

CDU: 622.341.1:622-15 (729.1)

TABLA No.3 ANALISIS ESTADISTICO DE LOS RESULTADOS

"sin Buffer"						
Patrón	A	B	C	D	E	
1	\bar{x}	-0,93	-0,23	0,07	0,56	0,88
	Sx	0,14	0,08	0,06	0,29	0,34
ΔT	x	0,10	0,06	0,04	0,19	0,23
2	\bar{x}	-0,16	0,14	0,13	0,09	0,17
	Sx	0,07	0,09	0,12	0,09	0,7
ΔT	x	0,05	0,06	0,09	0,06	0,05
3	\bar{x}	-0,8	-0,50	-0,44	-0,14	0,17
	Sx	0,15	0,20	0,13	0,05	0,06
ΔT	x	0,10	0,14	0,09	0,04	0,022
4	\bar{x}	-0,98	-0,63	-0,17	0,15	0,22
	Sx	0,13	0,09	0,10	0,08	0,09
ΔT	x	0,08	0,06	0,07	0,05	0,06
"con Buffer"						
1'	\bar{x}	-0,44	-0,33	-0,26	-0,26	-0,30
	Sx	0,08	0,06	0,07	0,07	0,06
ΔT	x	0,06	0,04	0,06	0,05	0,05
2'	\bar{x}	-0,35	-0,30	-0,26	-0,18	-0,20
	Sx	0,06	0,07	0,05	0,04	0,05
ΔT	x	0,05	0,05	0,04	0,03	0,05
3'	\bar{x}	-0,44	-0,32	-0,29	-0,27	-0,30
	Sx	0,09	0,09	0,06	0,07	0,08
ΔT	x	0,07	0,07	0,04	0,05	0,06
4'	\bar{x}	-0,44	-0,32	-0,32	-0,17	-0,26
	Sx	0,13	0,09	0,08	0,06	0,07
ΔT	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

- Manual potentiometric appraisal con EDTA

The methods proposed were applied five times to five samples of copper concentrate, and the results obtained were statistically compared (by means of simple dispersion analysis) to those obtained by using the same method used in the Main Laboratory of the Mining Enterprise of the western part of Cuba, (Volume measuring with Bichromate as appraiser and Sodium Diphenylmethylsulphonate as visual final-point indicator) without finding any significant difference between them.

The inclusion of any of the variants proposed in the control of quality reduces the working time and the amount of reagents required for carrying out the analysis. In this sense, an important contribution is made by using both the second and third methods, because it is no longer necessary neither to reduce Iron (III) to Iron (II), nor to eliminate the excess of reducing agent (Stannous Chloride), with Mercuric Chloride, before the appraisal. Another contribution made is that concerned with the preservation of environment and the workers' health by eliminating noxious reagents such as mercury salts.

INTRODUCCION

El método utilizado en el Laboratorio Central de la E.M.O. para la determinación de hierro en el concentrado de cobre, ha sido reiteradamente validado para muestras con alta concentración de hierro (en el concentrado constituye aproximadamente 30 % en masa); sin embargo a pesar de los buenos resultados que se obtienen con su aplicación presenta inconvenientes relacionados con la necesidad de reducir el hierro (III) a hierro (II) y de eliminar el exceso de reductor antes de la valoración, así como separar el cobre del hierro por precipitaciones sucesivas de este último con amoníaco. Estos procesos alargan el tiempo de análisis, lo encarecen por el uso de reactivos caros y lo hacen potencialmente nocivo.

Una buena solución a este problema lo constituye la determinación del hierro con un agente valorante bajo condiciones tales, que no sea necesario reducirlo hasta hierro (II) y la interferencia de las otras especies iónicas presentes en la muestra (cobre, zinc, plomo, aluminio, etc.) se elimina; esto se puede lograr con la utilización del EDTA como valorante y llevando a cabo el análisis en un intervalo de pH entre 2 y 3 para el cual la estabilidad de los complejos de EDTA con los otros iones metálicos es mucho menor que la del quelato Fe(III) EDTA [1,6].

En este tipo de valoración, y para estas condiciones de trabajo, es recomendable la utilización del tirón (sal disódica del ácido 3,5

pirocatecoldisulfónico) como indicador visual del punto final, pues forma un complejo azul-verdoso de composición Fe:tirón de 1:1, menos estable que el complejo Fe(III)-EDTA, (condición necesaria para la valoración directa) lo que unido al hecho de que existe una diferencia fácilmente detectable entre los colores de la forma compleja y libre del indicador conforman un cuadro favorable para su empleo [6].

En potenciometría el punto final de la valoración se detecta a partir de la evaluación del cambio de potencial de un electrodo indicador sumergido en la solución, que se valora a medida que la reacción química fundamental transcurre; por el salto de potencial que acompaña el arribo al completamiento de la mencionada reacción.

La naturaleza eléctrica de la magnitud física que se mide para seguir el curso de la valoración facilita la automatización de las determinaciones potenciométricas. Los métodos potenciométricos automáticos son de gran utilidad en los laboratorios industriales (donde se repite muchas veces un mismo análisis), ya que permiten minimizar los errores aleatorios, eliminan la dependencia de la exactitud y precisión del análisis de la habilidad manual y experiencia del operador; y permiten economizar tiempo y esfuerzo.

Los métodos automáticos pueden ser de dos tipos: [3,4]

a) Métodos en los cuales se regis-

tra automáticamente el potencial del electrodo indicador como función del volumen de valorante y se asume que el punto final es el punto de inflexión de la curva sigmoide.

b) Métodos en los que se interrumpe automáticamente la adición de reactivos cuando se alcanza el punto de equivalencia.

Estos últimos son más convenientes porque el suministro del valorante puede modificarse ante la señal de un elemento "sensible" que indique la proximidad del potencial del punto final de la valoración y se interrumpa definitivamente cuando el potencial del electrodo indicador coincida con el potencial del punto final. Esto se logra, conectando la celda de valoración a un milivoltímetro que permite fijar previamente el potencial del fin de la valoración. El encargado de señalar el momento en que se alcanza el potencial es un relay que cierra la llave magnética de la bureta.

MÉTODOS Y MATERIALES

Reactivos y soluciones

Los reactivos utilizados en nuestro trabajo fueron de grado "puro para análisis" de las firmas MERK y BDH. Las soluciones se separaron con agua desionizada y la cristalería de marca PYREX.

Las soluciones empleadas fueron:

- Solución de cloruro stannoso (100 g/L) se disuelven 23, 795 7 g de cloruro stannoso dihidrata-

do en 20 mL de ácido clorhídrico, se calienta hasta total disolución y se diluye con agua hasta un volumen de 200 mL. Debe introducirse un pedacito de estaño puro.

- Mezcla de ácidos clorhídrico y nítrico (10:1): a un volumen de 250 ml de ácido clorhídrico se le añade la misma cantidad de agua y 25 mL del nítrico.
- Solución saturada de cloruro mercurico.
- Mezcla de ácidos sulfúrico y fosfórico: se mezclan 150 mL de ácido fosfórico (al 85 % en masa), igual volumen de sulfúrico concentrado y 1 L de agua.
- Solución de difenilaminasulfonato de sodio; se disuelven 0,1 g de la sustancia en 50 mL de agua. Guardar en frasco ambar.
- Solución de dicromato de potasio 0,15 N: se pesan 7,355 5 g de la sal anhidra y se disuelven con agua hasta 1 L.
- Buffer tampón: se mezclan 176 mL de solución de ácido acético 0,2 N con 24 mL de solución 0,2 N de acetato de sodio.
- Tirón: se pesan 2 g de tirón y se transfieren a un volumétrico de 100 mL. Se enrasa con agua.
- Solución EDTA: se pesan 0,679 0 g de EDTA y se transfieren a un volumétrico de 1 L. Se disuelve con agua y enrasa.

Las soluciones patrón de dicromato y EDTA no se estandarizaron pues se purificaron las sales por cris-

talización y se garantizó la pureza con standards primarios.

EQUIPOS

Las valoraciones potenciométricas automatizadas fueron realizadas en un Titrimetro Methrom-Herisau de fabricación suiza, compuesto por un pH-metro E-512 (que luego se utilizó en la valoración potenciométrica manual), una bureta automática Domisat E-415 y un generador de impulsos Impulsomat E-473. Los electrodos utilizados fueron un alambre de platino pulido como indicador y uno de plata-cloruro de plata como referencia.

En la valoración manual se utilizó una bureta recargable.

La agitación se realizó con un agitador magnético.

MÉTODOS

En los tres métodos propuestos se pesan 0,1 g de la muestra, cinco veces menor que el peso tomado en el Laboratorio Central de la E.M.O, y se digieren en un beaker de 100 mL con 4 ó 5 mL de la mezcla de ácidos en caliente hasta reducir el volumen hasta 1 mL aproximadamente en el caso de las determinaciones con EDTA.

METODO POTENCIOMETRICO AUTOMATIZADO CON DICROMATO

- Se evapora hasta que seque, se deja enfriar el sólido y luego se añaden 2 mL de ácido clorhídrico concentrado.
- Se lleva a la plancha y evapora hasta que seque.
- Se añaden, de nuevo 2 mL de ácido clorhídrico, y se disuelven las sales con suficiente cantidad de agua (preferiblemente caliente).
- Se añade amoniaco en caliente hasta ligero exceso, el precipitado se deja sedimentar, luego se filtra en papel medio denso y se lava con agua caliente.
- Se disuelve el precipitado con solución (1:1) de ácido clorhídrico y de nuevo se repite la operación de precipitado y disolución.
- La solución obtenida se enfría y trasvasa a un volumétrico de 250 mL.
- Se toma una alícuota de 50 mL y lleva a un vaso de precipitado de 80 mL, donde se calienta en una plancha hasta el punto de ebullición.
- Añadir gota a gota, con agitación y hasta total decoloración la solución de cloruro stannoso, luego permita un exceso de 2 ó 3 gotas, deje enfriar la solución.
- Añada 10 mL de la solución saturada de cloruro mercurico para eliminar exceso del reductor.

- Añada 10 mL de la mezcla de ácidos sulfúrico y fosfórico.
- Valorar con dicromato hasta el potencial del punto final.

El contenido de hierro, expresado en porciento, se calcula según:

$$\% \text{ Fe} = \frac{V.N. 5,585}{m}$$

donde:

V es el volumen (en mL) de la solución de dicromato utilizado en la valoración; N la normalidad exacta de la solución de dicromato y m la masa de la porción de ensayo tomada para la valoración (expresada en gramos).

DETERMINACIONES CON EDTA

- Luego de reducir el volumen hasta 1 mL aproximadamente, se lavan las paredes del beaker y el vidrio reloj con 20-25 mL de agua.
- Calentar a ebullición durante 2 ó 3 min y dejar que se enfríe la solución.
- Filtrar a través de un papel medio denso, recibiendo el filtrado con un volumétrico de 250 mL donde se enrasa con agua.
- Tomar una alícuota de 25 mL y llevarla a un beaker de 250 mL.
- Regular el pH entre 2 y 3 añadir unos 5 mL del buffer.

Si se sigue la vía clásica añadir 4 ó 5 gotas del indicador y valorar con EDTA hasta viraje del indicador a color amarillo claro,

si es elegida la potenciometría introducir los electrodos y el magneto y valorar hasta unos mililitros después del salto.

Para el método potenciométrico es adecuada la vía de la curva diferencial (en su forma analítica) para determinar el punto final.

Como la relación de combinación Fe(III) - EDTA es 1:1, la ley fundamental de la volumetría se puede expresar en términos de concentración molar y la expresión para el cálculo del porcentaje de hierro es:

$$\% \text{ Fe} = \frac{\text{V.M. } 5,585}{m}$$

donde:

M es la molaridad de la solución de EDTA y V el volumen de ella gastado en la valoración.

RESULTADOS EXPERIMENTALES Y DISCUSION

Fue necesario determinar previamente el potencial del punto final para la determinación de hierro con dicromato en nuestro sistema de trabajo, para lo cual se realizaron varias valoraciones potenciométricas manuales con adición de indicador, llegándose a la conclusión que eran 480 mV .

El tratamiento estadístico lo hicimos según el método de dispersión simple [5], para lo cual :

- Se tomó como nivel de significación el 95 % .

- Se representaron los métodos por : V_D , volumetría con dicromato (utilizado en el Laboratorio Central de la F.M.O); P_D , potenciometría con dicromato; V_E , volumetría con EDTA y P_E , potenciometría con EDTA.

- Se representaron las magnitudes fundamentales del análisis de varianza por: SDC, suma de desviaciones cuadráticas; g_1 , grados de libertad; S^2 , varianza; F_{exp} , valor del test de Fischer para la distribución experimental; E, variabilidad entre los métodos; R, variabilidad dentro de cada uno de los métodos y T, variabilidad total.

- Se simplificaron los datos según la expresión: $X'_1 = 10X_1 - 300$ donde X_1 es el procentaje determinado y X'_1 el valor simplificado.

Los resultados del análisis estadístico son: (ANEXO)

Como $F(95,3,16) = 3,24$, puede concluirse que no existen diferencias significativas (con un 95 % de confianza) entre los resultados obtenidos por los diferentes métodos para cada una de las muestras, pues $F_{exp} < F(95,3,16)$ en todos los casos; de esta manera con nuestros métodos se obtienen tan buenos resultados como por el método empleado en el Laboratorio Central de la E.M.O.

CONCLUSIONES

1. Se comprueba la posibilidad de determinar la concentración de hierro en concentrado de cobre por tres métodos diferentes al utilizado en el Laboratorio Central de la E.M.O. con tal propósito, se emplearon las siguientes valoraciones:

- Potenciométrica automatizada con dicromato de potasio.
- Volumetría con EDTA.
- Potenciométrica con EDTA.

2. Se elabora y ajusta la técnica

operatoria para determinar hierro en concentrado de cobre por cada uno de los métodos propuestos.

3. Se comprueba que los resultados obtenidos por cualquiera de los tres métodos propuestos no difieren significativamente entre sí, ni con los resultados que se logran por el método actual.

4. Los métodos propuestos reportan un ahorro de reactivos, un aumento de la productividad y una contribución a la conservación del medio y la salud de los trabajadores.

REFERENCIAS

1. ASHCROFT, S. and C.T. MORTEMER : *Thermochemistry of transition metal complexes*. London, Academic Press, 1970.
2. DELAHAY, P. : *Análisis instrumental*. Tercera Edición. Madrid, Ed. Paraninfo, 1970.
3. FOREMAN, J.K. and P.B. STOOKWELL : *Automatic chemical analysis* N.Y. Ellis Horwood Limited Publishers Chichester 1975.
4. LERCH, G. : *La experimentación en las ciencias biológicas y agrícolas*. La Habana, Ed. Ciencia y Técnica, 1977.
5. RUDOLFF, P. : *Chelatometry basic determinations*. New York, Published by Chapman, 1961.
6. SKOOG, D. and D.W. WEST : *Analytical chemistry*. La Habana, Edit. Pueblo y Educación.

CDU: 621.313.323:621.316 (729.1)

ANEXO

Muestra	X			SDC			S ²			F _{EXP}				
	V _D	P _D	V _E	P _E	E	R	T	E	R		T			
1	30,16	29,48	29,74	30,14	162,8	572,4	735,2	3	16	19	54,27	35,78	-	1,52
2	30,14	30,42	30,22	30,04	25,7	116,3	140,9	3	16	19	8,57	7,20	-	1,19
3	29,70	29,82	29,46	29,54	111,3	369,3	480,6	3	16	19	37,10	23,08	-	1,61
4	29,58	29,70	29,86	29,78	21,4	174,8	196,2	3	16	19	7,13	10,93	-	0,65
5	30,26	30,20	30,10	30,60	19,6	52,2	71,8	3	16	19	6,53	3,26	-	2,00

94

SOBRE LAS POSIBILIDADES DE UTILIZACION DE LOS MOTORES SINCRONICOS PARA LA COMPENSACION DE LA POTENCIA REACTIVA EN LAS REDES DISTRIBUIDORAS CON CARGA ASINCRONICA

C.Dr. Eugeny Maximovich P., Instituto de Minas de Leningrado. Ing. Luis Rojas P., Instituto Superior Minero Metalúrgico. Ing. Angel Columbiè N., Instituto Superior Minero Metalúrgico.

RESUMEN

El trabajo presenta un estudio de las propiedades del motor sincrónico en dependencia de la variación de la carga en su eje y de la corriente de excitación.

Se muestran las correlaciones que determinan la capacidad compensadora del motor sincrónico, partiendo de la correlación de las pérdidas de potencia en el motor y en la red compensada.

Finalmente se dan las expresiones que permiten valorar la conveniencia técnico-económica de la utilización del motor sincrónico o de condensadores en calidad de instalaciones compensadoras en las redes distribuidoras, partiendo de la correlación de las pérdidas de potencia en el motor y en la red compensada, y del mínimo de gastos reducidos.

ABSTRACT

This work presents a study on the properties of synchronous motors depending on charge variation in their axis, and on the excitation current. It also shows the correlations determining the compensating capacity of the synchronous motor, on the basis of the correlation of power loss in the motor, and in the compensated network.

Finally, expressions are given, which allow to assess the technical and economic convenience of using the synchronous or condenser motor as compensating facilities in the distribution network, on the basis of the correlation of power loss in the motor and in the compensated network, and with the minimum reduced expenditure.

95