

Cuantificación de trazas de silicio en matrices orgánicas

Puelles, M. M.; Borinsky, M.; López, E. E.; Alvarez, P.; Rosso, A.

Centro de Investigación y Desarrollo en Química y Petroquímica (CEQUIPE)

OBJETIVOS

El silicio es el segundo elemento en importancia de la tierra luego del oxígeno, constituye el 28% de ésta. Se encuentra principalmente combinado con oxígeno (sílice) en minerales pero también en los seres vivos y el agua ya sea en forma soluble, coloidal o insoluble.

La técnica más ampliamente aplicada para la determinación de trazas de silicio es la medición espectrofotométrica en solución del complejo ácido molibdosilícico formado por la reacción del ácido silícico y molibdato de amonio en medio ácido (amarillo) o el molibdosilícico reducido (azul).

Cuando el silicio está presente en una forma no soluble en medio ácido es necesario separarlo de otros elementos por deshidratación y tomarlo en solución con hidróxido de sodio o por fusión o, en algunos casos, con ácido fluorhídrico y el exceso de ácido fluorhídrico complejarlo con ácido bórico.

Ya que el arsénico y el fósforo forman complejos similares con el ión molibdato ellos pueden interferir con la determinación de sílice y deben ser removidos o su interferencia eliminada por el agregado de algún reactivo adecuado.

Cuantificar trazas de silicio a través de este método en soluciones acuosas es un problema prácticamente resuelto pero cuando las matrices son más complejas como por ejemplo materiales orgánicos de origen biológico, alimentos, etc. es necesario un tratamiento previo.

El objetivo fue desarrollar un método para la determinación de silicio total en el orden de 50 a 600ppm en muestras orgánicas.

MATERIALES Y METODOS

En una primera etapa se realizó el tratamiento adecuado de la muestra para lograr la puesta en solución del silicio. Dicho tratamiento involucró sucesivas etapas de destrucción de la materia orgánica por oxidación con ácido nítrico y sulfúrico, insolubilización del silicio en medio ácido (H_2SO_4) y solubilización del silicio soluble e insoluble por fusión con un álcali (Na_2CO_3).

Las interferencias fueron eliminadas por agregado de ácido oxálico.

En una segunda etapa se puso a punto la determinación de silicio por Espectrometría en solución del complejo formado con el ión molibdato y su posterior reducción con ácido 1-amino-2-naftol-4-sulfónico.

RESULTADOS

El trabajo involucró el estudio de aspectos importantes del método como la estabilidad en el tiempo del complejo, el límite de detección y cuantificación y el rango lineal dinámico.

El límite de detección se calculó a partir de una serie de mediciones del blanco de reactivos, obteniéndose un valor de 29ppm y de 42ppm para el límite de cuantificación. Se encontró un comportamiento lineal entre 0.4mg/l y 4.0mg/l con un coeficiente de regresión, $R=0.9998$.

Se estudió la repetibilidad del método realizando sucesivas determinaciones para muestras de diferente concentración de silicio. Se obtuvo una precisión del método del 10%, expresado como desviación estándar relativa porcentual, para un contenido de silicio de aproximadamente 185ppm

Se evaluó la exactitud del método determinando el porcentaje de recuperación, por medio de agregado de concentraciones cono-

cidas de silicio a las muestras. Se obtuvo un 90,9%. Este valor puede considerarse relativamente bueno teniendo en cuenta la complejidad del método.

CONCLUSIONES

En base a los resultados obtenidos puede concluirse que ésta es una metodología adecuada para cuantificar silicio en este tipo de productos.

REFERENCIAS

- [1] "Standard Test Methods for Silica in Water", ASTM D859-00.
- [2] Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater", 4500Si A,D,E, 18ªed, 1992.
- [3] Boltz,D.F., "Colorimetric Determination of Nonmetals", 1958.
- [4] Crosby,N.T., "Determination of Metals in Food", The Analyst, 1977, 102, 1213.

Para mayor información contactarse con:

Mónica Borinsky – monicafe@inti.gov.ar

[Volver a página principal](#) ◀