

Tesis de Posgrado

Dosificación fotométrica de aluminio en aguas con el reactivo Cupferrón

Pereyra, Caupolicán Jorge

1941

Tesis presentada para obtener el grado de Doctor en Química de la Universidad de Buenos Aires

Este documento forma parte de la colección de tesis doctorales y de maestría de la Biblioteca Central Dr. Luis Federico Leloir, disponible en digital.bl.fcen.uba.ar. Su utilización debe ser acompañada por la cita bibliográfica con reconocimiento de la fuente.

This document is part of the doctoral theses collection of the Central Library Dr. Luis Federico Leloir, available in digital.bl.fcen.uba.ar. It should be used accompanied by the corresponding citation acknowledging the source.

Cita tipo APA:

Pereyra, Caupolicán Jorge. (1941). Dosificación fotométrica de aluminio en aguas con el reactivo Cupferrón. Facultad de Ciencias Exactas y Naturales. Universidad de Buenos Aires. http://digital.bl.fcen.uba.ar/Download/Tesis/Tesis_0261_Pereyra.pdf

Cita tipo Chicago:

Pereyra, Caupolicán Jorge. "Dosificación fotométrica de aluminio en aguas con el reactivo Cupferrón". Tesis de Doctor. Facultad de Ciencias Exactas y Naturales. Universidad de Buenos Aires. 1941. http://digital.bl.fcen.uba.ar/Download/Tesis/Tesis_0261_Pereyra.pdf

EXACTAS UBA

Facultad de Ciencias Exactas y Naturales



UBA

Universidad de Buenos Aires

DOSEIFICACION FOTOMETRICA DE ALUMINIO
EN AGUAS CON EL REACTIVO CUPFERRON

Tesis: 261.

Trabajo de Tesis realizado por
Gaupolicán Jorge Pereyra
Doctorado en Química
1 9 4 1

FOFNA

I) Resumen de los antecedentes bibliográficos.

Pinkus y Martin (1) en 1926 dieron la primera indicación de la reacción entre el cupferrón y el aluminio. La reacción se produce en medio neutro o débilmente ácido, dando un precipitado blanco; si la concentración de aluminio es inferior a 10^{-4} átomos gramo por litro no hay formación de precipitado, pero se obtiene una tenue suspensión de aspecto coloidal, amarilla por transparencia y azulada por reflexión. La gran sensibilidad de esta reacción permitió a Pinkus y Martin realizar un método nefelométrico para la dosificación de muy pequeñas cantidades de aluminio, que aplicaron a la determinación de solubilidades de los derivados metálicos del cupferrón (2).-

En 1927 de Bronckere y Beleke (3) determinaron los límites de aplicación del método e indicaron con precisión como debe efectuarse la técnica. Sus conclusiones pueden resumirse así:

1. El método es aplicable a soluciones de aluminio cuyas concentraciones en átomos gramo de aluminio por litro, varían entre 10^{-3} y $5 \cdot 10^{-6}$.
2. La reacción debe efectuarse añadiendo 1 ml de solución acuosa al 5% de cupferrón a 25 ml de la solución que contiene el aluminio, en medio ligeramente ácido (ClH o SO_4H_2 0,001-0,002 N); se añaden las mismas cantidades de reactivos a 25 ml de una solución patrón de

cloruro o sulfato de aluminio en SO_4H_2 o ClH 0,001-0,002 N; la comparación se realiza con el esclerómetro de Duboseq, intercalando una lámina de vidrio azul entre el ojo y el ocular. Si la concentración está comprendida entre 10^{-3} y 10^{-4} at.gr/l debe añadirse 1 ml de hidrosol de gelatina al 0,1% (coloide protector); si la concentración es inferior a $5 \cdot 10^{-5}$ at.gr/l la comparación se efectúa nefelométricamente.-

3. La dosificación puede realizarse en presencia de grandes cantidades de cinc y níquel.-

En el mismo año (1927), Pinkus y Belcke (4) aplicaron la reacción entre el cupferrón y el aluminio a la dosificación gravimétrica de éste. Llegaron a la conclusión que el procedimiento es mas preciso y rápido que el clásico del amoníaco; que la dosificación puede efectuarse en presencia de hierro y cobre precipitándose con cupferrón en medio fuertemente ácido, neutralizando el filtrado y precipitando entonces el aluminio; que con esta reacción se realiza muy bien la separación entre el aluminio y el magnesio debido a la gran solubilidad del compuesto de magnesio en el agua y en los ácidos diluidos.-

En 1928 Graber (5) dió un método para la determinación de Fe, Ti, Al y Cr con el reactivo cupferrón.-

En 1935, Neunier (6) necesitado un método preciso para

desificar pequeñas entidades de aluminio en cenizas de vegetales, eligió el propuesto por de Breuckere y Beleke (3). Con el objeto de hacer su aplicación más general, realizó una doble investigación:

1. Sobre las condiciones de formación y crecimiento del precipitado coloidal.-
 2. Sobre la eliminación de los cationes que interfieren.-
- Resumimos las conclusiones del autor (6) referentes a estos

puntos:

1. El precipitado coloidal se forma en soluciones de aluminio ($2 \leq \text{pH} \leq 5$) cuyas concentraciones en at.gr./l de aluminio varían entre 10^{-5} y 10^{-7} (límite de sensibilidad); la formación del precipitado es completa a los 10 minutos (la presencia de fosfatos aumenta algo este período de formación). El crecimiento del precipitado continúa durante un lapso mayor (20 a 50 minutos), cuya duración depende del pH de la solución y de los cationes extraños que ésta contiene; sin embargo cuando el medio alcanza su opacidad máxima, el valor de ésta $\log \frac{I_0}{I_t}$ sólo depende de la concentración de aluminio.-
2. Fundándose en una publicación de Lundell y Knowles (7), en el trabajo ya citado de Pinkus y Martin (2) y en sus propias experiencias, el autor (6) establece que

la precipitación de los distintos metales por el cupferrón depende del pH de la solución y resume sus conclusiones en el siguiente cuadro:

Metales que precipitan por adición de cupferrón.

<u>a pH < 1.8</u>	<u>a 2 ≤ pH ≤ 5</u>
Fe	Al
Cu	
Ti	Cr
Mo	
Sn	Be

De estos resultados y del hecho que los derivados metálicos del cupferrón son solubles en cloroformo, surge la técnica para la dosificación del aluminio. Manteniendo el pH inferior a 1,8 se precipitan los metales de la columna izquierda por adición de cupferrón; se disuelven los precipitados formados añadiendo cloroformo; se separa la capa cloroformica; se modifica el pH de la solución acuosa hasta que resulte comprendido entre 2 y 5; se precipita entonces el aluminio (en ausencia de Cr y Be) mediante nueva adición de cupferrón. Para la medición de la opacidad del medio el autor (6) utilizó con éxito el espectrofotómetro de Fery (8) y el opacímetro fotoeléctrico R.P., más preciso.-

Por último, Meunier (9) en 1936, aplicó nuevamente la reacción entre el cupferrón y el aluminio, a la dosificación de éste en tejidos animales.-

- - - - -

II Fundamento de la aplicación de las mediciones fotométricas al análisis cuantitativo.

Si un haz luminoso de rayos paralelos de intensidad I_0 incide sobre un medio coloreado o turbio y recorre dentro de él una longitud d , la intensidad I_t del haz luminoso emergente es, en general, menor que I_0 . Este fenómeno, denominado absorción se debe a la transformación de la energía radiante en otras formas de energía (calorífica, química, etc.) y también a la desviación de los rayos producida por las partículas en suspensión.

El valor de la relación $\frac{I_t}{I_0} < 1$ (factor de absorción),

es una cierta función de la frecuencia ν de la radiación, de la longitud d , de la naturaleza de la sustancia que produce el color o la turbiedad del medio y de la concentración c de la misma en éste. Para muchos medios coloreados o turbios esta función tiene la forma

$$\frac{I_t}{I_0} = 10^{-\epsilon d c}$$

conocida como ley de Beer, donde:

I_0 = intensidad del haz luminoso incidente

I_t = intensidad del haz luminoso emergente

ϵ = coeficiente de extinción (constante, que para cada frecuencia:

sólo depende de la naturaleza de la sustancia absorbente y de la unidad de longitud elegida).

c= concentración de la sustancia que produce el color o la turbiedad del medio.

d= Longitud de la capa absorbente.

Sea una solución coloreada o una suspensión para la cual es válida la ley de Beer. Si consideramos muestras de concentraciones c_1, c_2, \dots, c_n , entre éstas y los factores de

absorción respectivos $\left(\frac{I_t}{I_0}\right)_{c_1}, \left(\frac{I_t}{I_0}\right)_{c_2}, \dots, \left(\frac{I_t}{I_0}\right)_{c_n}$

se verificarán las siguientes relaciones:

$$\left(\frac{I_t}{I_0}\right)_{c_1} = 10^{-\epsilon d c_1} ; \left(\frac{I_t}{I_0}\right)_{c_2} = 10^{-\epsilon d c_2} \dots\dots; \left(\frac{I_t}{I_0}\right)_{c_n} = 10^{-\epsilon d c_n}$$

$$\log\left(\frac{I_0}{I_t}\right)_{c_1} = \epsilon d c_1 ; \log\left(\frac{I_0}{I_t}\right)_{c_2} = \epsilon d c_2 \dots\dots; \log\left(\frac{I_0}{I_t}\right)_{c_n} = \epsilon d c_n$$

$$\frac{c_1}{\log\left(\frac{I_0}{I_t}\right)_{c_1}} = \frac{c_2}{\log\left(\frac{I_0}{I_t}\right)_{c_2}} = \dots\dots = \frac{c_n}{\log\left(\frac{I_0}{I_t}\right)_{c_n}} = \frac{1}{\epsilon d} = k$$

donde k es una constante que depende, para cada sustancia, de la longitud g de la capa absorbente y de las unidades elegidas para medir g . La constante k se puede determinar experimentalmente si mediante algún procedimiento se logran medir los factores de

absorción $\left(\frac{I_t}{I_0}\right)_{C_1}$, $\left(\frac{I_t}{I_0}\right)_{C_2}$ $\left(\frac{I_t}{I_0}\right)_{C_n}$. Conocido el valor de k se puede determinar la concentración de una muestra desconocida, midiendo su factor de absorción $\left(\frac{I_t}{I_0}\right)_{C_x}$ y aplicando la fórmula:

$$C_x = k \log \left(\frac{I_0}{I_t}\right)_{C_x}$$

Los factores de absorción se miden en aparatos denominados fotómetros.

III Descripción del fotómetro Pulfrich-Zeiss (')

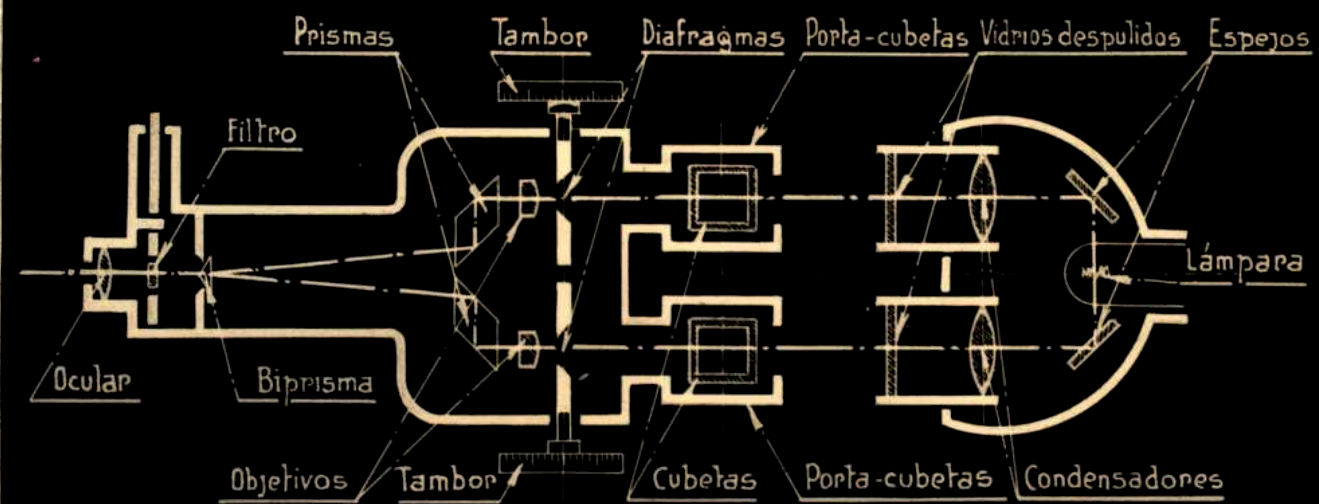
No hacemos aquí la descripción completa del fotómetro Pulfrich-Zeiss. Sólo nos ocupamos de las partes cuyo conocimiento juzgamos más importante para entender la determinación de los factores de absorción, a saber:

1. Obtención de luz de longitud de onda definida.
2. Graduación de los tambores.

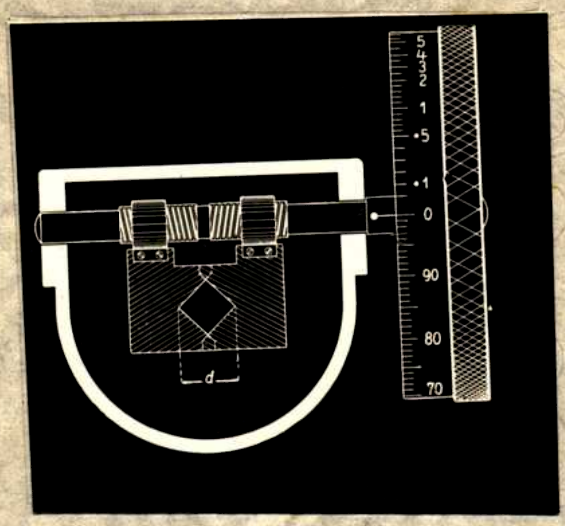
Incluimos también las figuras 1 y 2, que muestran respectivamente, la disposición del aparato para efectuar las mediciones de absorción y el mecanismo que vincula la rotación de los tambores con la abertura de los diafragmas.

1. Ya hemos visto que el valor de la relación $\frac{I_t}{I_0}$ (factor de absorción) depende de la longitud de onda de la luz utilizada en su determinación. Los fotómetros espectrales e espectrofotómetros (aparatos para medi-

(') En base al folleto Mess 431 de Carl Zeiss Jena.



— Fig. N° 1 —



ciones de precisión), poseen prismas de dispersión que permiten obtener luz monocromática. El aparato de Pulfrich Zeiss no es un espectrofotómetro. En él no es posible la obtención de luz monocromática, pero se obtiene luz de pureza suficiente para las determinaciones analíticas, mediante 8 filtros espectrales que dividen el espectro visible en 8 partes aproximadamente iguales. Cada uno de estos filtros proporciona un intervalo tal del espectro visible, que las longitudes de onda de sus radiaciones extremas difieren entre sí en $30-35m\mu$. Los filtros se designan por la letra S seguida de un número que es la décima parte del valor medio de la longitud de onda (medida en $m\mu$) de la luz que proporcionan. Mediante un dispositivo a revólver, cada filtro puede ser colocado entre el bispisma y el ocular (ver fig. 1).

2. Los diafragmas son cuadrados. Cada uno está constituido por dos láminas metálicas talladas en ángulo recto, que al girar el tambor se mueven a lo largo de una diagonal del cuadrado, disminuyendo o aumentando la superficie de éste en forma tal que su centro está situado siempre sobre el eje óptico del aparato (ver fig. 2). En lo que sigue usamos las siguientes designaciones:

α = ángulo de rotación del tambor

a = área de la abertura del diafragma correspondiente al

ángulo de rotación α

d = longitud de la diagonal del diafragma correspondiente al ángulo de rotación. α

l = longitud del lado del diafragma correspondiente al ángulo de rotación. α

I = intensidad del haz luminoso cuando la abertura es a

I_0 = intensidad del haz luminoso cuando la abertura es máxima.

Como unidad de longitud elegimos el lado del diafragma cuando la abertura es máxima. De acuerdo a esta elección al girar el tambor tendremos:

Para $\alpha = 0$; $a=0$; $d=0$; $l=0$; $I=0$

Para $\alpha = 360$; $a=1$; $d=\sqrt{2}$; $l=1$; $I=I_0$

Además, en virtud del mecanismo que vincula la abertura del diafragma con la rotación del tambor, d es función lineal de α ; por lo tanto:

$$\frac{d}{\sqrt{2}} = \frac{\alpha}{360} \quad (1)$$

Por otra parte se sabe que:

$$\frac{I}{I_0} = \frac{a}{1} \quad ; \quad a = l^2 = \frac{d^2}{2}$$

y sustituyendo en (1):

$$\frac{I}{I_0} = \left(\frac{\alpha}{360}\right)^2 \quad \sigma \quad \alpha = 360 \sqrt{\frac{I}{I_0}}$$

Los tambores han sido graduados colocando sobre cada división α de los mismos el valor de $\frac{I}{I_0}$ que resulta de la expresión anterior. El aparato que hemos utilizado tiene sobre cada tambor dos escalas: una en negro que indica $\frac{I}{I_0} 100$ y otra en rojo que indica $\log. \frac{I_0}{I}$.-

Si estando ambos tambores en la división 100 (escala en negro), interceptamos los haces de rayos con dos cubetas de igual longitud, conteniendo una la solución coloreada e suspensión de concentración g cuyo factor de absorción $\left(\frac{I_t}{I_0}\right)_c$ se desea medir, y la otra el disolvente, las dos mitades del campo fotométrico aparecerán con iluminaciones distintas. La mitad del campo menos iluminada corresponde al haz interceptado por la solución coloreada e la suspensión. En estas condiciones, girando el tambor correspondiente a la mitad más iluminada del campo, se modifica su iluminación hasta lograr que el campo fotométrico resulte homogéneamente iluminado. La lectura correspondiente sobre la escala en negro será un cierto valor

$$\frac{I}{I_0} 100$$

Es evidente, teniendo en cuenta las explicaciones anteriores, que este $\frac{I}{I_0}$ coincide con $\left(\frac{I_t}{I_0}\right)_c$, que es lo que queríamos determinar.

- - - - -

IV. Ensayos preliminares.

La primera experiencia consistió en determinar el valor numérico de la constante

$$k = \frac{c}{\log \left(\frac{I_0}{I_t} \right)_c}$$

Con este objeto preparamos soluciones de aluminio de distintas concentraciones a partir de una solución madre de alumbre amoniacal valorada gravimétricamente (1 ml = 0,1 mg de Al). La técnica es la siguiente:

En balones aforados de 100 ml se mide el volumen de solución madre deseado, se agregan 10 ml de HCl N y 7,5 ml de acetato de sodio $2N$ ($pH \approx 4,5$); se completa el volumen con agua destilada, se añade 1 ml de solución acuosa al 5% de cupferrón (recientemente preparada), se agita tres o cuatro veces y a los 30 minutos se efectúa la medición en el fotómetro utilizando el filtro S 53 y cubetas de 30 mm de longitud. En el cuadro siguiente indicamos los resultados de la experiencia.

Solución Nº	$\frac{c}{mg/l}$	$\log\left(\frac{I_0}{I_t}\right)_c$	k	$\frac{k - k_m}{k_m} 100$
1	0,25	1) 0,099 2) 0,091 3) 0,099 0,098 4) 0,107 5) 0,094	2,55 (*)	
2	0,50	1) 0,244 2) 0,239 3) 0,249 0,241 4) 0,237 5) 0,237	2,07	+ 3,0
3	1,00	1) 0,492 2) 0,494 3) 0,494 0,495 4) 0,498 5) 0,494	2,02	+ 0,5
4	1,50	1) 0,759 2) 0,764 3) 0,774 0,769 4) 0,779 5) 0,769	1,95	- 0,5
5	1,75	1) 0,859 2) 0,879 3) 0,879 0,873 4) 0,869 5) 0,879	2,00	- 0,5
6	2,00	1) 1,009 2) 1,009 3) 0,999 1,003 4) 0,999 5) 0,999	1,99	- 1,0

(*) Dato repetido.

C
mg/l.

2.0

1.5

1.0

0.5

0

0.1

0.2

0.3

0.4

0.5

0.6

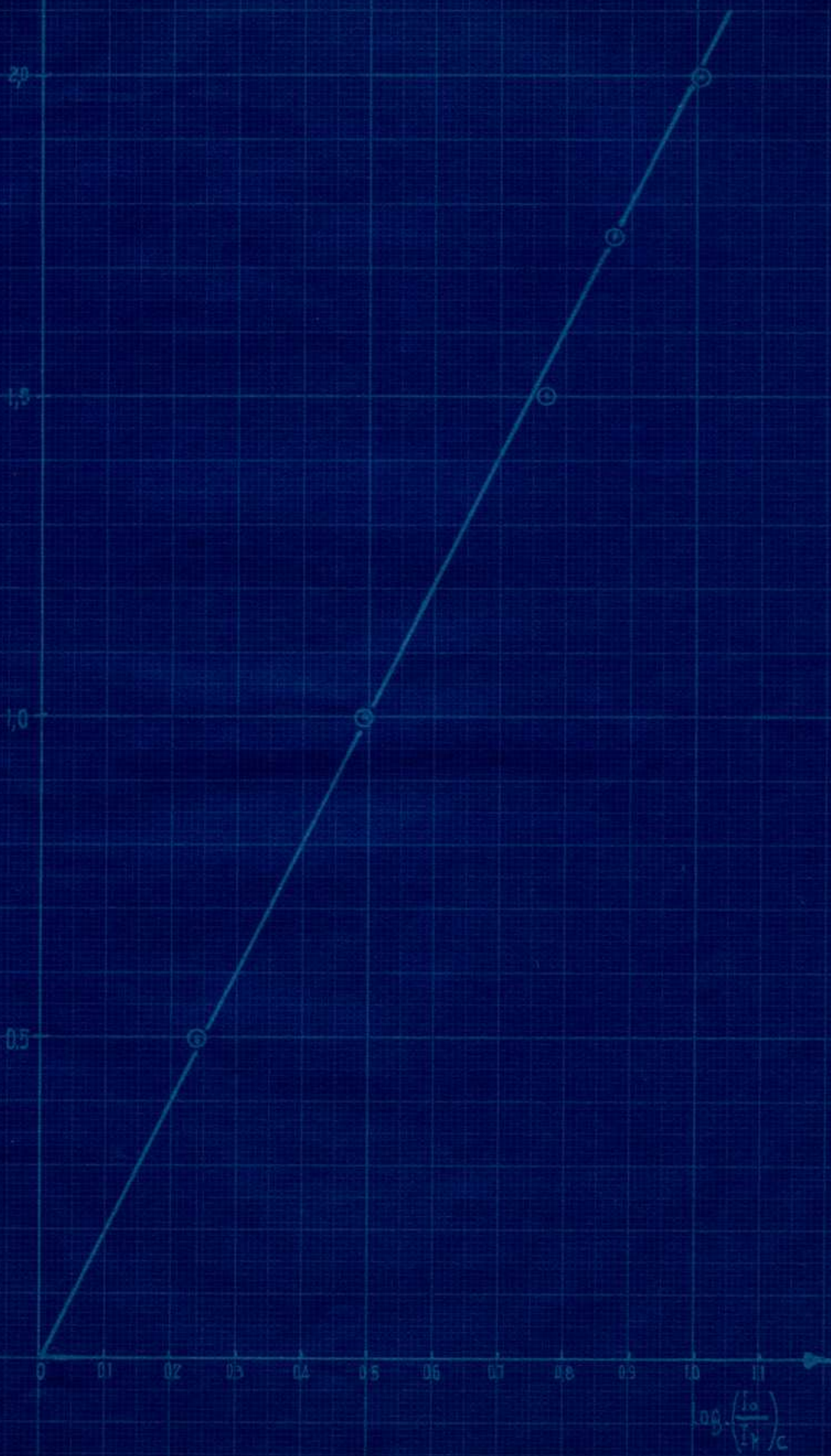
0.7

0.8

0.9

1.0

$\log \left(\frac{I_0}{I} \right) / C$



De la observación del cuadro se deduce:

1. El valor de k correspondiente a la solución N° 1 ($G = 0,25 \text{ mg/l}$) es notablemente superior a los hallados para las otras soluciones.
2. En el intervalo $0,5 \text{ mg/l} \leq g \leq 2,0 \text{ mg/l}$, k se mantiene sensiblemente constante, puesto que las mayores desviaciones respecto de su media aritmética ($k_m = 2,01$) sólo alcanzan a $\pm 3 \%$.

Concluimos pues, que en el intervalo de concentraciones indicado, la ley de Beer se cumple con aproximación suficiente para el fin analítico que perseguimos.

La segunda experiencia se refiere a la interferencia del hierro. Ya hemos visto que Mouvier (6) lo eliminaba por precipitación con sulferrón a $\text{pH} < 1,8$, disolviendo el precipitado en el reformo, y que desulfuraba luego el aluminio en el líquido acuoso resultante. Teniendo en cuenta que las cantidades de Fe disueltas que existen en las aguas son muy pequeñas (desde 0 hasta $0,3 \text{ mg/l}$), juzgamos muy sensible determinar experimentalmente que influencia produce en $\log\left(\frac{I_0}{I_t}\right)_c$ la adición de pequeñas cantidades de hierro y deducir de este ensayo un factor de corrección para $\log\left(\frac{I_0}{I_t}\right)_c$. Con este objeto preparamos dos series de muestras:

Muestra N°	SERIE I		SERIE II	
	Al (mg/l)	Fe (mg/l)	Al (mg/l)	Fe (mg/l)
1	1	0	0,5	0
2	1	0,1	0,5	0,1
3	1	0,2	0,5	0,2
4	1	0,3	0,5	0,3

La técnica para la preparación de estas muestras es análoga a la de la experiencia anterior, añadiéndose el Fe en forma de solución de alumbre férrico valorada gravimétricamente (1 ml = 0,1 mg de Fe). Las mediciones fotométricas se efectuaron con el filtro S 53 y cubetas de 30 mm de longitud. Indicamos los resultados en el cuadro siguiente:

Muestra Nº	SERIE I		SERIE II		$\Delta \log \frac{I_o}{I_t}$
	$\log \frac{I_o}{I_t}$	$\Delta \log \frac{I_o}{I_t}$	$\log \frac{I_o}{I_t}$	$\Delta \log \frac{I_o}{I_t}$	
1	1) 0,240 2) 0,235 3) 0,238 0,240 4) 0,242 5) 0,243		1) 0,490 2) 0,497 3) 0,499 0,496 4) 0,495 5) 0,500		
2	1) 0,290 2) 0,290 3) 0,288 0,290 4) 0,292 5) 0,290	0,050	1) 0,559 2) 0,554 3) 0,550 0,556 4) 0,559 5) 0,559	0,060	0,060
3	1) 0,332 2) 0,338 3) 0,335 0,336 4) 0,339 5) 0,335	0,096	1) 0,602 2) 0,610 3) 0,601 0,607 4) 0,612 5) 0,612	0,111	0,111
4	1) 0,388 2) 0,390 3) 0,394 0,390 4) 0,390 5) 0,390	0,150	1) 0,660 2) 0,650 3) 0,660 0,656 4) 0,650 5) 0,660	0,160	0,160
F_M 0,049			F_M 0,055		

Con F_M indicamos el valor medio del factor de corrección para $\log \frac{I_o}{I_t}$ por cada 0,1 mg/l de Fe.

De la observación del cuadro se deduce:

a) En ambas series de muestras, los incrementos producidos en $\log \frac{I_o}{I_t}$ por la adición de 0,1 0,2 y 0,3 mg/l de Fe, están en relación aproximadamente lineal con estas cantidades;

b) Los valores medios del factor de corrección por cada 0,1 mg/l de Fe añadido son sensiblemente iguales (0,049 y 0,055), pudiendo considerarse como factor de corrección, con fines prácticos, la media aritmética de ambos (0,052).-

- - - - -

V Técnica para la dosificación de aluminio en aguas.

Experiencias de verificación.

De los resultados anteriores surge la posibilidad de modificar la técnica de Meunier (6). En efecto, en ausencia de Cu, Ti, Mo, Sn, Cr y Be se pueden precipitar juntos el Fe y el Al por adición de cupferrón a sus soluciones ($2 \leq \text{pH} \leq 5$), dosificar colorimétricamente el Fe en muestra aparte y corregir en base a este dato el valor de $\log \frac{I_0}{I_t}$. Los elementos mencionados raramente se encuentran en aguas naturales y cuando esto ocurre sus concentraciones son despreciables desde el punto de vista analítico (generalmente inferiores a 0,05 mg/l), de modo que la medición fotométrica no sería afectada. No obstante la modificación que proponemos no podrá ser aplicada con certeza sino a aquellas aguas cuya composición química se haya investigado con métodos suficientemente sensibles (espectroscopía) que permitan asegurar la ausencia de estos elementos o que existen en concentraciones realmente despreciables ('). Este es el caso del agua de la Capital Federal y de las ciudades de Santa Fé y Córdoba (10).-y(11).

La técnica que proponemos es la siguiente:

Se evaporan a baño maría 200 ml (x) de agua filtrada, en cápsula de porcelana, hasta sequedad; el residuo se trata por 1 ó

(') En todo caso siempre es posible la aplicación de la técnica original de Meunier.

(x) El volumen de agua evaporado debe ser tal que la concentración en Al de la solución en que se efectúa la medición fotométrica esté comprendida entre 0,5 y 2 mg/l.

2 ml de ácido clorhídrico (d=1,19) gota a gota, humedeciendo también las paredes de la cápsula y se evapora nuevamente a sequedad; se agregan 10 ml de ácido clorhídrico \underline{N} y se deja a baño maría durante 5 minutos aproximadamente; se filtra sobre matras aferado de 50 ml, se lava tres veces con pequeñas porciones de agua destilada, se añaden 7,5 ml de acetato de sodio 2 \underline{N} y se completa el volumen con agua destilada. Se agrega 1 ml de solución acuosa al 5% de cupferrón (recientemente preparada) se agita tres o cuatro veces y a los 30 minutos se efectúa la medición fotométrica con el filtro S 53 y cubetas de 30 mm. Se obtiene así una cierta lectura $l = \log \frac{I_0}{I_t}$.

En muestra aparte se dosifica el Fe de acuerdo a la técnica siguiente ⁽¹²⁾ (11):

Se miden en tubo Nessler 100 ml de agua filtrada, se agregan 2 ml de ácido clorhídrico aproximadamente 3 \underline{N} y solución 0,2 \underline{N} de permanganato de potasio, gota a gota, hasta débil coloración rosada persistente; en la misma forma se preparan una escala de patrones a partir de una solución valorada de Fe; se añaden a la muestra y a los patrones 5 ml de solución 3 \underline{N} de tiocianato de potasio, se agita y se compara observando longitudinalmente sobre fondo blanco. Sea n el número de décimas de mg de Fe por litro.

La concentración de aluminio se calcula de acuerdo a la expresión:

$$\text{mg/l Al} = 2,01 \left(\frac{l}{4} - 0,052 n \right)$$

Como verificación de la técnica descripta hemos dosificado Al en aguas preparadas en el laboratorio con cantidades de aluminio conocidas y en aguas naturales a las que añadíamos una cierta cantidad de aluminio. En el cuadro siguiente indicamos los resultados obtenidos:

Muestra Nº	Al agregado mg/l	Al encontrado mg/l
1	0,98	1,07
2	1,00	1,00
3	1,00	0,99
4	1,00	1,05
5	2,00	1,86
6	0,50	0,55
7	0,50	0,45
8	0,50	0,52

A continuación damos la lista de los resultados obtenidos en la desificación de aluminio en el agua de la Capital Federal y en algunas aguas del interior:-

Datos en aguas de la Capital Federal

Fecha	Aluminio mg/l
24/I/938 (grifo del laboratorio)	0,42
2/II/938 " " "	0,65
9/II/938 " " "	0,55
21/II/38 " " "	0,60
24/II/38 " " "	0,49
7/I/1939 " " "	0,36
10/I/939 " " "	0,50
10/I/939 (repetición de la anterior)	0,50
11/I/939 (Depósito calle Córdoba)	0,39
" (Depósito Caballito)	0,50
" (Depósito Villa Devoto)	0,34
" (Vieytes 1019)	0,36
" (Av. de Mayo 525)	0,48
" (Gral. Urquiza 609)	0,44
" (Línea Clorada Est. Palermo)	0,41
8/II/939 (Grifo del laboratorio)	0,84

-Datos en aguas del interior-

Localidad.	Aluminio mg/l
Salta (Río San Lorenzo)	0,25
Posadas (Casa administración)	0,17
Jujuy (Galería filtrante N° 1)	0,15
Jujuy (Galería filtrante N° 1) repetición	0,14
San Martín de Mendoza (Pozo).	0,20
Mendoza (Casa Administración)	0,12
Esquí (pozo)	0,15
Orán (Casa Administración)	0,15
Paraná (Casa Administración)	0,28
Corrientes (Casa Administración)	0,15
Resistencia (Decantador)	
Res. de la Frontera (25 de Mayo 507)	
Río Cuarto (Casa Administración)	Vestigios (<0,10 mg/l)
Viedma (filtrada)	
La Rioja (Casa Administración)	

- - - - -

VI Aplicación del método al control de purificación de aguas tratadas con sulfato de aluminio.

La observación de los resultados obtenidos en los ensayos preliminares y en las experiencias de verificación indica que el método posee sensibilidad y precisión suficientes para poner de manifiesto pequeñas variaciones en la concentración de aluminio de las aguas. En particular, parece posible determinar si el tratamiento de las aguas con sulfato de aluminio, seguido de alcalinización con cal, produce algún aumento en la concentración de aluminio de las mismas ('). A título informativo reproducimos los resultados obtenidos con aguas de distintos establecimientos de purificación que utilizan el tratamiento mencionado.

Establecimiento Palermo

<u>Agua natural</u>		<u>Agua filtrada</u>	
pH	Al disuelto mg/l	pH	Al disuelto mg/l
7,5	0,12	7,5	0,16
7,8	0,15	7,7	0,19
7,7	0,21	8,1	0,24
7,9	0,15	7,3	0,15

- - - - -

(') Algunos autores atribuyen importancia, desde el punto de vista higiénico, a la presencia de aluminio en las aguas. (13)

Establecimiento de Concepción del Uruguay.

<u>Agua natural</u>		<u>Agua decantada</u>		<u>Agua filtrada</u>	
pH	Al disuelto mg/l	pH	Al disuelto mg/l	pH	Al disuelto mg/l
7,8	0,20	8,3	0,18	7,2	0,13

- - - - -

Establecimiento de la Ciudad de Córdoba

<u>Agua natural</u>		<u>Agua decantada</u>		<u>Agua filtrada</u>	
pH	Al disuelto mg/l	pH	Al disuelto mg/l	pH	Al disuelto mg/l
7,8	0,13	6,7	0,14	8,2	0,15

- - - - -

Establecimiento de la Ciudad de Paraná

<u>Agua natural</u>		<u>Agua decantada</u>		<u>Agua filtrada</u>	
pH	Al disuelto mg/l	pH	Al disuelto mg/l	pH	Al disuelto mg/l
7,4	0,11	6,9	0,11	9,8	0,60
7,4	0,15	6,9	0,13	9,2	0,32
7,4	0,11	6,9	0,11	10,1	0,75

- - - - -

Todas estas determinaciones se han efectuado sobre mues-

tras de agua extraídas en las distintas etapas de su purificación con intervalos de tiempo tales que, presumiblemente, aquellas forman parte de un mismo volumen de agua en las sucesivas fases de su tratamiento (muestras correspondientes). Por esta razón, las variaciones en la composición química del agua sólo son imputables al tratamiento sufrido por ésta.

La observación de los resultados obtenidos muestra que en todos los casos en que la alcalinización ha sido excesiva (pH elevado del agua filtrada), existe un aumento apreciable en la concentración de aluminio.

Finalmente hemos tratado de reproducir estos resultados en el laboratorio. Con este objeto efectuamos el siguiente ensay

En 5 vasos de precipitación de 2 litros de capacidad, colocamos 5 litros de agua decantada (1 litro en cada uno) extraída de un decantador del Establecimiento Palermo. A partir del segundo vaso inclusive, agregamos volúmenes crecientes de agua de cal, agitamos y determinamos el pH, potenciométricamente, con electrodo de vidrio. Después de 24 horas, filtramos las muestras y desificamos el aluminio de acuerdo a la técnica ya descripta. Indicamos los resultados obtenidos en el cuadro siguiente:

Muestras Nº	pH	Al disuelto mg/l
1	6,0	0,11
2	6,9	0,11
3	8,2	0,26
4	9,4	0,50
5	10,3	0,56

VII) Conclusiones.

1. La técnica propuesta permite, con las restricciones ya indicadas, la dosificación de pequeñas cantidades de aluminio en aguas (desde 0,1 mg/l), con un error ^or aproximadamente igual al 5%. En ningún caso el error ha sido superior al 10% (Ver Experiencias de verificación).
2. La sensibilidad y precisión del método permiten un control eficiente de la purificación de las aguas tratadas con coagulantes a base de aluminio.-

- - - - -
- - - - -
- - - - -

FOENSA

BIBLIOGRAFIA

- 1) A Pinkus et P. Martin. *Chimie et Industrie. VI Congrès de Chimie Industrielle (1926)*. Pág. 182.
- 2) A Pinkus et P. Martin. *Journal de Chimie Physique. 24, 83 y 127 (1927)*.
- 3) De Brouckere et Belcke. *Bull. Soc. Chim. de Belgique. 36, 288, (1927)*.
- 4) Pinkus et Belcke. *Bull. Soc. Chim. de Belgique. 36, 277 (1927)*.
- 5) Gruber. *Ing.Chim. 16, 87 (1928)*. *Chem. Abstracts. 22, 4405² (1928)*.
- 6) P. Meunier. *Bull.Soc.Chim.Biologique. 17, 548 (1935)*.
- 7) Lundell and Knowles. *Ind.Eng.Chem. 12, 344 (1920)*.
- 8) Féry. *Journal de Physique. 9, 819 (1910)*.
- 9) P. Meunier. *Compt. Rend. 203, 891 (1936)*.
- 10) R.F.Reeder. *Publicaciones de la Facultad de Ciencias Físico-Matemáticas. Serie Segunda, 2, Revista. Págs. 142 y sig. (1940)*.
- 11) R.F.Reeder. *Comunicación privada*.
- 12) *Métodos de Análisis del Laboratorio de O.S.N. En publicación.*
- 13) *Mellon Institute of Industrial Research. Bulletin N: 3. Bibliographic Series. - "A select, annotated bibliography on the hygienic aspects of aluminium and aluminium utensils".*

Sobre fotometría y sus aplicaciones al análisis cuantitativo se han consultado las siguientes obras:

John W. F. Walsh-Photometry (1926).

Imardi-Cello - Física, 2ª Course. 2ª Fascículo, Optica. (1938).

I.M.Kelthoff and E.B. Sandell. Textbook of Quantitative Inorganic Analysis (1937).