

CARTA ESPECTROGRAFICA DEL COBRE PARA LA IDENTIFICACION CUALITATIVA DE CUARENTA ELEMENTOS

POR

A. ESPURZ SANCHEZ, F. RUIZ G.^a RAMOS Y C. GARCIA BAO

Laboratorio de Espectrografia de la Cátedra de Física Teórica y Experimental de la Facultad de Ciencias de la Universidad de Oviedo

RESUMEN

A partir de un espectrograma del cobre ha sido hecha una carta espectrográfica del mismo, desdoblada en doce ampliaciones de unos diez aumentos aproximadamente, para ser adaptadas al microfotómetro no registrador L 451 Hilger & Watts. Sobre la carta se señalaron las líneas sensitivas de cuarenta elementos para análisis cualitativo, así como también, algunas líneas de comparación utilizadas en análisis cuantitativo.

Esta carta espectrográfica lleva incorporada una escala auxiliar de longitudes de onda que favorece considerablemente la localización de las líneas por su longitud de onda.

El objeto de la carta es facilitar el análisis cualitativo de los elementos señalados en la misma, y ayudar a la localización de líneas en el microfotómetro cuando son empleadas en el análisis cuantitativo. El análisis cualitativo, queda así reducido a la proyección del espectro de la sustancia desconocida sobre las

ampliaciones del espectrograma de que consta la carta, buscando la coincidencia de líneas del espectro de la sustancia desconocida con las señaladas como sensitivas para cada elemento en la carta.

PREPARACION DE LA CARTA

Se hizo un espectrograma del cobre el cual fue dividido en doce partes y cada una de ellas se amplió unas diez veces aproximadamente. Para ello se utilizó una ampliadora con objetivo de 45 mm. de distancia focal, por ser este objetivo el indicado para trabajar con negativos de 36×24 mm., que viene a ser lo que resulta al dividir la placa en las doce ampliaciones, cubriendo así el intervalo de 5.200 a 2.130 Å que es el empleado con nuestro espectrógrafo. Los positivos de estas ampliaciones fueron obtenidos copiando por contacto un negativo intermedio, dado directamente por ampliación del espectrograma del cobre. El revelador usado fue el D 154 de contraste al cual se le añadió medio gramo de BrK para retardar más el ennegrecimiento de fondo.

Las líneas del espectrograma del cobre fueron identificadas para facilitar la localización de las "rayas" de los cuarenta elementos. Cuadro. I. La identificación de estas líneas del cobre tomadas de Chemical Spectroscopy, Brode, (1) se hizo considerando como ciertas aquellas que no ofrecían duda, bien por su intensidad o por su longitud de onda, medida a partir de la escala auxiliar incorporada al espectrograma. Las restantes líneas fueron medidas por interpolación lineal (2) (3) valiéndonos de un microscopio de medida Beck (con la precisión de una micra).

Los espectrogramas de los distintos elementos que figuran aquí fueron obtenidos volatilizando el elemento, su óxido o alguna de sus sales en el arco eléctrico entre electrodos de grafito, a 5-6 amperios y 200 voltios en c. c. Para la obtención de los espectrogramas se utilizaron las tres aberturas del diafragma Hartmann reservando la central para el cobre y las dos laterales para los elementos empleados. Después del proceso normal de revelado,

las placas fueron llevadas al proyector de espectros L 89 Hilgr & Watts, dándole los mismos aumentos que los de la carta. Haciendo coincidir el espectro del cobre, así proyectado, con el de la carta, se señalaron sobre ésta las rayas dadas (1) (4) (5) para análisis cualitativos. Además, también se señalaron otras rayas (6) (7) (8) utilizadas para análisis cuantitativos. Figuras 1 a 4.

EMPLEO DE LA CARTA

Sirviéndonos de las dos aberturas laterales del diafragma Hartmann para las dos muestras desconocidas y la central para el cobre, se impresionan tres espectrogramas coincidentes en sus longitudes de onda. Proyectando estos tres espectrogramas sobre la carta del cobre y haciendo coincidir ambos espectros del cobre, se buscan que rayas de los espectrogramas laterales coinciden con aquellas señaladas para el análisis cualitativo en la carta. La coincidencia de tres o más rayas de un mismo elemento será suficiente para indicar su presencia en la muestra; en ciertos casos, la coincidencia de dos líneas de un elemento también podrá ser suficiente, para asegurar la presencia del mismo. Por ejemplo, las líneas 2496,8 y 2497,7 Å del boro.

Otra aplicación de las cartas es facilitar la localización de líneas en el microfotómetro L 451 Hilger & Watts utilizado para medir deflexiones del ennegrecimiento de las líneas en análisis cuantitativo. Para ello se han cortado las cartas y se pegaron en la parte superior de una cartulina de ancho apropiado al portacartas de la cabeza del microfotómetro. Las cartas han sido obtenidas con los mismos aumentos de la cabeza del microfotómetro.

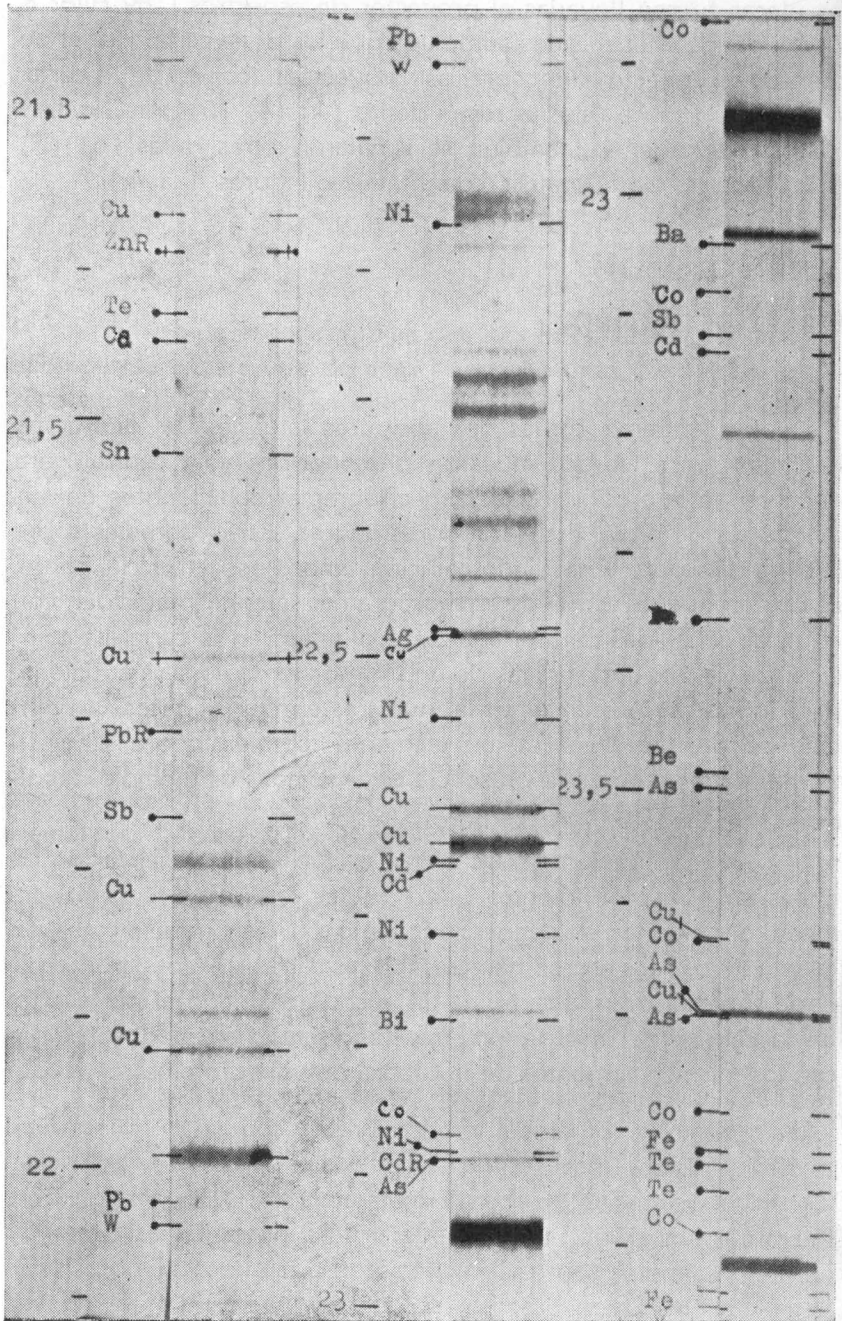


Figure 1

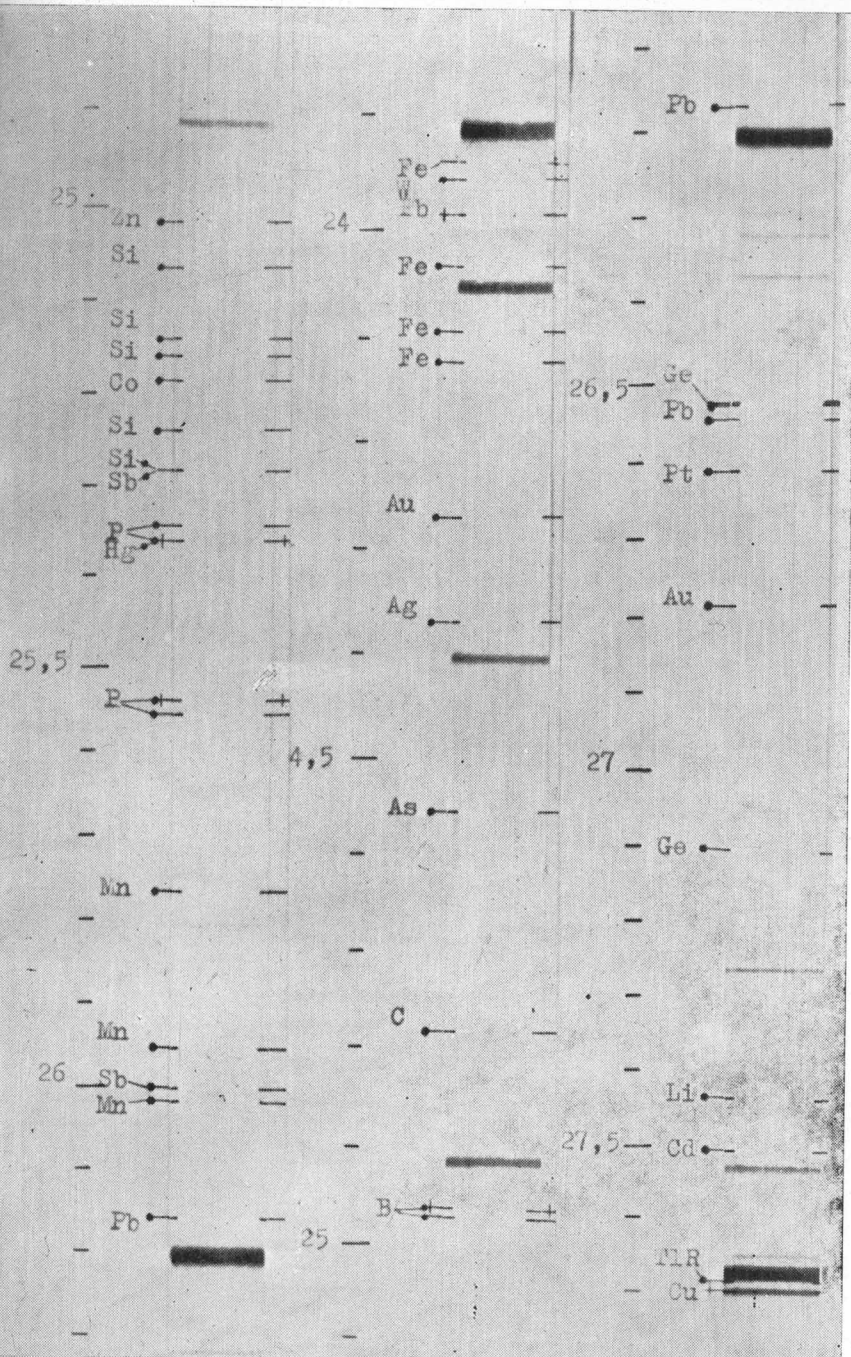


Figura 2

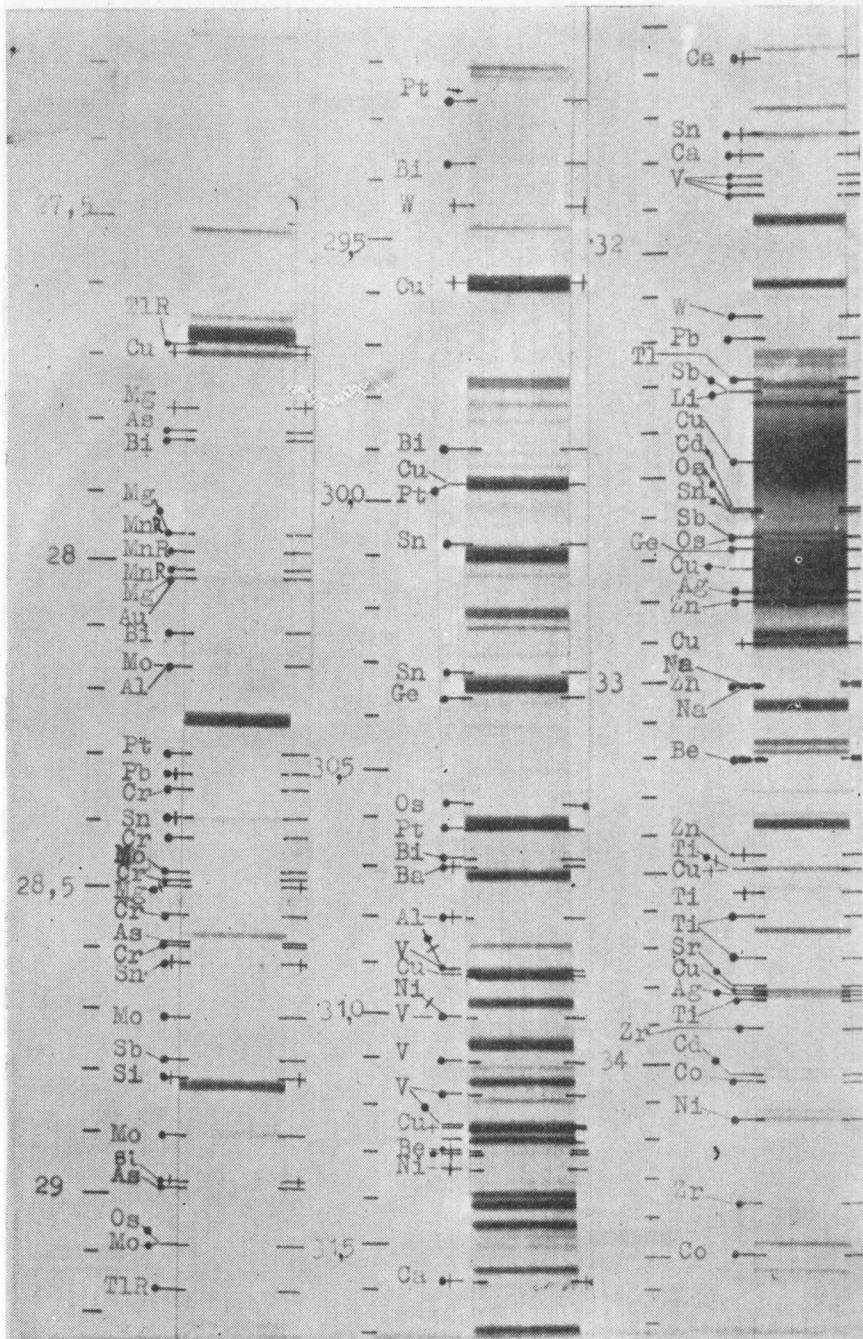


Figura 3

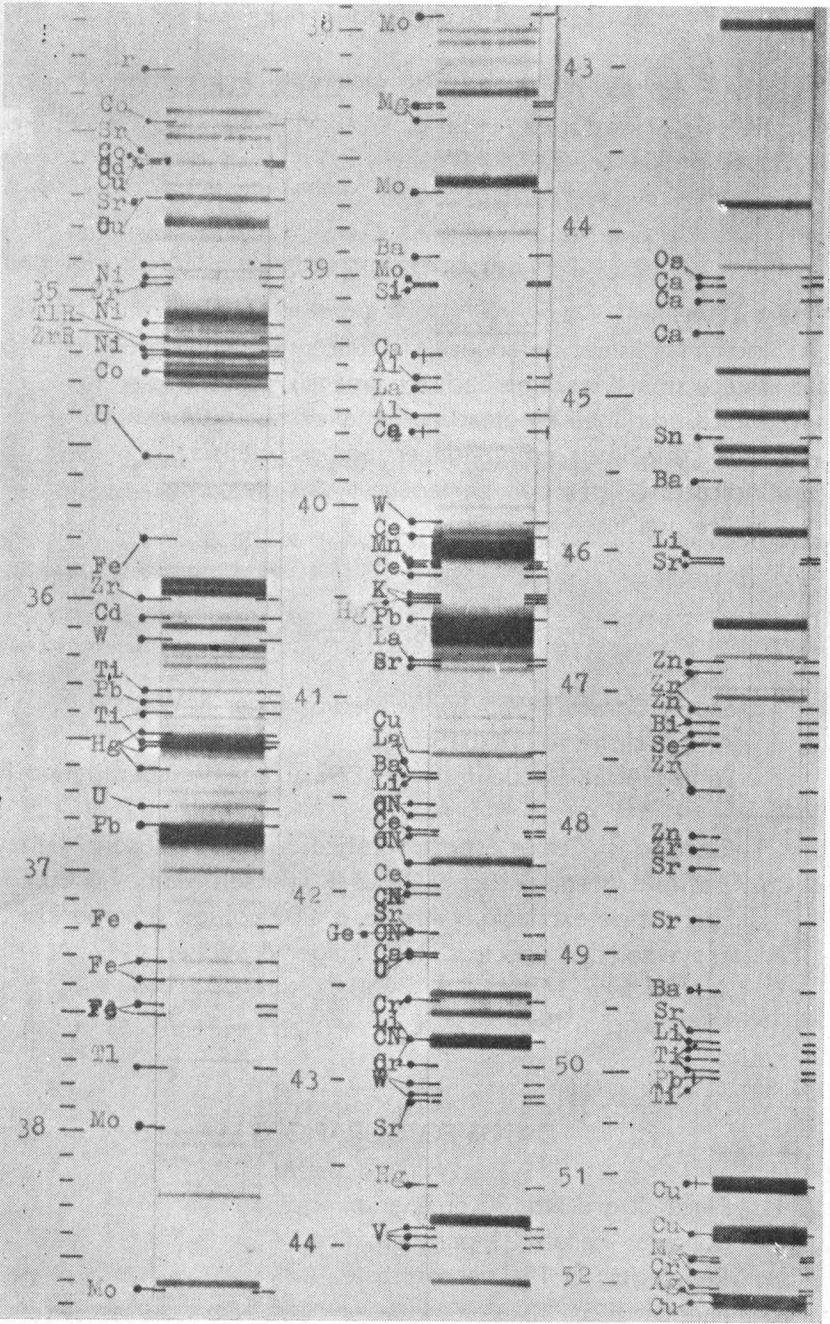


Figura 4

CUADRO I

Ag, Al, As, Au, B, Ba, Be, Bi, C, Ca, Cd, Ce, CN, Co, Cr, Cu, Fe, Ge, Hg, K, La, Li, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, Os, P, Pd, Pt, Sb, Si, Sn, Sr, Te, Ti, Tl, V, W, Zn y Zr.

TABLAS DE SIGNOS

- I Indica las líneas de análisis de cuarenta elementos.
- ! Indica una línea empleada en análisis cualitativo.
- + Indica una línea empleada en análisis cuantitativo.
- ⊕ Indica una línea empleada en ambos análisis.
- ∧ Indica una línea que pertenece a dos elementos.
- R Indica una línea reversible.

DISPOSITIVO INSTRUMENTAL

Espectrógrafo E 555 Triple Medio Hilger & Watts.

Ancho de rendija 0,015 mm.

Lentes Análisis cualitativo F. 598 y análisis cuantitativo F.

1026.

Electrodos: Cobre espectrográfico J. M. 30 Johnson Mathey & Co. Grafito espectrográfico J. M. 3 B Johnson Mathey & Co.

Fuentes de excitación: Arco c. c. 200 voltios, 6 amperios.

Proyector de espectros: L 89 Hilger & Watts.

Amplificadora: Mampel.

Microscopio: Beck.

DATOS FOTOGRAFICOS

Placa: Ilford No. 30 ordinaria.

Película: Perutz 21 pancromática.

Revelador: D 154 de contraste.

Fijador: F 5.

BIBLIOGRAFIA

- (1) BRODE, W. R.—*Chemical Spectroscopy*, 2nd. ed. New York; Wiley (1956).
- (2) TWYMAN, F.—*The Practice of Spectrum Analysis with Hilger Instruments*, Fifth Edition, London; Adan Hilger, (1931).
- (3) NACHTIEB, N. H.—*Principles and Practice of Spectrochemical Analysis*, New York; McGraw-Hill Book Co., (1950).
- (4) TWYMAN, F.; AND SMITH, D. M. *Wavelength Tables for Spectrum Analysis*, 2nd. ed., London; Adam Hilger, (1931).
- (5) AHRENS, L. H.; AND TAYLOR, S. R.—*Spectrochemical Analysis*, 2nd. ed., Cambridge, Mass.; Addison-Wesley Press, (1960).
- (6) JAYCOX, E. K. *Quantitative Spectrochemical Analysis of Ashes Deposits, Liquids, and Miscellaneous Samples*, Anal. Chem. 22, 1115, (1950).
- (7) JAYCOX, E. K.—*A Spectrochemical Procedure of General Applicability*, Anal. Chem. 27, 347, (1955).
- (8) HARVEY, C. O.; AND MURRAY, K. L. H.—*A Spectrographic Method for Determination of Rarer Elements in Silicates*, The Analyst 83, 136, (1958).