones polarográficas.



La tensión de alimentación de dichas cadenas las suministra el estabilizador transistorizado (3), el circuito de entrada abarca, además, la resistencia de medición de alta precisión aplicadas para la medición de la intensidad de corriente y para la regulación de la sensibilidad, los circuitos de compensación de la corriente de difusión y de la del condensador, así como los circuitos de derivación con atenuación y el circuito in

corporados de calibración.

La señal, adecuadamente compensada y atenuada, del - circuito de entrada llega al amplificador del registra- dor potenciométrico (4). A la salida del amplificador se halla acoplado el motor eléctrico (6), que acciona la pluma registradora del aparato de registro (7).

El papel de registro es accionado por el motor (3).- La tensión de alimentación del amplificador del regis- trador potenciométrico (4), así como del amplificador (10) de corriente continua, es obtenida desde el esta- bilizador de alta tensión, (5).

El equipo está constituido por (ver anexos).

- 1.- Panel frontal abatible.
- 2.- Cuchilla cortapapel.
- 3.- Hoja cortadora de la cuchilla cortapapel.
- 4.- Barra de guía con la cuchilla cortapapel.
- 5.- Cerrojo para soltar el panel frontal.
- 6.- Collar estriado.
- 7.- Cilindro dentado de avance del papel
- 8.- Escala.
- 9.- Pluma registradora.
- 10.- Fusibles.
- 11.- Elevador de pluma.
- 12.- Cambio de velocidad.
- 13.- Interruptor del motor.

- 14.- Botón del acoplamiento desembragable del accionamiento del potenciómetro.
- 15.- Ventanilla de lectura de la resistencia del potenciómetro.
- 16.- Botón de manejo del potenciómetro.
- 17.- Regulador de la compensación de la corriente del condensador.
- 18.- Conmutador de atenuación.
- 19.- Regulador del potencial inicial.
- 20.- Conmutador de ajuste del alcance de tensión.
- 21.- Conmutador del modo de servicio.
- 22.- Puesta a cero.
- 23.- Interruptor de la red.
- 24.- Enchufe del electrodo golpeador de mercurio.
- 25.- Enchufe del electrodo de referencia.
- 26.- Enchufe del tercer electrodo utilizado para la compensación de la caída de potencial.
- 27.- Conmutador para el ajuste del orden de magnitud de la sensibilidad.
- 28.- Enchufe común de la medición de tensión y corriente.
- 29.- Enchufe para medición de tensión.
- 30.- Enchufe para medición de corriente.
- 31.- Conmutador de ajuste de la sensibilidad del orden de magnitud.
- 32.- Regulador fino de la compensación de la corriente de difusión.
- 33.- Conmutador escalonado de la compensación de la

corriente de difusión.

En la placa trasera se encuentran los siguientes elementos de manejo.

34.- Terminal para la conexión a la red.

35.- Regulador de puesta a cero del amplificador de corriente continua (P11).

36.- Regulador de tensión del estabilizador transistorizado, (P13). (3)

2.5.1.- Puesta en funcionamiento del polarógrafo.

El polarógrafo, tipo OH-102, funciona con alimentación desde una red de corriente alterna. La placa (1) que sirve de apoyo al panel de registro puede ser inclinada oblicuamente hacia adelante, después de haber soltado el cerrojo (5). Debajo de ella se encuentran los fusibles y el selector de tensión. Se ajusta este último según las indicaciones, con arreglo a la tensión disponible.

En esta posición del panel frontal del registrador se puede colocar o cambiar el papel. En los dos extremos del cilindro de papel se insertan los bloques metálicos provistos de espigas y con ayuda de estos se coloca el papel sobre los caballetes de soporte, de modo que el lado impreso del papel que se desarrolla se dirija hacia el interior del aparato. Hacer pasar la banda de papel bajo las varillas tensoras y conducir--

la sobre el cilindro dentado de avance (7). Una vez --
colocado en el cilindro, el papel pasa por el panel --
frontal debajo de la barra de guía (4), equipada con --
la cuchilla de corte de papel. A continuación, se re-
pliega la placa al plano del panel frontal, haciendo --
que el cerrojo (5) deja dar un chasquido.

Se conecta el aparato con ayuda del cable de cone---
xión a la red. Desde el punto de vista del funciona--
miento impecable, la puesta a tierra no constituye una
premisa indispensable. Sin embargo, para fines de se-
guridad y en lugares de alta fuerza de campo, de efec-
to perturbador, se procede a la puesta a tierra del apa-
rato por medio del borne roscado dispuesto en el fondo
de la caja.

Poner el instrumento en circuito, conectando el inte-
rruptor de la red (23). Al cabo de un tiempo de calen-
tamiento de unos 5-a 10 minutos, el instrumento está --
listo para el servicio. Alcanza su estado completamen-
te estable después de un calentamiento de aproximada--
mente media hora. (3).

Parámetros de trabajo del polarógrafo:

- Selector: Normal.
- Sensitivity: $3 \cdot 10^{-7}$ A/div.
- Starting voltage: -0.5 V.

- Voltage Range: 2 V.
- Damping: 4
- Compensation of Diffusion Current: 0.
- Compensation of condenser current: 0.
- Potentiometer drive: OFF.
- Tiempo de recorrido: 8 minutos.
- Accionamiento del papel: Forward.

2.5.2.- Campos de aplicación de polarografía.

Industria Química Inorgánica.

- Análisis de diferentes productos, materias primas y de su grado de contaminación.
- Análisis de minerales.
- Análisis de metales y aleaciones.
- Determinación de la composición y de las contaminaciones de los baños galvánicos.
- Análisis de agua, etc.

Industria Química Orgánica.

- Análisis de diferentes productos, materias primas y de sus contaminaciones.
- Determinación de diferentes isómeros simultáneamente presentes.

Industria de la alimentación.

- Determinación de huellas de plomo y otros metales ligeros en los víveres.

- Determinación de vitamina C en frutas en conservas.
- Determinación de aldehidos en el alcohol.
- Determinación de yoduro en la sal común, etc.

Industria Textil:

- Análisis de materiales de actividad superficial, - mediante la supresión de los máximos.
- Análisis de colorantes, etc.

Industria farmacéutica, bioquímico:

- Determinación de vitaminas (A, B, C, E, K, etc).
- Determinación de alcaloides (morfina, codeína, piperina, etc).

Ciencia médica:

- Determinación de compuestos de benceno y nítricos en sangre, orina, aliento, etc.
- Diagnóstico del cáncer por medio de la reacción de suero Brdicka.
- Diagnóstico de la hepatitis viral.
- Análisis de fracciones de proteína separados por - cromatografía de papel, etc. (4).

2.6.- Planificación de los experimentos:

I.- Se toma como base para los experimentos el níquel, se divide el porciento de níquel entre el porciento de cada elemento, de esta forma hallamos la proporción de adición de los elementos respecto al níquel.

$$\text{Ni/Co} = 0.1915.$$

$$\text{Ni/Cu} = 0.0383.$$

II.- Se comienzan los experimentos preparando las soluciones patrón, a partir de ellas tomamos los volu-
menes previamente determinados y preparamos las solucio-
nes etalón, a las cuales se les realiza los polarogramas
correspondiente a cada muestra y las curvas de calibra-
ción.

III.- Se mezclan cada elemento con el níquel y se ha-
ce la curva la calibración.

1.- Ni + Co

0.5 mL patrón de Ni+0.1015 mL patrón de Co.

1	"	"	"	"	+0.1915	"	"	"	"
1.5	"	"	"	"	+0.2873	"	"	"	"
3.0	"	"	"	"	+0.5745	"	"	"	"
4.5	"	"	"	"	+0.8618	"	"	"	"
6.0	"	"	"	"	+1.1490	"	"	"	"
8.0	"	"	"	"	+1.5320	"	"	"	"

Además, se adiciona 20 mililitros de agua destilada
10 mililitro de amoniaco concentrado y 20 gramos de --

cloruro de amonio.

2 Ni+Cu

3 mL patrón de Ni+0.1 mL patrón Cu

4.5	"	"	"	"	+0.2	"	"	"
6.0	"	"	"	"	+0.2	"	"	"
8.0	"	"	"	"	+0.3	"	"	"
10.0	"	"	"	"	+0.4	"	"	"
12.0	"	"	"	"	+0.5	"	"	"
14.0	"	"	"	"	+0.6	"	"	"

IV.- Se realiza la mezcla de dos elementos con el níquel y sus respectivas curvas de calibración.

1.- Ni+Co+Cu

3 mL patrón de Ni+0.1 mL de cobre + 0.5745 mL Co.

4.5	"	"	"	"	+0.2	"	"	"	+ 0.8619	"	"
6.0	"	"	"	"	+0.2	"	"	"	+ 1.1490	"	"
8.0	"	"	"	"	+0.3	"	"	"	+ 1.5320	"	"
10.0	"	"	"	"	+0.4	"	"	"	+ 1.9150	"	"
12.0	"	"	"	"	+0.5	"	"	"	+ 2.2980	"	"
14.0	"	"	"	"	+0.6	"	"	"	+ 2.6810	"	"

Se adiciona 10 mililitro de amoniaco concentrado, 10 gramos de cloruro de amonio y 20 mililitro de agua destilada, igual para el experimento anterior.

Los experimentos fueron realizados en el siguiente orden:

- 1.- Patrón Ni.
- 2.- Patrón Co.
- 3.- Patrón Cu.
- 4.- Patrón Zn.
- 5.- Mezcla Ni+Co.
- 6.- Mezcla Ni+Cu.
- 7.- Mezcla Ni+Co+Cu.
- 8.- Mezcla Ni+Co+Cu con gelatina.
- 9.- Muestra de colas.

Los experimentos 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, y 8 fueron realizados con 3 repeticiones de la onda polarográfica y siete muestras con diferente concentración cada uno, -- mientras que el 9 con cinco repeticiones para lograr -- una mayor exactitud en la experimentación.

Los resultados del análisis polarográfico se calculan por la fórmula:

$$\%(sust a analizar) = \frac{O. C. B}{B_1.m.1000.1000} \cdot 100 \quad (1)$$

Donde: O - Volumen inicial de la solución analizada (mL).

C - Concentración de la sustancia que se analiza en la solución etalón, (mg/L).

B - Altura de la onda obtenida con el análisis polarográfico de la solución analizada (mm).

B₁ -Altura de la onda con el análisis polarográfico de la solución etalón (mm)

m - masa de la muestra (g).

La fórmula anterior se puede simplificar considera--
blemente si se tiene en cuenta:

- 1.- Para la serie dada de trabajo se calcula el coofi
ciente de ajuste de la altura de la onda a la con
centración de la sustancia investigada, es decir;

$$\frac{C}{B_1} = K$$

- 2.- Disolviendo la muestra analizada todas las veces
en el mismo volumen (volumen inicial), por ejem
plo hasta 100 mL.

$$\frac{100}{1000} = 0,10$$

La fórmula de cálculo toma la siguiente forma:

$$\begin{aligned} \% \text{ (sust. a analizar)} &= \frac{K.B}{m.1000} \cdot 100 \\ &= \frac{K.B}{m.10} \end{aligned}$$

- RESULTADOS -

Muestra 1.

$$\%(\text{sust. analizada}) = \frac{K.B}{m.10}$$

$$\% \text{ Ni} = \frac{0,074.21,3}{0,5.10}$$

$$\% \text{ Ni} = 0,316\%$$

Muestra 2.

$$\% \text{ Ni} = \frac{K.B}{m.10}$$

$$\% \text{ Ni} = \frac{0,074.21,5}{0,5.10}$$

$$\% \text{ Ni} = 0,318\%$$

Muestra 3.

$$\% \text{ Ni} = \frac{0,074.19,6}{0,5.10}$$

$$\% \text{ Ni} = 0,290\%$$

Muestra 4.

$$\% \text{ Ni} = \frac{0,074.20,8}{0,5.10}$$

$$\% \text{ Ni} = 0,308\%$$

Muestra 5.

$$\% \text{ Ni} = \frac{0,074.21,3}{0,5.10}$$

$$\% \text{ Ni} = 0,314\%$$

Muestra 6.

$$\% \text{ Ni} = \frac{0,074 \cdot 19,8}{0,5 \cdot 10}$$

$$\% \text{ Ni} = 0,294\%$$

Muestra 7.

$$\% \text{ Ni} = \frac{0,074 \cdot 24,1}{0,5 \cdot 10}$$

$$\% \text{ Ni} = 0,350\%$$

El análisis de varianza para ambos se realizó utilizando el criterio de Fisher.

Para el método polarográfico.

$$\bar{C} = \frac{\sum C_i}{N} \quad N = 7$$

$$\bar{C} = \frac{2,19}{7}$$

$$\bar{C} = 0,313\%$$

$$S = \sqrt{\frac{\sum (C_i - \bar{C})^2}{N-1}}$$

$$S = 0,021\%$$

Para el método espectofotométrico.

$$\bar{C} = \frac{\sum C_i}{N}$$

$$\bar{C} = \frac{1,986}{7}$$

$$\bar{C} = 0,284\%$$

$$S = \sqrt{\frac{\sum (C_i - \bar{C})^2}{N-1}}$$

$$S = 0,022\%$$

$$F = S_1^2 / S_2^2$$

$$F = \frac{(0.022)^2}{(0.021)^2}$$

$$F = 1.097$$

$$f_1 = N_1 - 1 \quad f_2 = N_2 - 1$$

$$f_1 = 7 - 1 \quad f_2 = 7 - 1$$

$$f_1 = 6 \quad f_2 = 6$$

F calculado F tabla

1.097

4.3

2.7.- Análisis de los resultados.

Las curvas de calibración para cada elemento puro - con los que hemos tenido que trabajar se obtuvieron de acuerdo a lo establecido por la literatura (una línea recta que muestra la dependencia de la altura promedio (mm) contra concentración en (mg/L)), en algunos casos aparecen puntos fuera de la línea, los cuales no se - tuvieron en cuenta, la línea se trazó de forma que es- ta tocara el mayor número de puntos posibles (ver grá- ficos 1, 2, 3, y 4).

Debemos plantear que cuando se fue a preparar la so- lución etalón de hierro, al adicionar la solución pa- trón en solución amoniacal, para el cual está designa- do el método, se forma un precipitado floculento de hi- dróxido de hierro (III) que no ha influido en los re- sultados obtenidos. En los experimentos 5 y 7, cuando mezclamos níquel + cobalto y níquel + cobalto + cobre

al realizar el polarograma en él no se observa la onda polarográfica correspondiente al cobalto, en su lugar se observa la aparición de un máximo, con el objetivo de disminuir este se adicionó 3 mL de gelatina 0,01%, lo cual provocó la deformación de la onda.

Las ondas obtenidas del níquel en el experimento 6 - concuerda con los obtenidos con el níquel puro, pero - debemos tener en cuenta que en este caso se aumentó la concentración de níquel con el objetivo de obtener la onda correspondiente al cobre.

En los análisis realizados a las colas cuyos resultados aparecen en tabla realizados dichos análisis espectofotométrico y por método polarográfico donde:

Para las muestras 1,4 y 6 podemos observar poca diferencia, la cual puede ser despreciable.

Para las muestras 3, 5 y 7 también se obtuvieron resultados con poca diferencia.,

2.8.- Protección e Higiene del Trabajo.

El trabajo fue realizado en el laboratorio de análisis químicos.

Antes de comenzar los experimentos es necesario leer las siguientes instrucciones sobre la técnica de segu-

ridad en el trabajo de laboratorio (7).

Reglas generales:

- El trabajo normal en el laboratorio depende de la correcta organización del puesto de trabajo y el cumplimiento de las normas de seguridad.

- Durante la realización de los trabajos de laboratorio deben encontrarse no menos de dos personas y es obligatorio la utilización de medios individuales de protección en las operaciones realizadas con riesgos de quemadura o envenenamiento.

- Durante el trabajo con reactivo líquido es necesario tomar las medidas que eviten las salpicaduras, el vertimiento o derrame de los mismos en el piso, en esta instalación, sobre la ropa o la piel, todos los reactivos secos es necesario tomarlos con cucharas especiales (espátulas).

- En el laboratorio se hace necesario la utilización de batas para evitar daños en la piel y la ropa.

- En el trabajo se utilizó el mercurio que es muy dañino para la salud del hombre y con él es necesario tener extremo cuidado, no puede botarse, ni trabajar con él si se tiene una mano herida, es necesario lavarlo.

- Con el amoniaco que se utiliza es necesario ser cuidadoso ya que es muy tóxico, así como los ácidos

utilizados.

- El mercurio no debe quedarse seco, es necesario ope
rarlo con guantes.

- El equipo necesita una corriente constante para evi
tar que exista variaciones en los resultados.

C O N C L U S I O N E S

III.-

- CONCLUSIONES -

- 1.- Con este método se abre una nueva vía para la de terminación de níquel en solución amoniaca a -- partir de las colas, de forma rápida, precisa y confiable.
- 2.- Con la adición de gelatina, se logra la disminución de los máximos, pero trae consigo la deformación de las ondas polarográficas (dando por re sultado una onda falsa).
- 3.- Al comparar los valores de Fisher calculado con el valor crítico, en función de los grados de libertad de las varianzas calculadas se puede -- asumir que la diferencia entre ambas series experimentales del espectrofotómetro y del polarógrafo respectivamente generan la misma reproducibilidad.
- 4.- Es válido destacar que existe una pequeña dife-- rencia entre ambas series experimentales que se observan al comparar las medias de sus valores, esto debe estar relacionado con los métodos de -- determinación.

R E C O M E N D A C I O N E S

IV.-

- RECOMENDACIONES -

- 1.- Continuar el estudio de la determinación polarográfica del níquel utilizando otras soluciones - soportes.
- 2.- Extender el estudio a la determinación de otros elementos en presencia de níquel.
- 3.- Estudiar la influencia de diversos factores en - la determinación polarográfica.
- 4.- Para otros estudios sobre este tema estudiar la influencia de la formación de precipitados en - el proceso de reducción de los elementos.

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

- BIBLIOGRAFIA -

- 1.- S. Yu. Faimberg, N. A. Fili. "Análisis de Metales no Ferrosos". Moscú, 1964.
- 2.- A. Cabrera Facenda, M.A. Couse Sánchez, G. Lines Cabrera. "Análisis Instrumental, Métodos electrométricos". Tomo II. 1982.
- 3.- Damokos, Giró, Juhaz Legendi. "Manual del Polarógrafo tipo OH-102".
- 4.- Paul Delahay. "Análisis Instrumental". La Habana, 1970.
- 5.- Aslafieva. "Exactitud y precisión de la determinación polarográfica del Cu y Ni en los minera--les". Moscú, 1970.
- 6.- Adolfo Ponjuan Danto, Juan Rodríguez Reinoso. -- "Los procesos metalúrgicos utilizados en las industrias del níquel en Cuba". La Habana, 1983.
- 7.- Metodica reglamentaria para el trabajo de laboratorio. Donetsk. 1982.

TRABAJO
DE
DIPLOMA

Instituto Superior Minero Metalúrgico
Facultad Metalurgia Electromecánica

HOJA
NO. 46

- TABLAS Y GRAFICOS -

Tabla No 1

Datos correspondientes a la onda polarográfica
de las soluciones Etalon de Niquel

Muestra No	Altura promedio, mm	IP, de media onda 1/2 Volts	Concentración C(Ni), mg/L
1	7.83	1.1093	5
2	17.00	1.1067	10
3	28.14	1.1225	15
4	39.03	1.1150	30
5	63.00	1.1150	45
6	81.50	1.1133	60
7	103.70	1.0958	80

Tabla No 2

Datos correspondientes a la onda polarográfica
de las soluciones Etalon de Cobalto

Muestra No	Altura promedio, mm	IP. de media onda Vp 1/2 Volts	Concentración C(Co), mg/L
1	6.50	1.3550	5
2	7.00	1.3450	10
3	11.25	1.2025	15
4	44.67	1.2417	30
5	61.67	1.2475	45
6	81.00	1.2700	60
7	127.50	1.2733	80

Tabla No 3

Datos correspondientes a la onda polarográfica
de las soluciones Etalon de Cobre

Muestra No	Altura promedio, mm	P. de media onda Vp 1/2 Volts	Concentración C(Cu), mg/L
1	0.50	0.5600	5
2	12.60	0.5467	10
3	14.60	0.5475	15
4	19.20	0.5683	30
5	25.50	0.5675	45
6	34.50	0.5592	60
7	41.60	0.5703	80

Tabla No 4

Datos correspondientes a la onda polarográfica
de las soluciones Etalon de Zinc

Muestra No	Altura Promedio, mm	Ip. de media onda Vp 1/2 Volts	Concentración C(Zn), mg/L
1	6.50	1.3300	5
2	11.30	1.3333	10
3	20.16	1.3450	15
4	36.00	1.3533	30
5	51.03	1.3350	45
6	70.83	1.3350	60
7	96.33	1.3217	80

Tabla No 5

Datos correspondientes a la onda polarográfica
de la mezcla de Ni : Co

Muestra	Altura promedio del Niquel . mm	P. de media onda promedio de Ni VpNi. (Volts)	Conc. de Niquel (mg/L)	Conc. de Cobalto (mg/L)
No				
1	0.50	1.1400	5	1.0
2	15.30	1.1383	10	2.0
3	29.10	1.1416	15	3.0
4	40.10	1.1080	30	6.0
5	68.00	1.0900	45	0.7
6	95.10	1.1083	60	11.5
7	133.30	1.1350	80	15.0

Tabla No 6

Datos correspondientes a la onda polarográfica
de la mezcla de Ni : Cu

Muestra	Altura de Ni .mm	Potencial de media onda Ni (V 1/2 Volts)	Conc. de Ni (mg/L)	Altura de Cu .mm	Potencial de media onda Cu (V 1/2 Volts)	Conc. de Cu (mg/L)
1	44.90	1.1100	30	4.00	0.5275	1
2	64.10	1.1092	45	6.00	0.5250	2
3	80.30	1.1033	60	6.00	0.5225	2
4	102.03	1.1017	80	5.80	0.5217	3
5	133.50	1.1017	100	6.60	0.5000	4
6	160.20	1.0468	120	7.50	0.5367	5
7	194.00	1.0950	140	8.00	0.5350	6

Tabla No 7

Datos correspondientes a la onda polarográfica
de la mezcla de Ni : Co : Cu

Muestra	Altura promedio de de Ni. mm	Potencial de media onda promedio Ni V 1/2 Volts	Conc. de Ni C (Ni) (mg/L)	Conc. de Co C (Co) (mg/L)	Conc. de Cu C (Cu) (mg/L)
1	54.60	1.1171	30	6.00	1
2	77.50	1.1033	45	9.00	2
3	90.30	1.1166	60	11.50	3
4	120.60	1.1000	80	15.00	4
5	157.00	1.0950	100	19.00	5
6	183.50	1.0925	120	23.00	6
7		1.0850	140	27.00	

Tabla No 8

Datos correspondientes a la onda polarográfica
de la mezcla de Ni + Co + Cu con adición de
30 ml de Gelatina 0.01 %

Muestra	Altura promedio de Ni. mm	Potencial de media onda promedio V 1/2 volts	Conc. de Ni C (Ni) (mg/L)	Conc. de Co C (Co) (mg/L)	Conc. de Cu C (Cu) (mg/L)
1	39.80	1.0750	30	4.00	1
2	50.00	1.0925	45	9.00	2
3	60.10	1.0708	60	11.50	3
4	76.10	1.0683	80	15.00	4
5	93.00	1.0750	100	19.00	5
6	105.30	1.0933	120	23.00	6
7	120.20	1.1025	140	27.00	7

Tabla No 9

Resultados comparativos entre los métodos
polarográfico y espectrofotométrico

Muestra No	Método Polarográfico Concentración de Ni. %	Método Espectrof. Concentración de Ni. %
1	0.320	0.300
2	0.320	0.272
3	0.290	0.252
4	0.310	0.290
5	0.310	0.272
6	0.290	0.280
7	0.350	0.320
media	0.313	0.284

h_p
(mm)

130

110

90

70

50

30

10

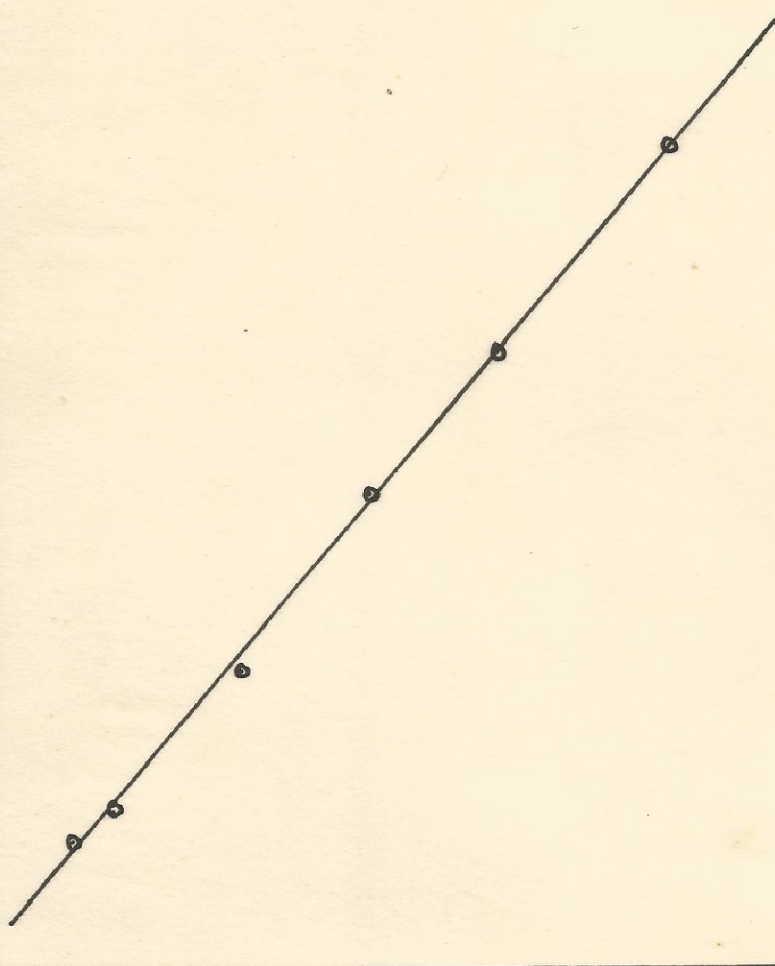
20

40

60

80

$C_{Ni^{2+}}$ (mg/L)



hp
(mm)

130

110

90

70

50

30

10

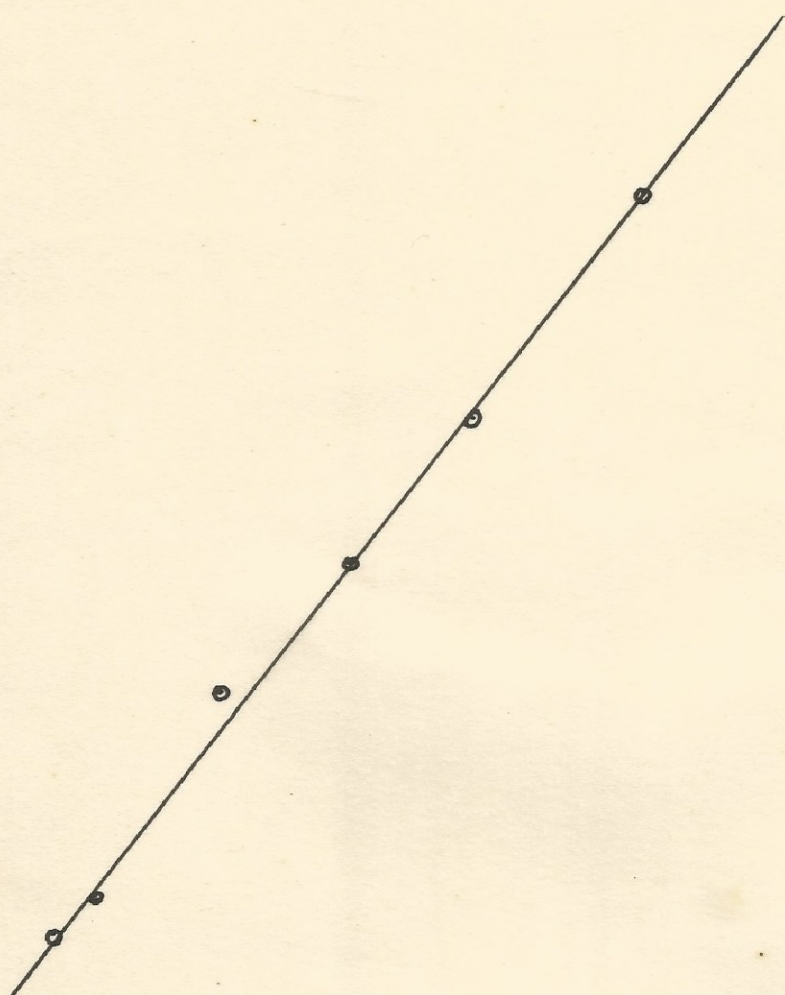
20

40

60

80

CO^{+2} (mg/L)



h_p
(mm)

130

110

90

70

50

30

10

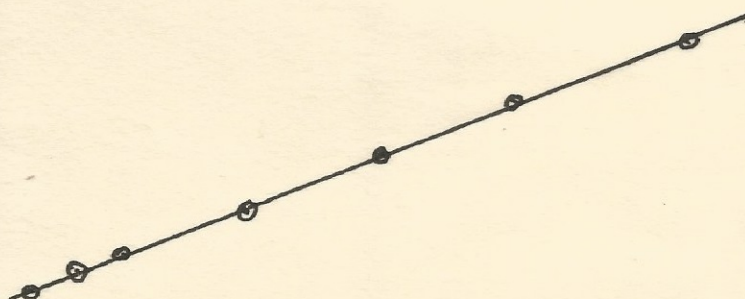
20

40

60

80

$C_{Cu^{2+}}$ (mg/L)



h_p
(mm)

130

110

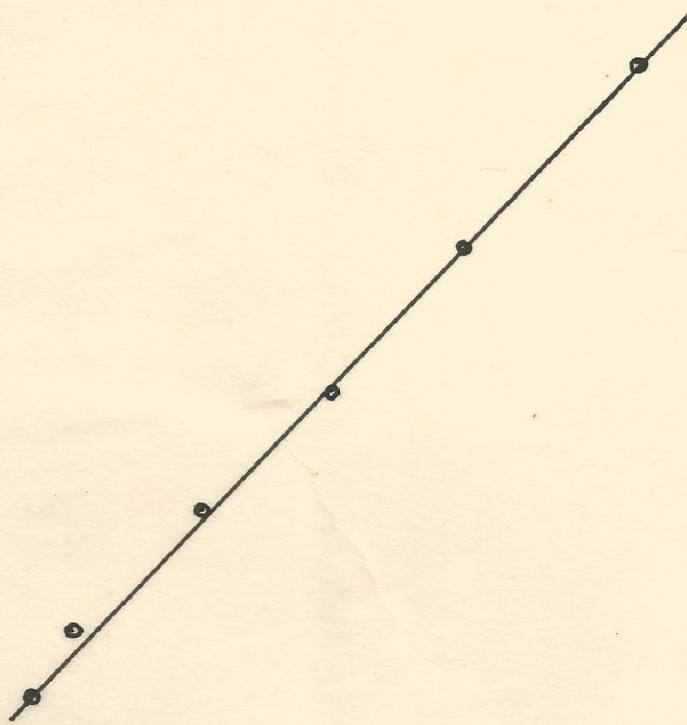
90

70

50

30

10



20

40

60

80

$C_{Zn^{2+}}$ (mg/L)

h_p
(mm)

130

110

90

70

50

30

10

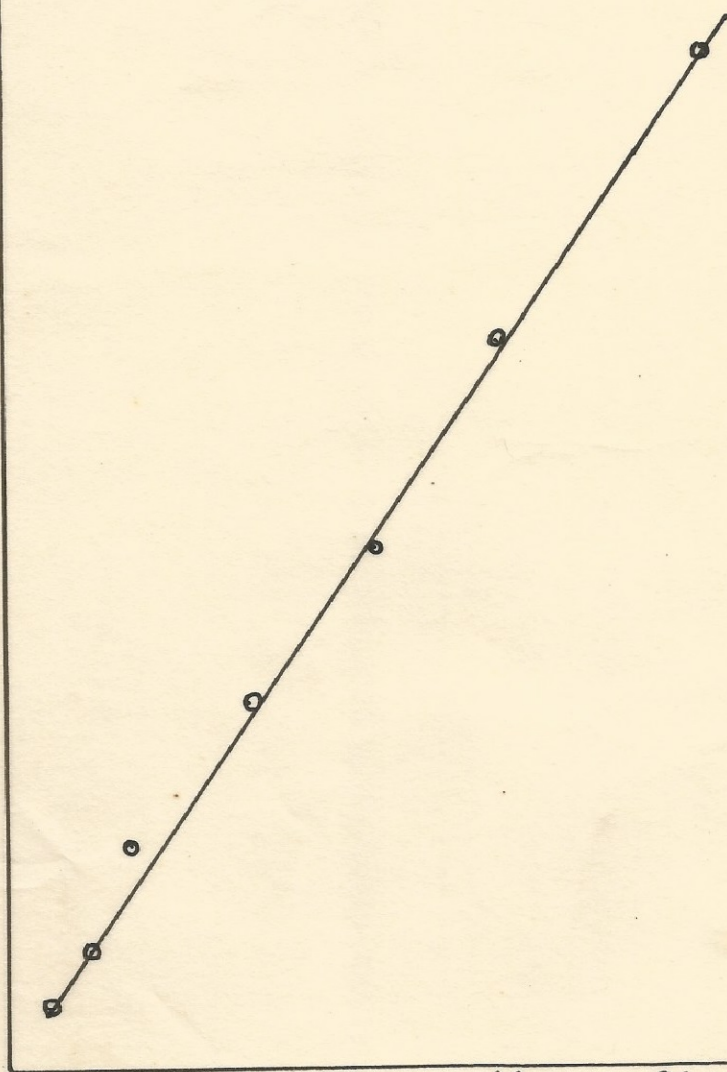
20

40

60

80

$C_{Ni^{2+}} \cdot C_{Co^{2+}} (mg/L)$



hp
(mm)

190

170

150

130

110

90

70

50

30

10

20

40

60

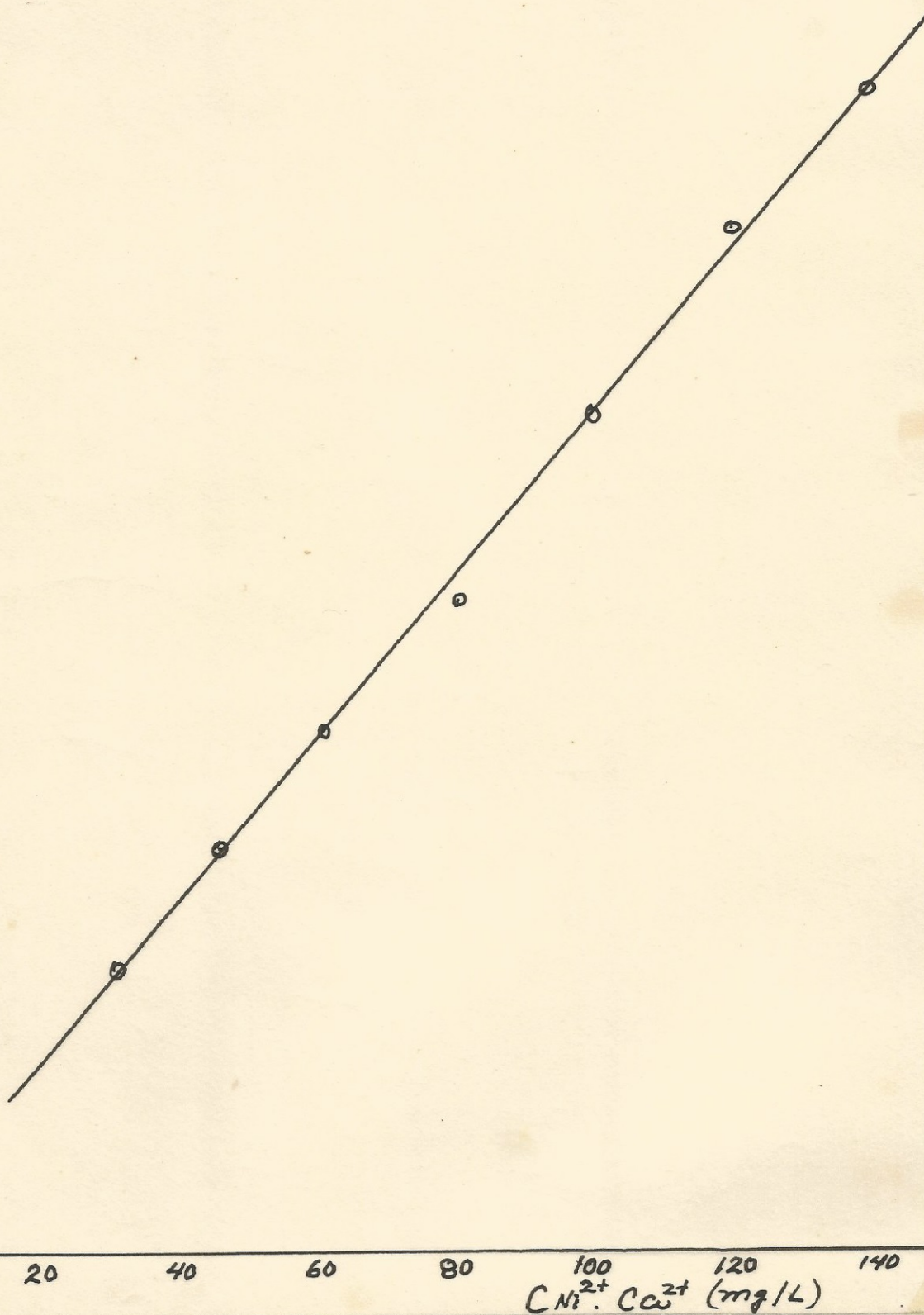
80

100

120

140

$C_{Ni^{2+}} \cdot C_{Co^{2+}}$ (mg/L)



hp
(mm)

210

190

170

150

130

110

90

70

50

30

10

20

40

60

80

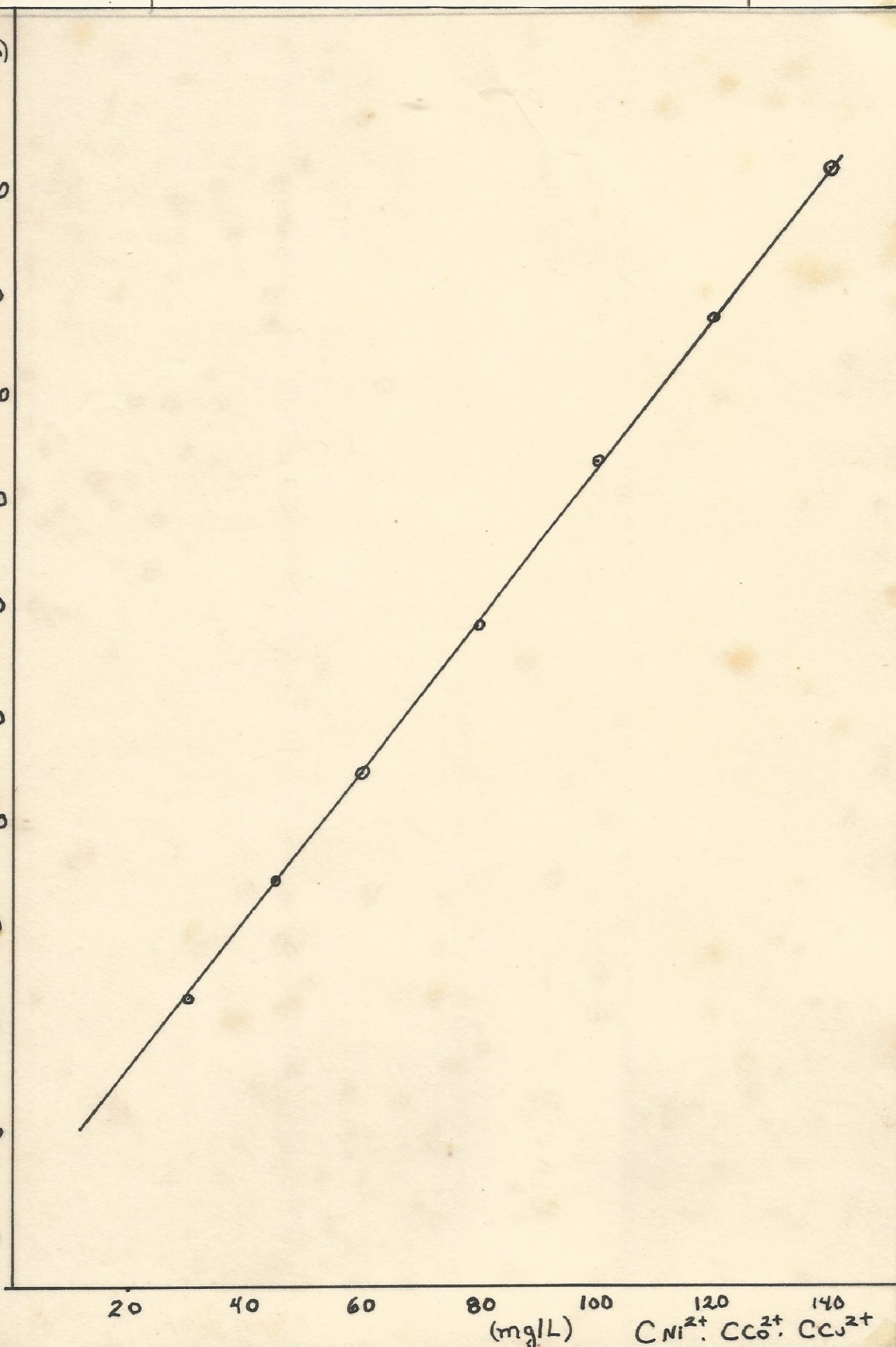
100

120

140

(mg/L)

$C_{Ni^{2+}}$ $C_{Co^{2+}}$ $C_{Cu^{2+}}$



hp
(mm)

170

150

130

110

90

70

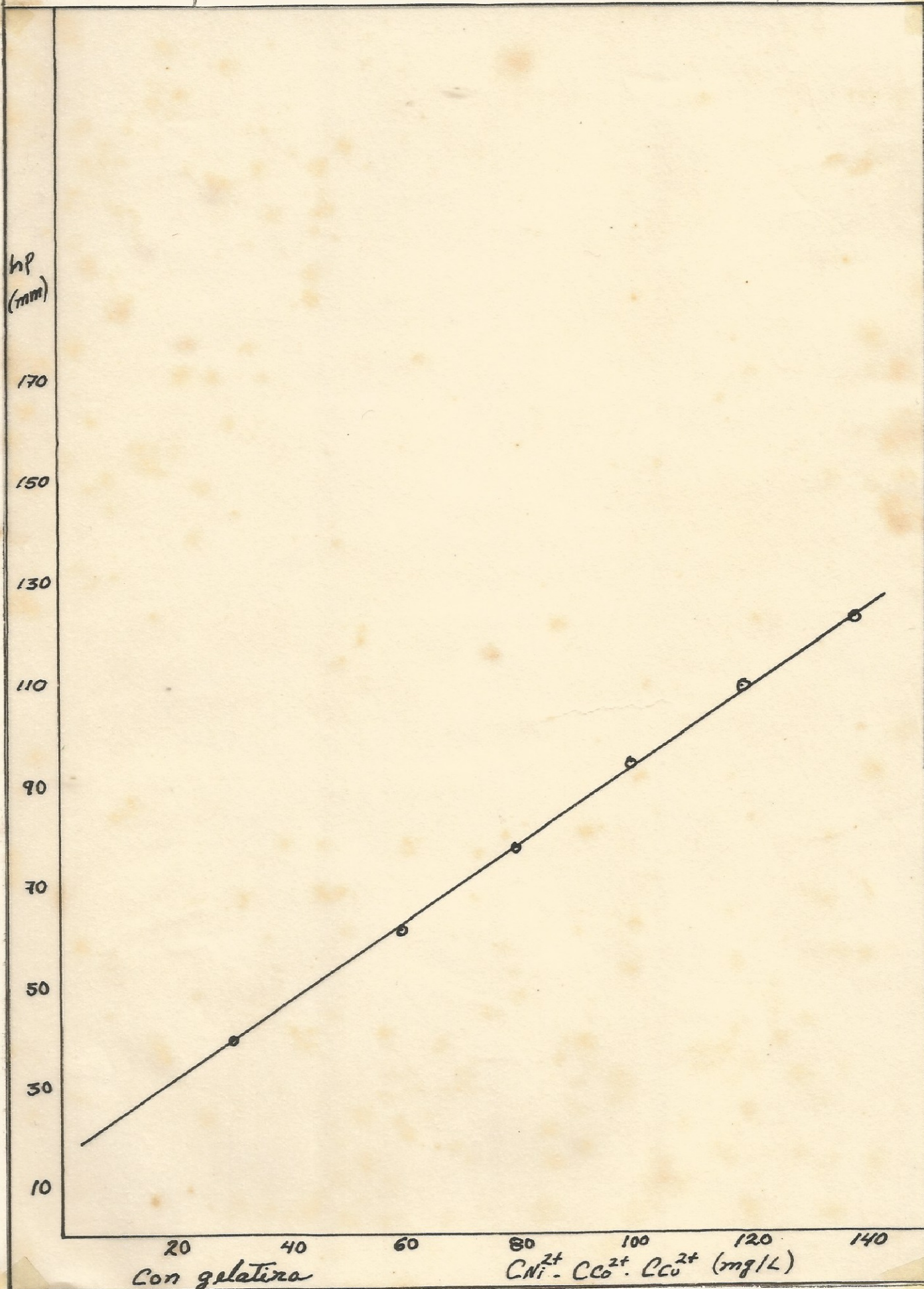
50

30

10

20 40
Con gelatina

60 80 100 120 140
 $\text{CNi}^{2+} \cdot \text{CCo}^{2+} \cdot \text{CCu}^{2+} \text{ (mg/L)}$

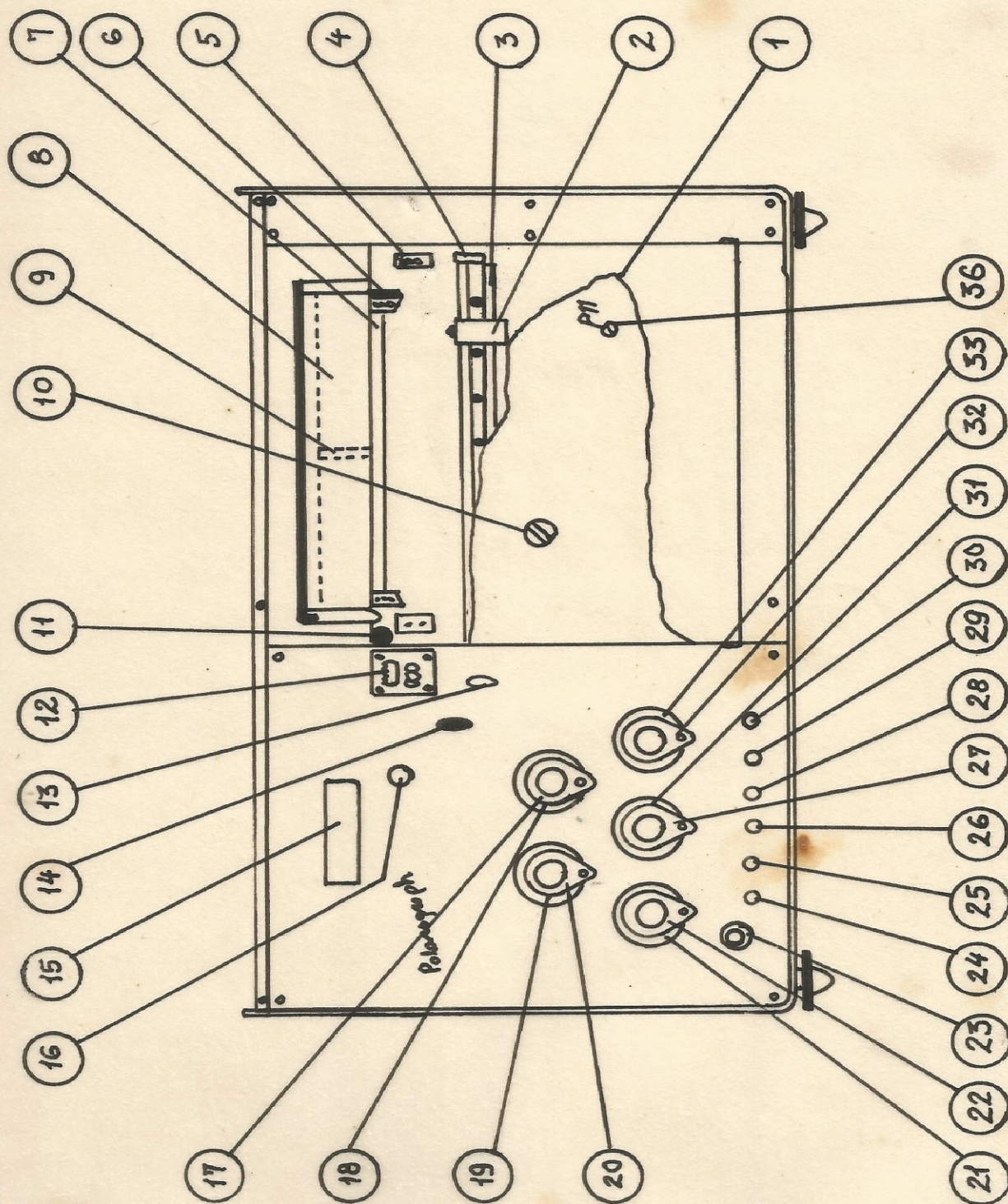


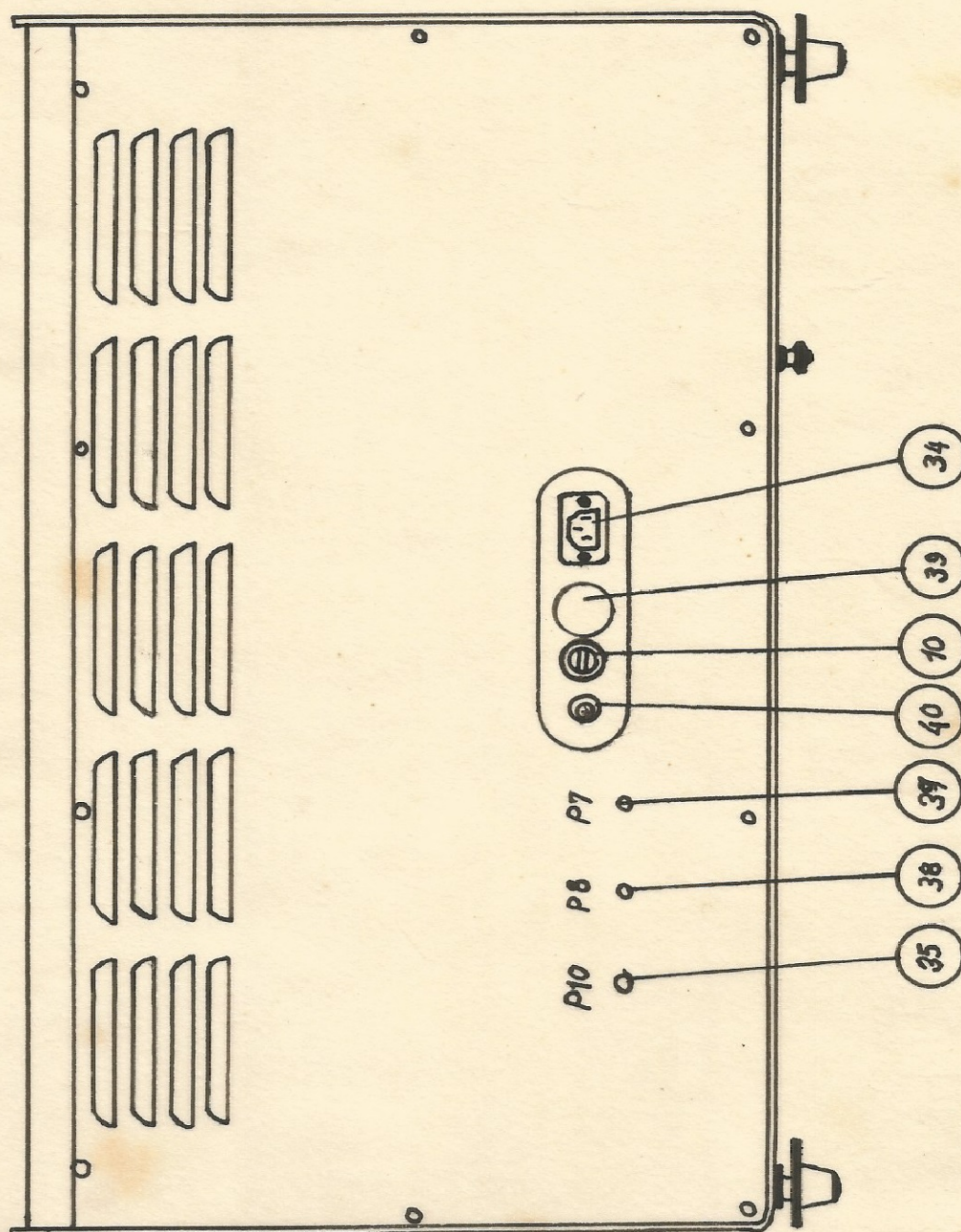
TRABAJO
DE
DIPLOMA

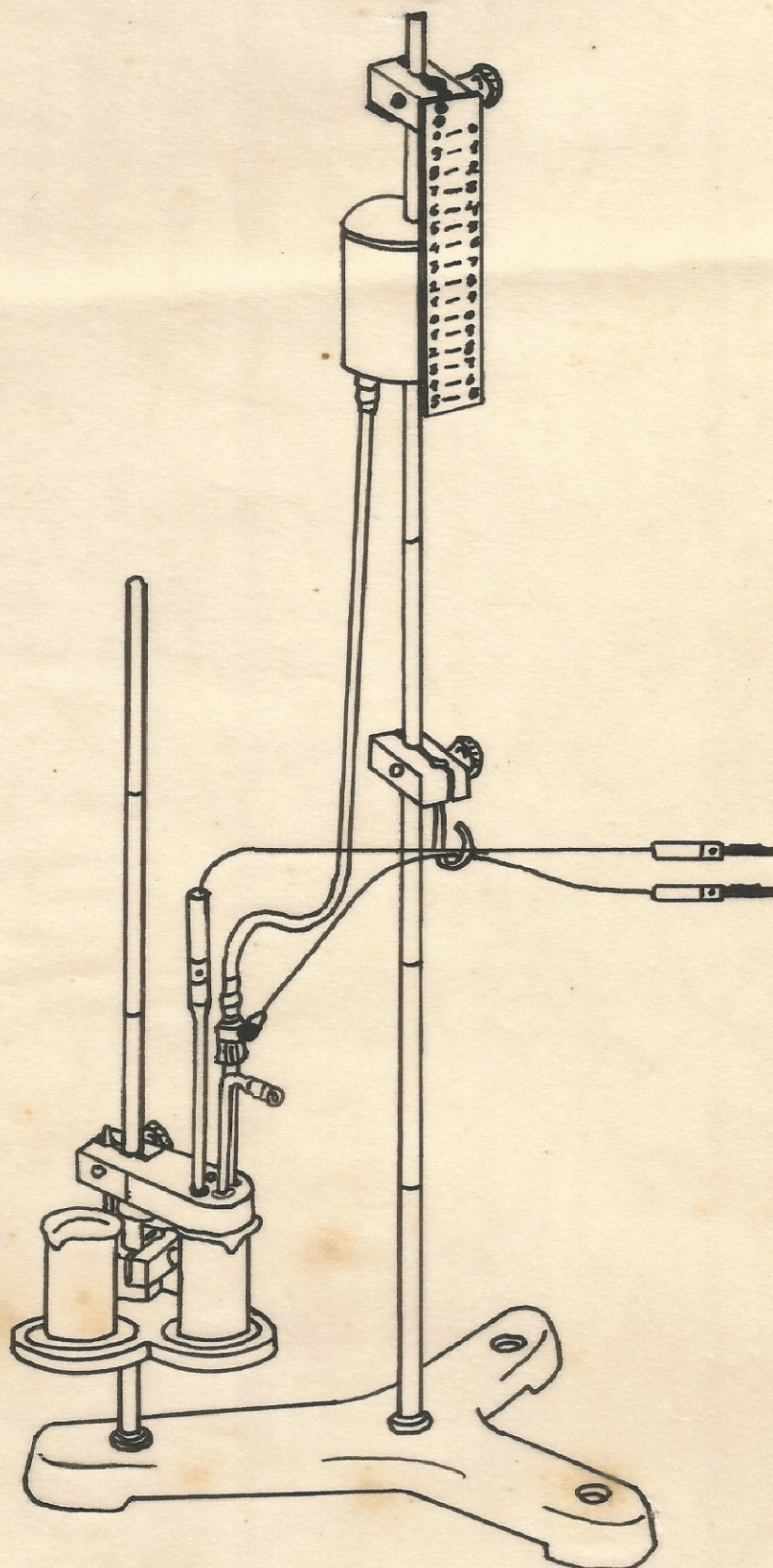
Instituto Superior Minero Metalúrgico
Facultad Metalurgia Electromecánica

HOJA
NO. 47

- A N E X O S -







REFERENCE A
DROPPING C