

CDU: 543.423:546.82 (729.1)

## INFLUENCIA DE TERCEROS COMPONENTES EN LA DETERMINACION ESPECTRAL DE TITANIO

Lic. Allan Pierre C. Instituto Superior Minero Metalúrgico. Ing. Jorge Ricardo P. Universidad de Oriente. C.Dr. Margarita Cobas A. Universidad de Oriente.

### RESUMEN

En el presente trabajo se estudia la influencia de terceros componentes como el Fe, Mg, Si, Al, en las determinaciones de Ti en costras de reactores de lixiviación y se busca la manera de eliminarlos, lográndose con la utilización de un buffer a base de  $\text{SiO}_2$ .

### INTRODUCCION

Como complemento al método de determinación cuantitativa de titanio en costras de reactores químicos de la planta procesadora de níquel en Moa, fue necesario realizar el presente estudio de la influencia de los terceros componentes, sobre la intensidad rela-

*In the present work it is studied the influence of third components (Fe, Mg, Si and Al) in the determination of Ti, in scaling formed inside of leaching reactors. The way of removing that scaling is also sought for; and it is achieved by using an  $\text{SiO}_2$  base buffer-solution.*

tiva del par analítico Ti/Pd, usada, debido a que la complejidad de la muestra, así como las amplias variaciones en el contenido de algunos elementos como por ejemplo Fe, Si, Al y Mg hacen suponer que la influencia del tercer componente sea significativa.

La influencia de los terceros componentes sobre la intensidad de la línea espectral se manifiesta de dos formas fundamentales: variando el flujo de partículas que pasan del cráter del electrodo a la zona de descarga y por variación de los parámetros del plasma [ 2 ] .

Esto es debido a que influye tanto por su actividad química, reaccionando con el elemento a determinar y formando un compuesto de evaporación diferente, así como provocando alteraciones en la temperatura y concentración electrónica.

Las influencias antes señaladas no necesariamente ocurren en la misma magnitud en el elemento analítico y en el de referencia, por eso cualquiera de los factores señalados puede provocar cambios en la intensidad relativa de los pares analíticos, lo cual se puede manifestar como un error de determinación. Con el fin de eliminar o reducir estos efectos se usan diferentes métodos, como son: la elección de pares analíticos lo más homólogos posible, la utilización de métodos analíticos de corrección, la separación del elemento analítico de la base por métodos químicos o bien diluyendo la muestra en una mezcla buffer, este último es el método comúnmente usado, el cual también utilizaremos nosotros en el presente trabajo.

El buffer espectroscópico es una mezcla en la cual se diluye la muestra con el fin de independizar las condiciones de excitación de las variaciones de su composición.

En la mayoría de los casos la acción de estos buffers descansa en la adición de elementos de bajo potencial de ionización, en nuestro caso el litio en forma de carbonato [ 1 ], que será el que aporte mayor número de electrones a la zona de descarga, lo que implicará que la conductividad eléctrica, resistencia y disipación de energía y por tanto la temperatura del plasma esté determinada por la concentración electrónica creada por el litio fundamentalmente y sea este elemento el que controle las condiciones de excitación y evaporación de la muestra. Generalmente los buffers participan en el proceso de manera pasiva, es decir, no reaccionan con la muestra durante la excitación de ésta. La mezcla utilizada por nosotros tiene la característica de ser una mezcla activa por la adición de  $\text{SiO}_2$ , el cual si entrará a formar parte en las reacciones químicas que ocurren en el cráter del electrodo mediante un mecanismo explicado [ 3 ] de la siguiente manera:

Durante la descarga en el cráter del electrodo se producen reacciones químicas con la transformación de óxidos a carburos, compuesto éste de más difícil evaporación que los óxidos, esto hace que la entrada al plasma de los elementos sea lenta. El  $\text{SiO}_2$  tiene la propiedad de presentar una gran velocidad de reacción en el paso a carburo, por lo que al encontrarse en grandes cantidades en el bu-

ffer, ocurrirá que el será el que en mayor cantidad se convierta en carburo permitiendo así que los otros elementos evaporen directamente desde la forma de óxidos, con lo cual pasarán rápidamente a la zona de descarga. También en la determinación de elementos en muestras de variadas composición mejora grandemente la reproducibilidad del análisis con el empleo del buffer.

El objetivo de este trabajo fue ver primeramente como influía cada uno de los componentes antes mencionados mayoritarios de la base, al variar su concentración, sobre la intensidad relativa del par analítico y probar si era posible la reducción de este efecto con el empleo de una mezcla buffer.

#### TRABAJO EXPERIMENTAL

El primer paso en nuestro estudio lo constituyó la elaboración de patrones sintéticos de composición similar a las muestras naturales a partir de óxidos. En los cuales en una base constante se varía la concentración del tercer componente estudiado en el mismo rango que en la muestra natural. Para la selección de los intervalos de variación de cada componente fueron revisados los resultados del análisis químico de un amplio período de tiempo. La composición química de los patrones usados se muestra en la tabla 1.

TABLA No.1 COMPOSICIÓN DE LOS PATRONES

Elemento	Concentración (%)
Ni	0,5
Co	0,8
Cr	3,0
Pd	0,1
Zn	0,1
Cu	0,1
Mn	0,8
Ti	0,08
Grafito	El resto

#### Variación de los terceros componentes (%)

Fe: 35; 30; 20; 10; 5 .  
 Si: 15; 12; 8; 5; 2 .  
 Al: 12; 10; 8; 5; 2 .  
 Mg: 20; 16; 12; 8; 4 .

Después de preparados los patrones se procedió al registro de los espectrogramas, en los cuales se emplearon los mismos parámetros y condiciones de excitación que en el análisis cuantitativo, estas son las siguientes:

- Arco C.A., 10 amp .
- Tiempo de exposición 60 seg .
- Prediafragma 5 mm .
- Ancho de la hendidura de entrada: 20 micras .
- Atenuador de tres pasos.

- Espectrógrafo STE-1 . IV orden del espectro .
- Placas espectrales Tipo-1 (URSS)

Primeramente se realizaron las tiradas de los espectros con los patrones solos, después se repitió el experimento añadiéndole a cada patrón una mezcla buffer en una relación de dilución 1:4, con la siguiente composición:  $\text{SiO}_2$  70 % ;  $\text{LiCO}_3$  10 % ;  $\text{PdCl}_2$  0,1 % y grafito 4 % .

Se hicieron gráficos en los cuales se planteó el logaritmo de la intensidad relativa del par Ti/Pd en función de la concentración de los terceros componentes. Estos son mostrados en las figuras 1, 2, 3 y 4 respectivamente.

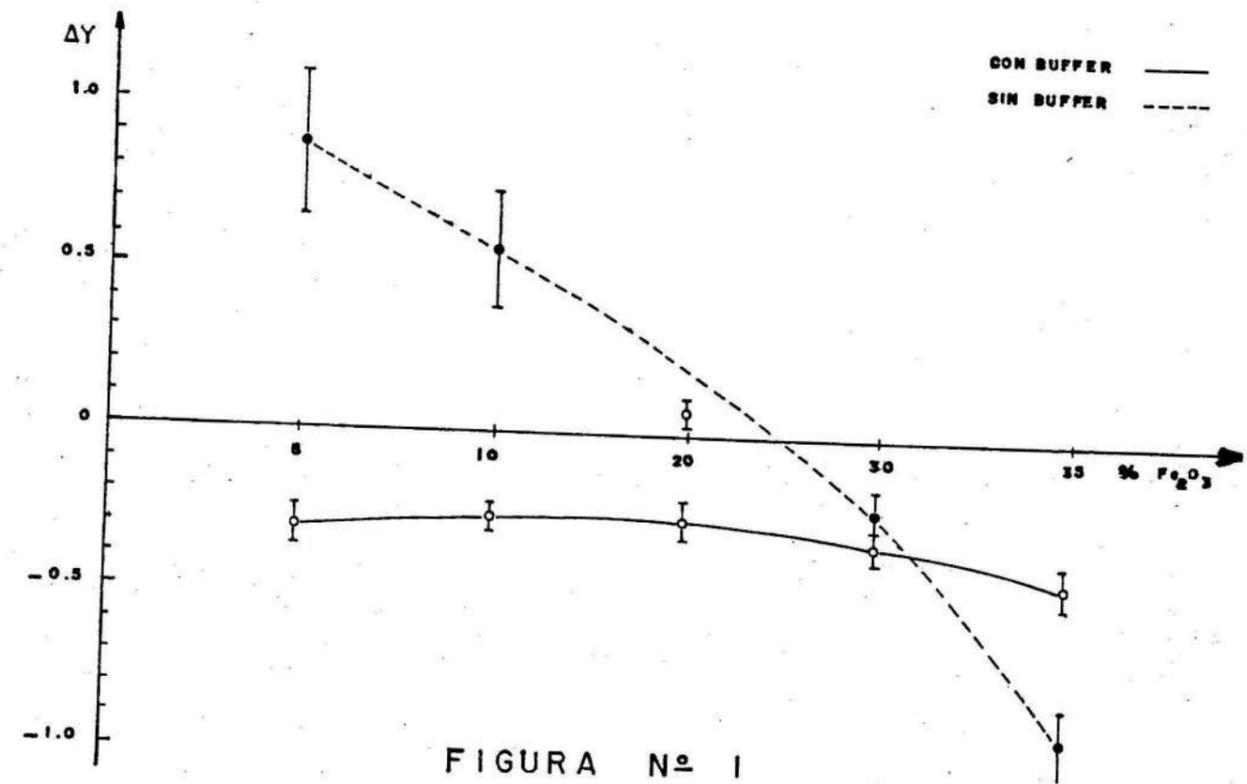


FIGURA No. 1

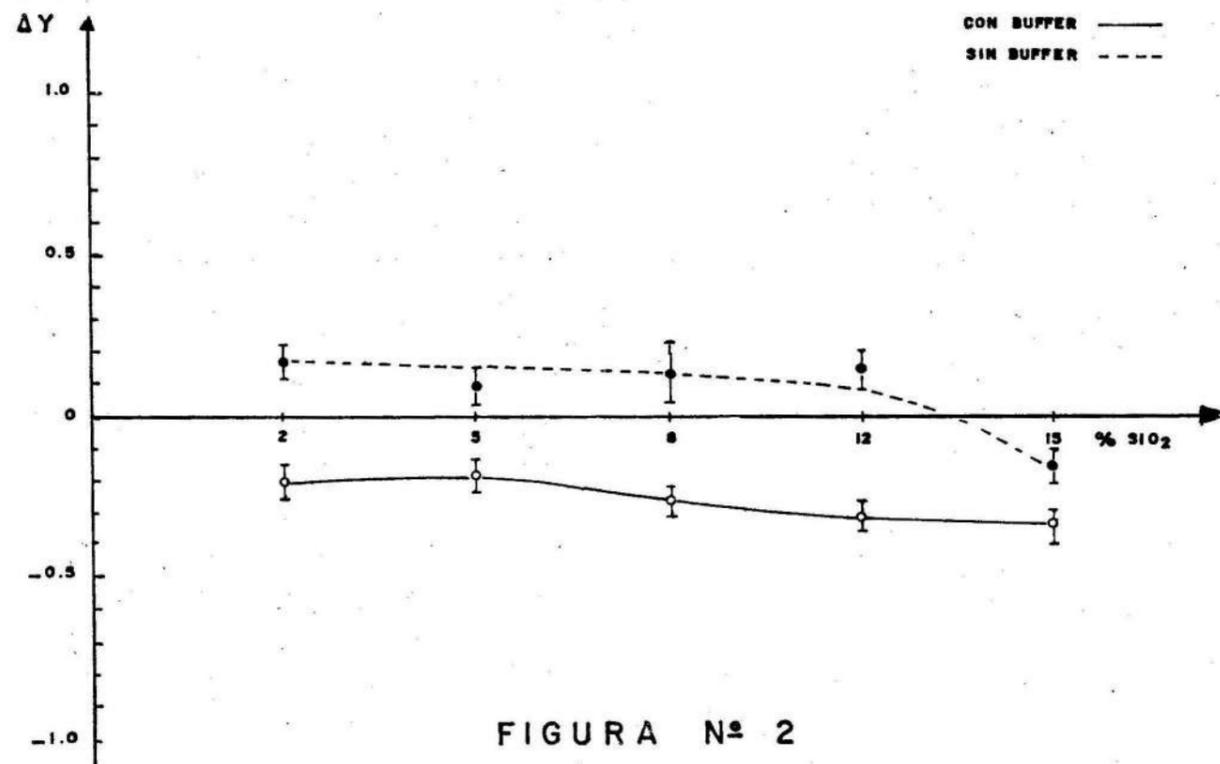


FIGURA Nº 2

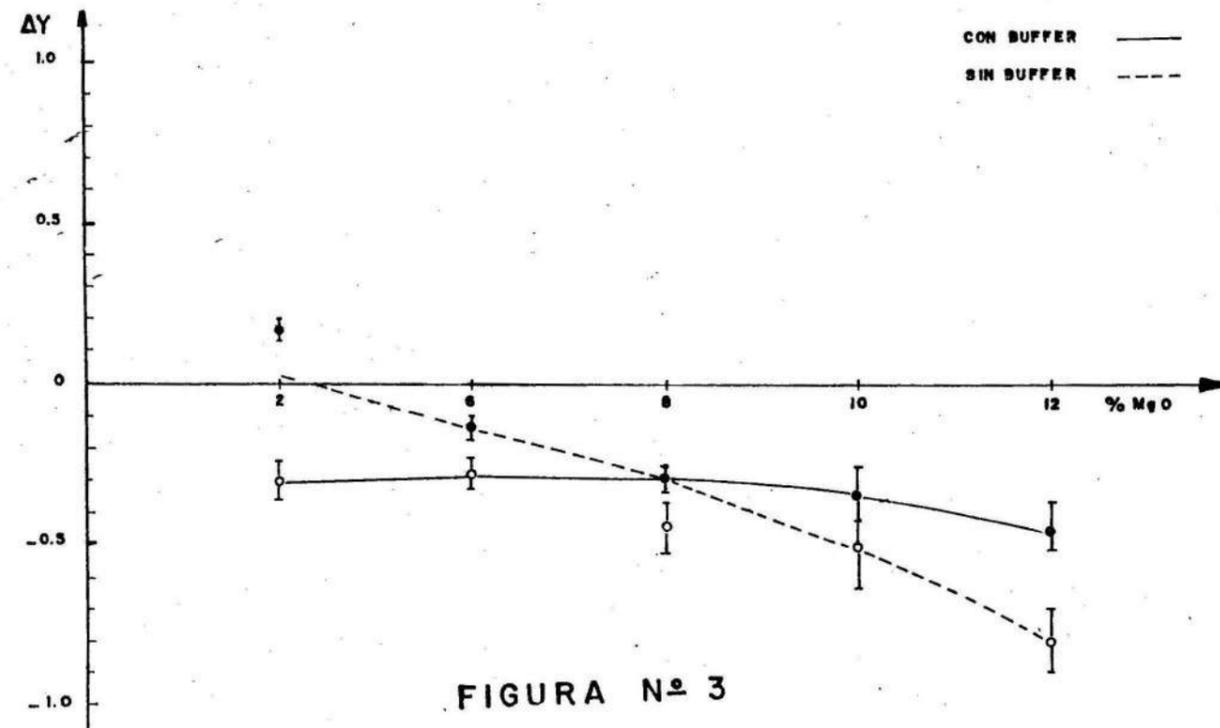


FIGURA Nº 3

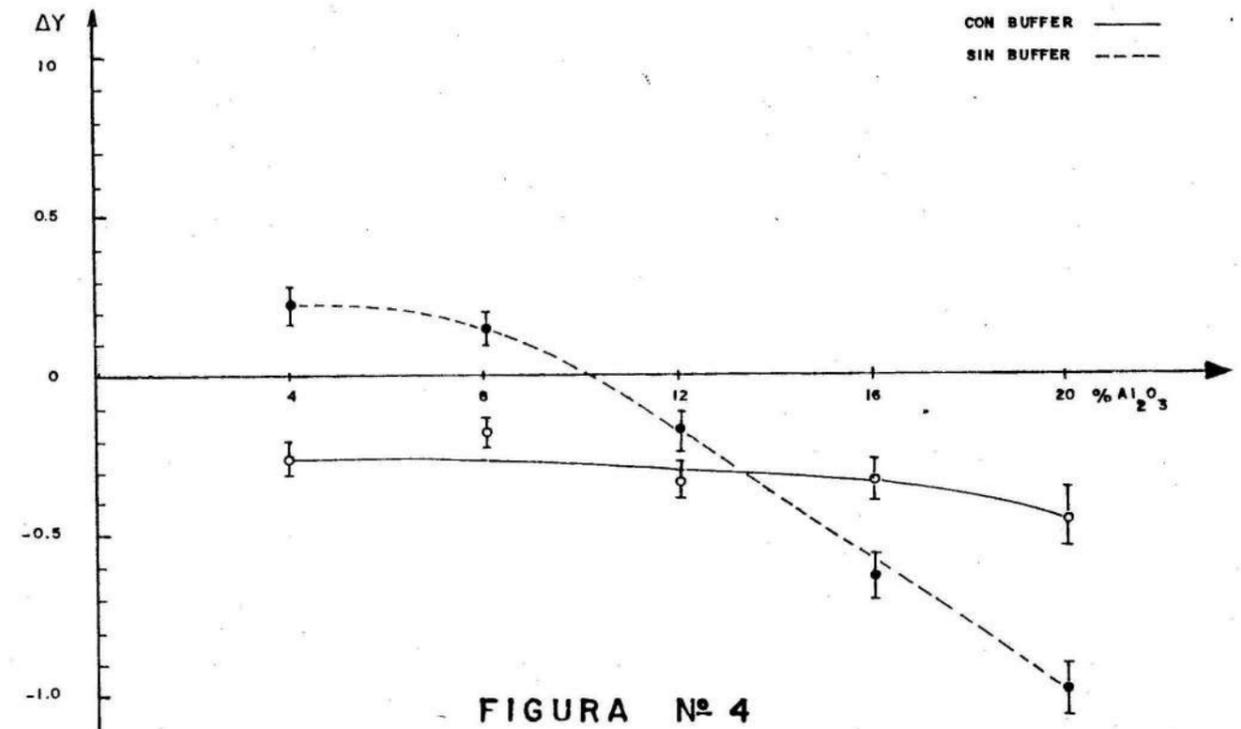


FIGURA Nº 4

Al analizar los gráficos de variación del logaritmo de la intensidad relativa del par analítico con la concentración del tercer componente para la tirada sin buffer se ve una marcada tendencia a bajar esta al aumentar la concentración del tercer componente.

El de más influencia es el hierro aunque debe señalarse que esto es debido a que es el elemento que tiene mayor rango de variación, ya que comparándolo con la influencia de los otros elementos (excepto al Si) se nota que la magnitud del efecto es similar para iguales intervalos de variación.

Como se le adiciona el buffer se ve que el efecto es prácticamente eliminado, ya que este regula las condiciones de excitación de la

muestra y disminuye considerablemente el efecto del tercer componente.

La marcada influencia de la variación en la concentración de hierro sugiere la posibilidad de que ésta fuera ejercida mediante cambios en la temperatura del plasma debido a la dependencia exponencial de la intensidad relativa con esta. Para ello se determinó la temperatura del plasma para las distintas concentraciones de hierro, encontrándose que esta no sufre variaciones significativas (ver tabla 2); por lo cual se infiere que la influencia de terceros componentes [3] no ejerce influencias en la temperatura del plasma sino en fenómenos de transporte en el plasma.

TABLA No.2 VARIACION DE LA TEMPERATURA  
CON LA CONCENTRACION DE Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	T (°C)
5	4 740
10	4 570
20	4 570
30	4 590
35	4 650

Con lo cual disminuye la intensidad relativa de la línea espectral en ese caso las variaciones afectarán de manera distinta al titanio y al paladio debido a sus diferentes pesos atómicos, que los harán que se comporten de manera diferente en los distintos fenómenos de transporte que ocurren en el arco. Al igual que para el hierro este efecto es observable para el magnesio y el aluminio, no así para el silicio en presencia del cual la intensidad relativa del par permanece casi inalterable, esto puede ser explicado mediante un mecanismo similar al señalado anteriormente para el buffer.

Al diluirse la muestra en el buffer la concentración de los terceros componentes es reducida considerablemente respecto a la cantidad de muestra diluida en el cráter del electrodo, proporcionando así que el litio haga su papel de regulador con lo cual se obtendrá una dependencia de los terceros componentes.

Los resultados experimentales recibieron tratamiento estadístico, pues para cada experimento, es decir, sería de diez tiradas de cada patrón, se le halló la media, la desviación Standart y el intervalo de confianza para un coeficiente de Student de 0,05 todo esto según el tratamiento dado en [ 6 ]

#### CONCLUSIONES

1. Se comprueba que la influencia de terceros componentes sobre la intensidad relativa del par analítico Ti/Pd usado es significativa.

2. Se demuestra que la acción del buffer de silicio es eficaz para disminuir este efecto en el intervalo de variación de concentración de las muestras estudiadas.

3. Se demuestra que el Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, como tercer componente, no ejerce una influencia significativa sobre la intensidad relativa de los pares analíticos mediante

la alteración de la temperatura del plasma. Así mismo se comprobó la acción del SiO<sub>2</sub> como regulador de la entrada de los elementos a la zona de descarga.

#### REFERENCIAS

1. BOUMANS, P., W. : *Theory of spectrochemical excitation*. London, Hilger-Warrs 1966.
2. DIAZ P. M. y J. RICARDO : "Estudio de los terceros componentes en las lateritas". en *Revista Científica Universidad de Oriente. Sr. Ciencias Naturales y Matemática. No.2, 1978*.
3. DUBLON, O y J. RICARDO : "Mecanismo de evaporación y excitación en el arco de corriente alterna". Dpto. de Optica y Espectroscopia. Trabajo de Diploma, U. O., 1979.
4. NAGUIDINA I., M. y K. PROKOFIEV : *Equipos espectrales y técnica de la espectroscopia*. Leningrado, I.Z. D. Mach, 1967 (En ruso).
5. RICARDO, J. : "Investigación de la composición del buffer para la determinación de elementos en lateritas" en *Revista Científica Universidad de Oriente. Sr. Ciencias Naturales y Matemática No.3, 1978*.
6. LAIDEL A., N. : *Apreciación de errores en mediciones de magnitudes físicas*. Impresora Universitaria, U.O. (Traducido del ruso por T. Chernisheva y revisado por L. Aguilar), 1968.

CDU: 622.341.1:622-15 (729.1)

TABLA No.3 ANALISIS ESTADISTICO DE LOS RESULTADOS

"sin Buffer"						
Patrón		A	B	C	D	E
	$\bar{x}$	-0,93	-0,23	0,07	0,56	0,88
1	Sx	0,14	0,08	0,06	0,29	0,34
$\Delta T$	x	0,10	0,06	0,04	0,19	0,23
	$\bar{x}$	-0,16	0,14	0,13	0,09	0,17
2	Sx	0,07	0,09	0,12	0,09	0,7
$\Delta T$	x	0,05	0,06	0,09	0,06	0,05
	$\bar{x}$	-0,8	-0,50	-0,44	-0,14	0,17
3	Sx	0,15	0,20	0,13	0,05	0,06
$\Delta T$	x	0,10	0,14	0,09	0,04	0,022
	$\bar{x}$	-0,98	-0,63	-0,17	0,15	0,22
4	Sx	0,13	0,09	0,10	0,08	0,09
$\Delta T$	x	0,08	0,06	0,07	0,05	0,06
"con Buffer"						
	$\bar{x}$	-0,44	-0,33	-0,26	-0,26	-0,30
1'	Sx	0,08	0,06	0,07	0,07	0,06
$\Delta T$	x	0,06	0,04	0,06	0,05	0,05
	$\bar{x}$	-0,35	-0,30	-0,26	-0,18	-0,20
2'	Sx	0,06	0,07	0,05	0,04	0,05
$\Delta T$	x	0,05	0,05	0,04	0,03	0,05
	$\bar{x}$	-0,44	-0,32	-0,29	-0,27	-0,30
3'	Sx	0,09	0,09	0,06	0,07	0,08
$\Delta T$	x	0,07	0,07	0,04	0,05	0,06
	$\bar{x}$	-0,44	-0,32	-0,32	-0,17	-0,26
4'	Sx	0,13	0,09	0,08	0,06	0,07
$\Delta T$	x	0,09	0,07	0,06	0,04	0,04

## NUEVOS METODOS PARA LA DETERMINACION DE HIERRO EN CONCENTRADO DE COBRE

Lic. Victor Roberto Ferro F, Instituto Superior Pedagógico Pinar del Río. C.Dr. Jesús Alpizar L., Universidad de La Habana. Lic. Raúl González-Jonte C., Instituto Superior Pedagógico Pinar del Río. Lic. Eduardo Almiral R. I.S.P.P. del Río.

## RESUMEN

En el presente trabajo se expone el resultado de un estudio sistemático encaminado a la proposición de nuevos métodos, para la determinación de hierro en concentrado de cobre (que se produce en la Empresa Cptán. Alberto Fernández Montes de Oca de la Empresa Minera de Occidente), consistentes en las valoraciones:

- Potenciométrica automatizada con dicromato de potasio
- Volumétrica con EDTA utilizando tiron como indicador
- Potenciométrica manual con EDTA.

Los métodos propuestos fueron aplicados a cinco muestras del concentrado de cobre por quintuplicado y los resultados obtenidos se compararon estadísticamente (por análisis de dispersión simple) con los alcanzados por el método que se emplea en el Laboratorio Central de la E.M. O. (volumetría con dicromato como valorante y difenilaminasulfonato de sodio como indicador visual del punto final) sin encontrar diferencias significativas entre ellos.

La inclusión de cualquiera de las variantes propuestas en el control de la calidad; disminuye el tiempo de trabajo y la cantidad de reactivos necesarios para la realización del análisis. Con el segundo

y tercer método se logra una contribución importante en este sentido pues se excluye la necesidad de reducir el hierro (III) a hierro (II) y eliminar el exceso de reductor (cloruro stannoso) antes de la valoración con cloruro mercurico.

Se hace un aporte a la conservación del medio ambiente y salud de los trabajadores al eliminar reactivos nocivos como son las sales de mercurio.

## ABSTRACT

The present work presents the results of a systematic study aimed at proposing new methods for iron determination in copper concentrate (this is done in the "Alberto Fernandez Montes de Oca" Mining Enterprise of the Western part of Cuba). These methods are based on the following appraising techniques:

- Automated potentiometric appraisal with Potassium bichromate
- Volumetric appraisal with EDTA, using Tiron as indicator