

**Determinación Espectrofotométrica de Zinc en muestras
de Río-Tinto previa extracción del Ditizonato
con Tetracloruro de Carbono**

por
B. RODRIGUEZ HERNANDEZ
A. REYES TAMARAL

JUNTA DE ENERGIA NUCLEAR

MADRID, 1972

Toda correspondencia en relación con este trabajo debe dirigirse al Servicio de Documentación Biblioteca y Publicaciones, Junta de Energía Nuclear, Ciudad Universitaria, Madrid-3, ESPAÑA.

Las solicitudes de ejemplares deben dirigirse a este mismo Servicio.

Las publicaciones señaladas con la signatura /I pertenecen a la categoría a, "Memorias Científicas Originales"; las señaladas con la signatura /N pertenecen a la categoría b, "Publicaciones Provisionales o Notas Iniciales"; y los señalados con las signaturas /C, /CM, /B, /Conf pertenecen a la categoría c, "Estudios Recapitulativos" de acuerdo con la recomendación GC(VII)/RES/150 del OIEA, y la UNESCO/NS/177.

Se autoriza la reproducción de los resúmenes analíticos que aparecen en esta publicación.

Este trabajo se ha recibido para su impresión en Abril de 1.972.

Depósito legal nº M-12891 - 1972.

I N D I C E

	<u>Págs.</u>
RESUMEN	1
1. INTRODUCCION	3
2. METODO NORMALIZADO	4
2.1. Fundamento	4
2.2. Precisión y límites de aplicación	4
2.3. Reactivos	4
2.4. Procedimiento	6
3. PARTE EXPERIMENTAL	8
3.1. Curva de calibrado	8
3.2. Efecto de hierro y cobre	8
3.3. Comparación de resultados	8
3.4. Determinación de la precisión	8
4. REFERENCIAS	14

DETERMINACION ESPECTROFOTOMETRICA DE ZINC
EN DISOLUCIONES IMPURAS

Por

RODRIGUEZ HERNANDEZ, B.[®]
REYES TAMARAL, A.

RESUMEN

Para determinar zinc en disoluciones acuosas de Rio Tinto, se estudia un método espectrofotométrico, que puede aplicarse a concentraciones desde 1 mg Zn/l, en presencia de hierro, cobre y otras impurezas.

El ditizonato de zinc, a pH 5, se separa por extracción en tetracloruro de carbono, en presencia de varios complejantes de otros cationes. Para asegurar finalmente la selectividad del método, se aplica el procedimiento monocolor, que consiste en eliminar el exceso de ditizona en la fase de tetracloruro de carbono por lavado con disolución de sulfuro sódico. La absorbancia del ditizonato de zinc se mide en espectrofotómetro Beckman DU-2 a 535 nm.

Se describe un método normalizado para la determinación de zinc en muestras acuosas de Rio Tinto, que suelen contener cantidades grandes de impurezas, especialmente hierro y cobre.

El estudio experimental comprende:

a) Efecto de hierro y cobre. Al determinar zinc en disoluciones sintéticas que contienen hierro y cobre se puede considerar, en principio, que no interfieren estos elementos en la determinación del zinc, siendo $Cu/Zn \leq 10$ y $Fe/Zn \leq 50$.

b) Comparación de resultados. En muestras de Rio Tinto de concentraciones superiores a 2 g Zn/l, se ha determinado el zinc, aplicando el método espectrofotométrico de este informe y otros dos métodos: gravimetría y complexometría, previa separación del zinc como sulfuro. Los resul-

[®] División de Materiales.

tados de los tres métodos guardan entre sí una concordancia aceptable.

c) Precisión del método, para tres niveles de concentración de zinc en muestras de Rio Tinto, se determinan los coeficientes de variación :
37 mg Zn/l, CV = $\pm 3,2$ %; 270 mg Zn/l; CV = $\pm 2,1$ %; 823 mg Zn/l,
CV = $\pm 2,0$ %.

1. INTRODUCCION.

Un trabajo de recuperación de zinc y cobre en disoluciones acuosas de Rio Tinto, ha requerido poner a punto los métodos analíticos necesarios para determinar concentraciones variables de zinc (0,001 a 30 g/l) en presencia de cantidades grandes de hierro, hasta unos 40 g/l, y proporciones menores de cobre y otras impurezas.

A las muestras de concentración más elevadas de zinc, desde unos 5 g Zn/l, se aplica un método (1) que consiste en separar el zinc como sulfuro y valorar el zinc con complexona III o determinarlo por gravimetría como $ZnSO_4$. Para concentraciones menores de zinc, desde 1 mg/l, se ha puesto a punto el presente método espectrofotométrico.

Los métodos espectrofotométricos suelen tener suficiente sensibilidad para determinar contenidos de zinc desde algunas p.p.m. Sin embargo, los reactivos colorimétricos descritos en la bibliografía, son de una selectividad tan pequeña (2), que no es posible aplicarlos de una forma directa o sencilla a las muestras de Rio Tinto, por tratarse de disoluciones que contienen proporciones relativamente elevadas de impurezas catiónicas.

Como reactivo cromogénico se ha seleccionado la difeniltiocarbazona o ditizona (2), que ha sido ampliamente utilizada, en comparación con otros reactivos colorimétricos. No se trata de un reactivo selectivo, pero las interferencias pueden llegar a eliminarse por extracción líquido-líquido. El procedimiento se basa en extraer con tetracloruro de carbono el ditizonato de zinc a partir de una disolución acuosa a pH 5, midiéndose la absorbancia a 535 nm.

Se utilizan agentes complejantes para conseguir la selectividad del método, porque otros muchos metales reaccionarían con la ditizona en las mismas condiciones que el zinc. El citrato amónico se añade para complejar el hierro, aluminio y otros metales, impidiendo la precipitación de hidróxidos o sales básicas; el cianuro potásico evita las interferencias de níquel y cobalto. Se adiciona bis-(2-hidroxiethyl)-ditiocarbamato, que es un complejante general de varios cationes (3), anulando prácticamente el efecto de cadmio y cobre, cuando existen en proporciones inferiores (4) a unas diez veces respecto al zinc.

Por tratarse de muestras con cantidades generalmente grandes de impurezas catiónicas, la selectividad se asegura finalmente aplicando el procedimiento monocolor. El exceso de ditizona, de color verde, se elimina por lavado de la fase orgánica con disolución acuosa de sulfuro sódico (5), en condiciones adecuadas para separar la ditizona libre de la fase de tetracloruro de carbono, de modo que no se producen pérdidas apreciables de zinc. Se mide la D.O. de la disolución del ditizonato de zinc en un espectrofotómetro Beckman DU-2, a 535 nm.

2. METODO NORMALIZADO.

2.1. Fundamento.

El ditizonato de zinc en disolución acuosa a pH 5 se extrae con tetracloruro de carbono, midiéndose la absorbancia a 535 nm en un espectrofotómetro.

Para mejorar la selectividad de la extracción líquido-líquido se adicionan a la disolución acuosa a extraer, citrato amónico, cianuro potásico y bis-(2-hidroxietil)-ditiocarbamato, como complejantes de varios cationes. La selectividad del método se asegura finalmente aplicando el procedimiento del monocolor, que consiste en eliminar el exceso de ditizona, de color verde, por lavado con disolución de sulfuro sódico, midiendo únicamente la absorbancia originada por el color rojo del ditizonato de zinc.

2.2. Precisión y límites de aplicación.

Para tres niveles de concentración de zinc en disoluciones acuosas de Rio Tinto, se han obtenido las siguientes desviaciones típicas (tabla 4) :

<u>Conc. media de Zn</u>	<u>Desviación típica</u>
37 mg/l	± 1,2 mg/l (26 G. L)
270 mg/l	± 5,8 mg/l (24 G. L)
823 mg/l	± 16,8 mg/l (22 G. L)

Este método se aplica a las disoluciones acuosas de Rio Tinto, que contienen desde 1 mg Zn/l hasta 5 g Zn/l, en presencia de hierro, cobre y otras impurezas. En las muestras de Rio Tinto de concentraciones superiores a 5 g Zn/l, se suele determinar el zinc por gravimetría o complexometría, previa separación del sulfuro de zinc (1).

2.3. Reactivos.

a) Disolución de ditizona de 100 mg/l. Disolver 0,100 g de difeniltiocarbazona p.a. en 1000 ml de tetracloruro de carbono p.a. Guardar en frasco de color topacio en la zona inferior del frigorífico.

b) Disolución purificada de ditizona, de 50 mg/l. Medir con probeta 250 ml de la ditizona de 100 mg/l, y añadir en embudo de separación de 1 litro. Agregar 200 ml de agua destilada y 5 ml de amoniaco 1:1. Agitar bien durante tres minutos y desprejar la fase orgánica. Lavar con unos 10 ml de tetracloruro de carbono. Añadir 250 ml de tetracloruro de carbono p.a. y acidular con ácido clorhídrico 1:1 (suelen ser necesarios unos 8 ml). Agitar y separar la fase orgánica en otro embudo de separación de 1 litro, lavando dos veces con unos 20 ml de agua destilada. Guardar en frasco de color topacio en frigorífico. Puede utilizarse durante una semana.

c) Agua purificada. En embudo de separación de un litro agregar un litro agregar 600 ml de agua destilada y 20 ml de ditizona de 50 mg/l. Agitar durante dos minutos. Despreciar la fase orgánica. Repetir la purificación con ditizona hasta color verde permanente y efectuar una vez más la agitación con 10 ml de ditizona. Eliminar la fase orgánica, lavando con unos 5 ml de tetracloruro de carbono. Filtrar por papel de filtro b/blanco, recogiendo el agua filtrada en un frasco de politeno.

d) Rojo de metilo al 0,04 %. Disolver 0,10 g de indicador rojo de metilo en una mezcla de 150 ml de alcohol y 100 ml de agua purificada.

e) Citrato sódico 0,3 M. Disolver 31,5 g de ácido cítrico p.a. en unos 300 ml de agua destilada. Añadir 18 g de hidróxido sódico en lentas, y disolver, diluyendo a unos 500 ml con agua destilada. En embudo de separación de 1 litro, agitar con 25 ml de ditizona de 50 mg/l. Eliminar la fase de tetracloruro de carbono. Repetir la purificación con 10 ml de ditizona, lavando con unos 5 ml de tetracloruro de carbono. Filtrar en frasco de politeno, por papel de filtro banda blanca.

f) Cianuro potásico al 5 %. Disolver 5 g de cianuro potásico p.a. en 100 ml de agua purificada. Guardar en frasco de plástico en sitio oscuro. Observar las precauciones habituales para este reactivo ! Muy tóxico!

g) Ácido acético al 20 % v/v. Mezclar 20 ml de ácido acético glacial con 80 ml de agua purificada (2.3, c) y guardar en frasco cuentagotas.

h) Amoniaco diluido al 20 % v/v. Mezclar 20 ml de disolución de amoniaco concentrado p.a. con 80 ml de agua purificada en frasco cuentagotas.

i) Disolución de bis-2-hidroxietilditiocarbamato. Disolver 4,00 g de dietanolamina p.a. y 1 ml de sulfuro de carbono en 40 ml de metanol. Guardar en frasco de color topacio, en frigorífico. Se puede utilizar durante unos cuatro días.

j) Disolución de sulfuro sódico al 0,05 %. Preparar una disolución de sulfuro sódico al 1 %, disolviendo 6 g de $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9 \text{H}_2\text{O}$ en 200 ml de agua purificada. Guardar en frasco de plástico, en sitio oscuro. Cuando se va a utilizar, diluir 10 ml de la disolución al 1 % a 200 ml, con agua purificada (2.3, c).

k) Disolución tipo de zinc, de 500 mcg/ml. Disolver 0,5000 g de zinc metal puro, con unos 10 ml de ácido nítrico 1:1. Llevar a sales húmedas y diluir con agua destilada a 500 ml en matraz aforado.

l) Disolución tipo de 5 mcg Zn/ml. Tomar con pipeta 5 ml de la disolución de zinc de 500 mcg/ml, en matraz aforado de 500 ml y aforar con agua purificada (2.3, c).

2.4. Procedimiento.

2.4.1. Preparación de la disolución acuosa para extracción.

a) Tomar con pipeta un volumen de muestra tal, que diluida en matraz aforado de 100 ml, se tenga una concentración de Zn entre 2 y 10 mg/l. Para preparar la disolución diluida, adicionar 2 ml de ácido sulfúrico al 20 % v/v y diluir con agua destilada en el matraz de 100 ml. Si la muestra contiene una concentración superior a 1 g Zn/l, efectuar dos diluciones sucesivas, de modo que la concentración final sea 2 - 10 mg Zn/l. Nota (2.4, a).

b) De las disoluciones diluidas (2.4, a) y de la disolución tipo de zinc de 5 mg/l, tomar por duplicado con pipeta alícuotas que contengan de 2 a 20 mcg. de Zn, añadiendo en embudos de separación de 100 ml (vidrio incoloro). Completar el volumen a 20 ml con agua purificada. Llevar un blanco a través del procedimiento.

c) Añadir 3 gotas de rojo de metilo al 0,04 % y 2 ml de citrato sódico 0,3 M.

d) Neutralizar con amoníaco diluido al 20 % (v/v), hasta cambio del indicador a color amarillo.

e) Añadir 1 ml de cianuro potásico al 5 % y gotas de ácido acético al 25 % (v/v), hasta cambio a color amarillo-anaranjado. Extraer el indicador con 5 ml de tetracloruro de carbono, agitando durante 1 minuto. Despreciar la fase de tetracloruro de carbono. Repetir la extracción con 2 ml de tetracloruro de carbono.

2.4.2. Extracción líquido-líquido.

a) Añadir 1 ml de la disolución de carbamato (2.3, i). Extraer con 10 ml de ditizona purificada (50 mg/l, en tetracloruro de carbono), agitando fuertemente dos minutos. Separar la fase orgánica en otro embudo de 100 ml, de color ámbar.

b) Repetir la extracción de la fase acuosa con 5 ml de ditizona, dos veces o más si fuese necesario, para conseguir el color verde persistente de la fase orgánica, agitando durante 1 minuto. Combinar los extractos orgánicos en el mismo embudo de color ámbar, despreciando la fase acuosa final del embudo incoloro. No interrumpir las siguientes etapas del procedimiento.

c) Lavar los extractos combinados de la fase orgánica con 10 ml de sulfuro sódico al 0,05 %. Trasladar la fase orgánica a otro embudo limpio incoloro, repetir la operación de lavado de la fase orgánica con sulfuro sódico.

2.4.3. Espectrofotometría del ditizonato de zinc.

a) Decantar inmediatamente en matraz aforado (color ámbar), de 50ml, perfectamente seco, evitando que pasen gotas de fase acuosa. Lavar con 2-5 ml de tetracloruro de carbono, aforar a 50 ml con tetracloruro de carbono.

b) Medir inmediatamente (sin dejar transcurrir más de 20 minutos) en cubetas de 1 cm, frente a tetracloruro de carbono a 535 nm, en espectrofotómetro Beckman DU-2.

c) Calcular el contenido de zinc, con ayuda de la curva de tarado o de la media aritmética de los factores de calibrado ($f = \frac{\text{mg Zn en 50 ml}}{A - B}$ siendo A = D.O. de la disolución tipo, B=D.O. del blanco).

Nota (2.4, a). Si la alicuota de muestra contiene una cantidad de cobre superior a 0,2 mg, debe extraerse previamente :

1º) Tomar la alicuota (2.4, b), en medio ácido sulfúrico al 0,4 %v/v) a un embudo de separación de 100 ml (vidrio incoloro). Completar el volumen a 20 ml, añadiendo disolución diluida de ácido sulfúrico al 0,4 % (v/v), que se prepara a partir de agua purificada y ácido sulfúrico concentrado p. a.

2º) Extraer el cobre agitando un minuto con 10 ml de la disolución de ditizona purificada (2.3, b). Eliminar la fase orgánica y repetir el proceso de extracción hasta que en la fase de tetracloruro de carbono permanece el color verde, después de agitar. Lavar dos veces con unos 2 - 3 ml de tetracloruro de carbono.

3º) Continuar el procedimiento en el apartado (2.4.1, c).

3. PARTE EXPERIMENTAL.

3.1. Curva de calibrado.

Los datos para la curva de calibrado (tabla 1), se han obtenido aplicando el procedimiento (2.4) a las siguientes alícuotas, por duplicado, de la disolución tipo de 5 mcg Zn/ml : 0 (blanco), 0,5, 1, 2, 3, 4, 5. Las absorbancias frente a tetracloruro de carbono, se han medido al transcurrir de 10 á 20 minutos, contados al aforar con tetracloruro de carbono (2.4.3, a). La luz produce un efecto de disminución de la D.O. en función del tiempo, poniéndose de manifiesto claramente esta influencia al sustituir los matraces aforados de color ámbar por otros incoloros. Utilizando matraces aforados de color ámbar, no es apreciable una disminución de absorbancia durante media hora.

3.2. Efecto de hierro y cobre.

Para extracción líquido-líquido se han preparado disoluciones sintéticas (etapa 2.4, b del procedimiento) que contenían 20 microgramos de Zn, en presencia de cantidades variables de cobre (disolución de sulfato de cobre) y de hierro (disolución de sulfato ferroso).

En la tabla 2 se expresan los resultados del zinc determinado (b, es la media de dos determinaciones). Si se consideran aceptables diferencias inferiores a un 3 %, no interfieren en principio el hierro hasta $Fe/Zn = 50$, ni el cobre hasta $Cu/Zn = 10$. Cantidades mayores de cobre pueden separarse por extracción previa con ditizona, según se ha indicado en el procedimiento (nota 2.4, a).

3.3. Comparación de resultados.

Se determinó el zinc en cinco muestras de Rio Tinto, que contienen hierro, cobre y otras impurezas aplicando tres métodos : complexometría (1), gravimetría como $ZnSO_4$ (1) y espectrofotometría con ditizona (procedimiento 2.4). Se han elegido muestras de concentraciones grandes de zinc, para poder aplicar el método gravimétrico y el método complexométrico. Los resultados de la tabla 3 guardan entre sí una concordancia aceptable.

3.4. Determinación de la precisión.

Para determinar la precisión se han elegido seis muestras de Rio Tinto (Tabla 4), que contienen de 0,03 á 0,86 g Zn/l. La relación Cu/Zn alcanza valores próximos a ocho, mientras que el hierro presente llega a ser unas cincuenta veces mayor que el zinc.

Para cada muestra se han obtenido de 12 á 14 resultados de zinc independientes. Cada dos muestras se agrupan en un nivel de concentración de zinc, por tratarse de contenidos muy próximos. Para los tres niveles resultantes se calculan (tabla 4) las desviaciones típicas y los coeficientes de variación :

<u>Conc. media de Zn</u>	<u>Desviación típica</u>	<u>Coefficiente de variación</u>
37 mg/l	$\pm 1,2$ mg/l (26 G. L)	$\pm 3,2$ %
270 mg/l	$\pm 5,8$ mg/l (24 G. L)	$\pm 2,1$ %
823 mg/l	$\pm 16,8$ mg/l(22 G. L)	$\pm 2,0$ %

Tabla 1. Curva de calibrado. Se presenta a título informativo, no debiendo utilizarse para calcular resultados analíticos. Espectrofotómetro Beckman DU-2, cubetas de 10 mm, $\lambda = 535$ nm.

<u>mcg Zn</u> En aforado de 50 ml	<u>D. O.</u> Media de duplicados, frente a CCl_4
0 (blanco)	0,020
2,5	0,084
5	0,145
10	0,267
15	0,383
20	0,507
25	0,615

Tabla 2. Determinación espectrofotométrica de zinc en presencia de hierro y cobre.

Microgr. de cationes en la alícuota para extracción líquido-líquido			Microgr. determin.	Diferencia %
Zn ⁺⁺ (a)	Fe ⁺⁺	Cu ⁺⁺	Zn ⁺⁺ (b)	$\frac{(b - a) \cdot 100}{a}$
20	100	50	20,35	+1,7
20	200	50	19,90	-0,5
20	400	50	19,55	-2,2
20	1000	50	20,05	+0,2
20	200	100	20,25	+1,2
20	200	200	19,80	-1,0
20	200	400	20,85	+4,2
20	400	100	19,85	-0,7
20	400	200	20,50	+2,0
20	400	400	20,95	+4,7

Tabla 3. Resultados de zinc por complexometría, gravimetría y espectrofotometría con ditizona, en líquidos de Río Tinto.

Muestra Ref.	g, Fe/l	Zn, complexometría, g/l			Zn, gravimetría, g/l			Zn espectrofotometría, g/l		
		1º	2º	media	1º	2º	media	1º	2º	media
J - 105	7,7	2,60	2,48	2,54	-	-	-	2,51	2,63	2,57
J - 114	32,4	15,40	15,9	15,6	15,8	15,8	15,8	15,7	15,0	15,4
J - 115	39,5	19,0	19,6	19,3	18,4	18,6	18,5	18,5	19,2	18,9
J - 116	9,0	2,05	1,93	1,99	-	-	-	1,87	1,92	1,90
J - 117	20,6	8,37	8,50	8,44	8,65	8,76	8,75	8,57	8,61	8,59

Tabla 4. Precisión de la determinación espectrofotométrica de zinc en muestras acuosas de Rio Tinto.

Muestra Ref	Zn Resultados en mg/l:	Desv típica s : $(n-1) s^2 = \sum (x_i - \bar{x})^2$ Coeficiente de variación % : $CV = \pm \frac{ s }{\bar{x}} \cdot 100$
RT-107 (F) : 1,79 g Fe/l; 0,27 g Cu/l	32 - 31 - 34 - 32 - 34 - 35 - 32 34 - 34 - 33 - 32 - 35 - 33 - 32	$\bar{x}_F = 33,1$; $13 s_F^2 = 19,74$
RT-113(L) : 0,81 g Fe/l; 0,03 g Cu/l	41 - 43 - 41 - 39 - 40 - 42 - 41 - 42 - 39 - 41 - 42 - 42 - 40 - 41	$\bar{x}_L = 41,0$; $13 s_L^2 = 18,00$ $s = \pm \frac{(19,74 + 18,00)^{1/2}}{26} = \pm 1,20$; $\bar{x} = 37,0$ $CV = \pm 120:37 = \pm 3,2 \%$
RT-118(Q) : 6,67 g Fe/l; 0,65 g Cu/l	261 - 266 - 259 - 267 - 274 - 277 - 259 - 267 - 268 - 260 - 268 - 263 - 275 - 271	$\bar{x}_Q = 266,8$; $13 s_Q^2 = 397,72$
RT-108(G) : 7,38 g Fe/l; 0,66 g Cu/l	282 - 278 - 266 - 274 - 276 - 280 - 265 - 282 - 273 - 270 - 269 - 276	$\bar{x}_G = 274,2$; $11 s_G^2 = 374,28$ $s = \pm \frac{(397,72 + 374,28)^{1/2}}{24} = \pm 5,76$ $\bar{x} = 270,5$ $CV = \pm 576:270,5 = \pm 2,1 \%$
RT-104(B) : 8,70 g Fe/l; 0,04 g Cu/l	774 - 789 - 803 - 763 - 785 - 755 - 781 - 802 - 767 - 770 - 807 - 788	$\bar{x}_B = 782,0$; $11 s_B^2 = 3084,00$
RT-103(A) : 7,59 g Fe/l; 0,36 g Cu/l	879 - 855 - 890 - 865 - 851 - 877 - 839 - 886 - 841 - 878 - 854 - 863	$\bar{x}_A = 864,4$; $11 s_A^2 = 3165,12$ $s = \pm \frac{(3084,00 + 3165,12)^{1/2}}{22} = 16,85$ $\bar{x} = 823,2$; $CV = \pm 1685:823,2 = \pm 2,0 \%$

4. REFERENCIAS.

- (1) B.R. Hernández y J.S. Cuenca, Determinación de zinc en presencia de cantidades grandes de impurezas por complexometría o gravimetría, previa separación del sulfuro de zinc. Informe J.E.N./D.M/S.T.M/R. 41. 71. División de Materiales (1. 971).
- (2) E.B. Sandell, Colorimetric Determination of Traces of Metals, 3th ed., Interscience, New York, p. 941-65 (1. 959).
- (3) P.G. Butts, H. Gahler y M.G. Mellon, Metal Finishing, 49, nº (1. 951).
- (4) F. Santacana y D.W. Margerum, "Evaluation of Methods for Trace Zinc Determination", División of Analytical Chemistry, 135 th. Meeting, A.C. S., Boston (1. 959).
- (5) I. M. Kolthoff y P.J. Elving, Treatise on Analytical Chemistry, Part II, Vol. 3, p. 138-59, Intersc. Publisher, New York (1. 961).

J. E. N. 241

Junta de Energía Nuclear, División de Materiales, Madrid

"Determinación espectrofotométrica de zinc en disoluciones impuras".

RODRIGUEZ HERNANDEZ, B.; REYES TAMARAL, A. (1972) 14 pp. 5 refs.

Se describe un método colorimétrico con ditionona para determinar concentraciones de zinc de 0,001 a 5 g/l en disoluciones acuosas de Minas de Río Tinto, que contienen cobre, hierro y otras impurezas.

Para enmascarar varios metales se adiciona citrato, cianuro y bis-(2 hidroxietil)-ditiocarbamato a la disolución acuosa, y se extrae el zinc a pH 5 con una disolución de ditionona en tetracloruro de carbono. El exceso de ditionona se elimina con sulfuro sódico, y la densidad óptica del ditionato de zinc en la fase orgánica se mide a 535 nm. Las curvas de calibrado cumplen la ley de Beer hasta 0,5 microg Zn/ml.

J. E. N. 241

Junta de Energía Nuclear, División de Materiales, Madrid.

"Determinación espectrofotométrica de zinc en disoluciones impuras".

RODRIGUEZ HERNANDEZ, B.; REYES TAMARAL, A. (1972) 14 pp. 5 refs.

Se describe un método colorimétrico con ditionona para determinar concentraciones de zinc de 0,001 a 5 g/l en disoluciones acuosas de Minas de Río Tinto, que contienen cobre, hierro y otras impurezas.

Para enmascarar varios metales se adiciona citrato, cianuro y bis-(2 hidroxietil)-ditiocarbamato a la disolución acuosa, y se extrae el zinc a pH 5 con una disolución de ditionona en tetracloruro de carbono. El exceso de ditionona se elimina con sulfuro sódico, y la densidad óptica del ditionato de zinc en la fase orgánica se mide a 535 nm. Las curvas de calibrado cumplen la ley de Beer hasta 0,5 microg Zn/ml.

J. E. N. 241

Junta de Energía Nuclear, División de Materiales, Madrid.

"Determinación espectrofotométrica de zinc en disoluciones impuras".

RODRIGUEZ HERNANDEZ, B.; REYES TAMARAL, A. (1972) 14 pp. 5 refs.

Se describe un método colorimétrico con ditionona para determinar concentraciones de zinc de 0,001 a 5 g/l en disoluciones acuosas de Minas de Río Tinto, que contienen cobre, hierro y otras impurezas.

Para enmascarar varios metales se adiciona citrato, cianuro y bis-(2 hidroxietil)-ditiocarbamato a la disolución acuosa, y se extrae el zinc a pH 5 con una disolución de ditionona en tetracloruro de carbono. El exceso de ditionona se elimina con sulfuro sódico, y la densidad óptica del ditionato de zinc en la fase orgánica se mide a 535 nm. Las curvas de calibrado cumplen la ley de Beer hasta 0,5 microg Zn/ml.

J. E. N. 241

Junta de Energía Nuclear, División de Materiales, Madrid.

"Determinación espectrofotométrica de zinc en disoluciones impuras".

RODRIGUEZ HERNANDEZ, B.; REYES TAMARAL, A. (1972) 14 pp. 5 refs.

Se describe un método colorimétrico con ditionona para determinar concentraciones de zinc de 0,001 a 5 g/l en disoluciones acuosas de Minas de Río Tinto, que contienen cobre, hierro y otras impurezas.

Para enmascarar varios metales se adiciona citrato, cianuro y bis-(2 hidroxietil)-ditiocarbamato a la disolución acuosa, y se extrae el zinc a pH 5 con una disolución de ditionona en tetracloruro de carbono. El exceso de ditionona se elimina con sulfuro sódico, y la densidad óptica del ditionato de zinc en la fase orgánica se mide a 535 nm. Las curvas de calibrado cumplen la ley de Beer hasta 0,5 microg Zn/ml.

El coeficiente de variación es aproximadamente 3% en el intervalo de 0,04 a 0,80 g Zn/l. Se obtiene un error relativo inferior al 4% para muestras que contienen relaciones Cu/Zn \leq 10 y Fe/Zn \leq 50.

El coeficiente de variación es aproximadamente 3% en el intervalo de 0,04 a 0,80 g Zn/l. Se obtiene un error relativo inferior al 4% para muestras que contienen relaciones Cu/Zn \leq 10 y Fe/Zn \leq 50.

El coeficiente de variación es aproximadamente 3% en el intervalo de 0,04 a 0,80 g Zn/l. Se obtiene un error relativo inferior al 4% para muestras que contienen relaciones Cu/Zn \leq 10 y Fe/Zn \leq 50.

El coeficiente de variación es aproximadamente 3% en el intervalo de 0,04 a 0,80 g Zn/l. Se obtiene un error relativo inferior al 4% para muestras que contienen relaciones Cu/Zn \leq 10 y Fe/Zn \leq 50.

J. E. N. 241

Junta de Energía Nuclear, División de Materiales, Madrid.
"Spectrophotometric determination of zinc in impu-

J. E. N. 241

Junta de Energía Nuclear, División de Materiales, Madrid.
"Spectrophotometric determination of zinc in impu-

J. E. N. 241

Junta de Energía Nuclear, División de Materiales, Madrid.

"Spectrophotometric determination of zinc in impure solutions".

RODRIGUEZ HERNANDEZ, B.; REYES TAMARAL, A. (1972) 14 pp. 5 refs.

A dithizone colorimetric method is described for determining zinc concentrations of 0.001 to 5 g/l in aqueous solutions from Rio Tinto Mines, containing copper, iron and other impurities.

Citrate, cyanide and bis-(2-hydroxyethyl)-dithiocarbamate are added to the aqueous sample for masking several metals, and zinc is extracted at pH 5 with a solution of dithizone in carbon tetrachloride. Excess of dithizone is removed with sodium sulphide, and optical density of zinc dithizonate in organic solution is measured at 535 nm. Calibration curves obey Beer's law up to 0.5 microg Zn/ml.

J. E. N. 241

Junta de Energía Nuclear, División de Materiales, Madrid.

"Spectrophotometric determination of zinc in impure solutions".

RODRIGUEZ HERNANDEZ, B.; REYES TAMARAL, A. (1972) 14 pp. 5 refs.

A dithizone colorimetric method is described for determining zinc concentrations of 0.001 to 5 g/l in aqueous solutions from Rio Tinto Mines, containing copper, iron and other impurities.

Citrate, cyanide and bis-(2-hydroxyethyl)-dithiocarbamate are added to the aqueous sample for masking several metals, and zinc is extracted at pH 5 with a solution of dithizone in carbon tetrachloride. Excess of dithizone is removed with sodium sulphide, and optical density of zinc dithizonate in organic solution is measured at 535 nm. Calibration curves obey Beer's law up to 0.5 microg Zn/ml.

J. E. N. 241

Junta de Energía Nuclear, División de Materiales, Madrid.

"Spectrophotometric determination of zinc in impure solutions".

RODRIGUEZ HERNANDEZ, B.; REYES TAMARAL, A. (1972) 14 pp. 5 refs.

A dithizone colorimetric method is described for determining zinc concentrations of 0.001 to 5 g/l in aqueous solutions from Rio Tinto Mines, containing copper, iron and other impurities.

Citrate, cyanide and bis-(2-hydroxyethyl)-dithiocarbamate are added to the aqueous sample for masking several metals, and zinc is extracted at pH 5 with a solution of dithizone in carbon tetrachloride. Excess of dithizone is removed with sodium sulphide, and optical density of zinc dithizonate in organic solution is measured at 535 nm. Calibration curves obey Beer's law up to 0.5 microg Zn/ml.

J. E. N. 241

Junta de Energía Nuclear, División de Materiales, Madrid.

"Spectrophotometric determination of zinc in impure solutions".

RODRIGUEZ HERNANDEZ, B.; REYES TAMARAL, A. (1972) 14 pp. 5 refs.

A dithizone colorimetric method is described for determining zinc concentrations of 0.001 to 5 g/l in aqueous solutions from Rio Tinto Mines, containing copper, iron and other impurities.

Citrate, cyanide and bis-(2-hydroxyethyl)-dithiocarbamate are added to the aqueous sample for masking several metals, and zinc is extracted at pH 5 with a solution of dithizone in carbon tetrachloride. Excess of dithizone is removed with sodium sulphide, and optical density of zinc dithizonate in organic solution is measured at 535 nm. Calibration curves obey Beer's law up to 0.5 microg Zn/ml.

Coefficient of variation is about 3 per cent in a range of 0.04 to 0.80 g Zn/ml. Less than 4 per cent relative error is obtained for samples containing ratios of Cu/Zn \leq 10 and Fe/Zn \leq 50.

Coefficient of variation is about 3 per cent in a range of 0.04 to 0.80 g Zn/ml. Less than 4 per cent relative error is obtained for samples containing ratios of Cu/Zn \leq 10 and Fe/Zn \leq 50.

Coefficient of variation is about 3 per cent in a range of 0.04 to 0.80 g Zn/ml. Less than 4 per cent relative error is obtained for samples containing ratios of Cu/Zn \leq 10 and Fe/Zn \leq 50.

Coefficient of variation is about 3 per cent in a range of 0.04 to 0.80 g Zn/ml. Less than 4 per cent relative error is obtained for samples containing ratios of Cu/Zn \leq 10 and Fe/Zn \leq 50.