

Uv-vis spectrophotometry for the determination of iron and silicon in calcined alumina: evaluation of calibration curves

Espectrofotometría uv-visible para la determinación de hierro y silicio en alúmina calcinada: evaluación de curvas de calibración

Aliana Patricia Gamboa Ortega¹  , Gilberto Rafal Lara²  , José Luis Castro Soto¹  

¹Universidad Politécnica Territorial del Estado Bolívar, Programa Nacional de Formación en Química. Ciudad Bolívar, Venezuela.

²CVG Industria Venezolana de Aluminio (CVG Venalum), División de Laboratorio. Ciudad Guayana, Venezuela.

Cite as

Gamboa Ortega AP, Rafal Lara G, Castro Soto JL. Espectrofotometría uv-visible para la determinación de hierro y silicio en alúmina calcinada: evaluación de curvas de calibración. SAP Biomedical & Chemical Engineering Innovation. 2025; 4:151. <https://doi.org/10.56294/evk2025151>

Publication History

Submitted: 05-08-2024

Revised: 11-12-2024

Accepted: 21-04-2025

Published: 22-04-2025

Corresponding Author

Aliana Patricia Gamboa Ortega 

ABSTRACT

In laboratories with strict quality requirements, the calibration of equipment is crucial for the reliability of analytical results, especially in the determination of iron and silicon in alumina. This study validated analytical methods by constructing calibration curves for iron (Fe) and silicon (Si) using certified reference materials. The content of iron(III) oxide (Fe_2O_3) and silicon dioxide (SiO_2) in calcined alumina (NIST 699 standard) was evaluated by UV-Vis spectrophotometry. The statistical viability of the calibration models was confirmed with a Student's t-test. The calibration curves for Fe_2O_3 and SiO_2 showed a strong linear relationship ($R^2 = 0,99891$ and $R^2 = 0,9995$, respectively). The analysis of the reference standard yielded concentrations of $0,0129 \pm 0,0004 \%$ for Fe_2O_3 and $0,0124 \pm 0,0005 \%$ for SiO_2 , demonstrating the accuracy of the method. Statistical analysis confirmed the consistency of the results with the expected theoretical values. In conclusion, the calibration curves showed robustness, the precision was evidenced by the low standard deviation in the replicates, and UV-Vis spectrophotometry proved to be highly reliable and accurate for the quantitative determination of iron and silicon in calcined alumina certified reference material.

Keywords: Calibration; Spectrophotometry; Iron; Silicon; Student's T-Test; UV-Vis.

RESUMEN

En laboratorios con estrictas exigencias de calidad, la calibración de equipos es crucial para la fiabilidad de resultados analíticos, especialmente en la determinación de hierro y sílice en alúmina. Este estudio validó métodos analíticos mediante la construcción de curvas de calibración para hierro (Fe) y silicio (Si) con patrones de referencia certificados. Se evaluó el contenido de óxido de hierro (III) (Fe_2O_3) y dióxido de silicio (SiO_2) en alúmina calcinada (patrón 699 NIST) por espectrofotometría UV-Visible. La viabilidad estadística de los modelos de calibración se confirmó con una prueba t de Student. Las curvas de calibración para Fe_2O_3 y SiO_2 mostraron una fuerte relación lineal ($R^2 = 0,99891$ y $R^2 = 0,9995$, respectivamente). El análisis del patrón de referencia arrojó concentraciones de $0,0129 \pm 0,0004 \%$ para Fe_2O_3 y $0,0124 \pm 0,0005 \%$ para SiO_2 , demostrando la precisión del método. El análisis estadístico confirmó la consistencia de los resultados con los valores esperados. En conclusión, las curvas de calibración mostraron solidez, la precisión fue evidenciada por la baja desviación estándar, y la espectrofotometría UV-Visible demostró ser altamente confiable y precisa para la determinación cuantitativa de hierro y silicio en alúmina calcinada.

Palabras clave: Calibración; Espectrofotometría; Hierro; Silicio; T de Student; UV-Visible.

INTRODUCCIÓN

La principal materia prima para el refinamiento del aluminio (Al) es la alúmina (óxido de aluminio, Al_2O_3) un compuesto químico de gran importancia industrial. Este sólido cristalino blanco, inodoro e insípido, se encuentra de forma abundante en la naturaleza como el principal componente de minerales como el corindón, el rubí y el zafiro.⁽¹⁾ El aluminio metálico se produce debido a la reacción química que ocurre entre el bloque anódico, compuesto mayormente de carbono (C) y la alúmina (Al_2O_3). En donde el oxígeno de la alúmina se combina con el carbono (C) del bloque anódico para producir dióxido de carbono (CO_2), en forma de gas y aluminio (Al) líquido, que se precipita al cátodo, a una temperatura de aproximadamente 960°C ⁽²⁾ (ecuación 1).



La investigación surge de la necesidad de garantizar los resultados analíticos en la División de Control de Calidad de CVG Venalum CA, el cual opera bajo estrictos estándares de calidad. La calibración de los equipos es fundamental para asegurar la exactitud de las mediciones, siendo particularmente crítica en la determinación de hierro y silicio en alúmina. Por ello, para alinearse con las políticas internas del laboratorio, que exigen la actualización de las curvas de calibración periódicamente. De esta manera, al establecer una frecuencia de calibración, se busca alcanzar un equilibrio entre la precisión requerida en los análisis y los recursos disponibles, lo que maximizará la confiabilidad de los datos obtenidos. La importancia de esta investigación radica en la actualización de las curvas de calibración para hierro (Fe) y silicio (Si) mediante espectrofotometría UV-Visible. Al optimizar la frecuencia de actualización a un intervalo semestral, se establecerá un método analítico robusto y confiable. Este permitirá detectar con mayor precisión concentraciones bajas de estas impurezas, lo cual es fundamental para garantizar la calidad del producto final y cumplir con los estándares industriales vigentes. En consecuencia, se asegurará la operatividad y confiabilidad de la División de Control de Calidad de CVG Venalum C.A.

La espectrofotometría UV-Visible es una técnica analítica indispensable para determinar con precisión las concentraciones de hierro y silicio en muestras de alúmina. Esta metodología se basa en la capacidad de los iones metálicos de formar complejos coloreados con determinados reactivos. Al irradiar estos complejos con luz ultravioleta o visible, se produce una absorción característica que es directamente proporcional a la concentración del elemento en la muestra. Se basa en que las moléculas absorben las radiaciones electromagnéticas y a su vez que la cantidad de luz absorbida depende de forma lineal de la concentración.⁽³⁾ La Ley de Beer, es la relación que describe la absorción o atenuación de una radiación monocromática por parte de la materia. La absorbancia del analito es directamente proporcional al camino óptico a través del medio y la concentración de la especie absorbente. La absorptividad depende de las unidades usadas para longitud de la trayectoria del haz y concentración de la especie absorbente. Cuando la concentración en la ecuación 2, se expresa en $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ y la longitud en centímetros (cm), la absorptividad se llama absorptividad molar o coeficiente de extinción molar, se representa por el símbolo “ ϵ ” (ecuación 3). Puede obtenerse por el producto de la absorptividad por el peso molecular de la sustancia absorbente.^(4,5)

$$A = a \times b \times c \quad (2)$$

$$A = \epsilon \times b \times c \quad (3)$$

Dónde:

Absorbancia (A): es el logaritmo de la relación entre la energía inicial de un haz de radiación (P_0) y su energía tras haber pasado por un medio absorbente (P).

Absorptividad (a): constante de proporcionalidad donde la absorptividad tiene como unidades de $\text{L}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$.

Absorptividad molar (ϵ): constante de proporcionalidad donde absorptividad tiene las unidades de $\text{L}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$.

Longitud (b): longitud de la trayectoria del haz de radiación (ancho de la cubeta) regularmente expresada en centímetros (cm).

Concentración (c): concentración de la especie química absorbente, generalmente en gramos por litros ($\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$).

La absorbancia de una solución es directamente proporcional a su concentración –a mayor número de moléculas mayor interacción de la luz con ellas–; también depende de la distancia que recorre la luz por la solución, a igual concentración, cuanto mayor distancia recorre la luz por la muestra más moléculas se encontrará y por último, depende de “ ϵ ”, una constante de proporcionalidad -denominada coeficiente de extinción- que es específica de cada cromóforo. Como A es adimensional, las dimensiones de “ ϵ ” dependen de las de “c” y “l”. La segunda magnitud (l) se expresa siempre en cm mientras que la primera (c) se hace, siempre que sea posible, en M, con lo que las dimensiones de ϵ resultan ser $\text{M}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$. Este coeficiente así expresado, en términos de unidades de concentración molar (o un submúltiplo apropiado), se denomina coeficiente de extinción molar (ϵM). Cuando, por desconocerse el peso molecular del soluto, la concentración de la disolución se expresa en otras unidades distintas de M, por ejemplo $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$, las dimensiones de ϵ resultan ser distintas, por ejemplo $\text{g}^{-1}\cdot\text{L}\cdot\text{cm}^{-1}$ y al coeficiente así expresado se denomina coeficiente de extinción específico (ϵs).⁽³⁾

MÉTODO

Recolección de la muestra

La muestra utilizada fue un Material de Referencia Certificado (NIST 699) de alúmina calcinada (ver Figura 1), proporcionado por CVG Venalum C.A. Tras su recepción en la Sala de Especiales (División Laboratorio), se almacenó cuidadosamente en un desecador a temperatura ambiente para preservar su integridad. Este material, es crucial para asegurar la precisión de los análisis,

garantizando la calidad y confiabilidad de los resultados en futuros estudios y aplicaciones.



Figura 1. Muestra del material de Referencia Certificado (NIST 699) de alúmina calcinada

Preparación de la solución de alúmina por fusión alcalina según ISO 804⁽⁶⁾

Se pesó en una capsula de platino 1,5 g del patrón de referencia de alúmina calcinada (699 NIST) y se registró el valor hasta 0,1 mg, seguidamente se taró la balanza analítica (Mettler Toledo, AG 245) y se pesó 4,8 g de mezcla fundente ($\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{H}_3\text{BO}_3$), se retiró y homogenizó con la ayuda de una espátula. Se llevó la capsula con su contenido a un mechero Bunsen a una temperatura baja durante 15 minutos, se incrementó la temperatura cada 20 minutos, se mantuvo la temperatura durante 60 minutos. Se retiró del mechero y se llevó a un horno mufla (Thermolyne, Furnatrol, 53600) durante 20 minutos. Se retiró de la mufla y dejó enfriar a temperatura ambiente. Luego, la capsula se colocó dentro de un vaso de precipitado de 300 mL, se añadió agua destilada hasta cubrir la capsula, se introdujo un agitador magnético y se llevó a una plancha de calentamiento (Corning) a temperatura suave hasta disolver la pastilla completamente. Se retiró del calentamiento y se dejó enfriar a temperatura ambiente. Se retiró con la ayuda de una varilla la capsula desde el interior del vaso de precipitado. Se adicionó 30 mL de ácido nítrico (HNO_3) concentrado y calentó hasta reducir el volumen a 100 mL. Se transvasó cuantitativamente a un balón aforado de polietileno de 200 mL, se enrazó con agua destilada.

Calibración para el hierro (Fe) según COVENIN 2898⁽⁷⁾

A partir de una solución estándar de hierro (Fe) de 1000 ppm (Marca). A partir de la disolución anterior, se preparó una disolución patrón de 100 ppm, tomando 20 mL de la solución de 1000 ppm y se añadió a un balón aforado de 200 mL y se enrazó con agua destilada. A partir de la disolución anterior, se preparó una disolución patrón de 10 ppm, tomando 20 mL de la solución de 100 ppm y se añadió a un balón aforado de 200 mL y se enrazó con agua destilada. A partir de la solución de hierro (Fe) a 10 ppm, se prepararon disoluciones a 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 y 0,5 ppm, las alícuotas necesarias para cada concentración, detalladas en la tabla 1, se transfirieron a balones volumétricos de 100 mL. A cada patrón, se le adicionó 5,0 mL cloruro de hidroxilamina (HONH_2Cl), 25 mL de solución reguladora (pH 4,90), seguido de 5,0 mL de solución orto fenantrolina ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$), se agitó y aforó con agua destilada, se dejó estabilizar por 60 minutos. Finalmente, se midió la absorbancia en un espectrofotómetro UV-Visible a 510 nm en una celda de 1,0 cm de diámetro.

Tabla 1. Parámetros de la curva de calibración para la determinación de hierro (Fe)

Patrón	V _{solución patrón 10 ppm} (mL)	Concentración de Fe (ppm)
Blanco o control	0,0	0,0
1	1,0	0,1
2	2,0	0,2
3	3,0	0,3
4	4,0	0,4
5	5,0	0,5

Calibración para el sílice (Si) según COVENIN 2898⁽⁷⁾

A partir de una solución estándar de silicio (Si) de 1000 ppm. A partir de la disolución anterior, se preparó una disolución patrón de 100 ppm, tomando 20 mL de la solución de 1000 ppm y se añadió a un balón aforado de 200 mL y se enrazó con agua destilada. A partir de la disolución anterior, se preparó una disolución patrón de 10 ppm, tomando 20 mL de la solución de 100 ppm y se añadió a un balón aforado de 200 mL y se enrazó con agua destilada. A partir de la solución de silicio (Si) a 10 ppm, se prepararon disoluciones a 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 y 0,5 ppm, las alícuotas necesarias para cada concentración (tabla 2), se transfirieron a balones

volumétricos de 100 mL. Las alícuotas para cada concentración, se transfirieron cuantitativamente a vaso de precipitado de 50 mL, a cada patrón, se diluyó a 30 mL con agua destilada, seguidamente se adicionó 5,0 mL de molibdato de amonio $((\text{NH}_4)_6\text{MO}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O})$, se ajustó el pH entre 0,85 y 0,90 con solución de ácido nítrico (HNO_3) (1:1) o solución de hidróxido de amonio (NH_4OH) (1:10), se adicionó 5 mL de ácido tartárico ($\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$) y 9 mL de ácido sulfúrico (H_2SO_4) concentrado, se transfirió a un balón aforado de polietileno de 100 mL y dejó enfriar a temperatura ambiente. Seguidamente se añadió 2 mL de ácido ascórbico ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$) y se aforó con agua destilada, se dejó estabilizar por 20 minutos. Finalmente, se midió la absorbancia en un espectrofotómetro UV-Visible a 815 nm en una celda de 1,0 cm de diámetro.

Tabla 2. Parámetros de la curva de calibración para la determinación de silicio (Si)

Patrón	V _{solución patrón 10 ppm} (mL)	Concentración de Si (ppm)
Blanco o control	0,0	0,0
1	1,0	0,1
2	2,0	0,2
3	3,0	0,3
4	4,0	0,4
5	5,0	0,5

Determinación de óxido de hierro (III) (Fe_2O_3) según COVENIN 2898⁽⁷⁾

Se tomó una alícuota de 20 mL de solución de alúmina y se transfirió a un balón aforado de 100 mL. Se añadió 5,0 mL de solución de cloruro de hidroxilamina (HONH_2Cl), 25 mL de solución regulador a pH 4,90, 5 mL de solución orto fenantrolina ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2\cdot\text{H}_2\text{O}$) se agitó y aforó con agua destilada. Se dejó estabilizar por 60 minutos. Finalmente, se midió la absorbancia en un espectrofotómetro UV-Visible a 510nm en una celda de 1,0cm de diámetro.

Cálculos

$$\%_{\text{Fe}_2\text{O}_3} = (\text{Abs}/m \times \text{Fd} \times \text{V(L)}) / (\text{Pm (mg)}) \times 100 \times \text{Fc} \quad (4)$$

Dónde:

Abs: Absorbancia medida.

m: Pendiente de la recta.

V: Volumen final de la solución, expresado en litros (L).

Pm: Peso de la muestra, expresado en miligramos (mg).

Fc: Factor de conversión.

Fd: Factor de dilución.

Determinación de dióxido de sílice (SiO_2)⁽⁷⁾

Se tomó una alícuota de 10 mL de solución de alúmina y se transfirió a un vaso de precipitado de polietileno de 100 mL. Se diluyó con agua destilada aproximadamente hasta 30 mL, posteriormente se adicionó 5 mL de molibdato de amonio $((\text{NH}_4)_6\text{MO}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O})$, se ajustó el pH entre 0,85 y 0,90 con solución de ácido nítrico (HNO_3) (1:1) o solución de hidróxido de amonio (NH_4OH) (1:10). Se adicionó 5 mL de ácido tartárico ($\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$) y 9 mL de ácido sulfúrico (H_2SO_4) concentrado. Se transfirió a un balón aforado de 100 mL de y se dejó enfriar a temperatura ambiente. Luego se adicionó 2,0 mL de ácido ascórbico ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$) se agitó y aforó con agua destilada. Se dejó estabilizar durante 20 minutos. Finalmente, se midió la absorbancia en un espectrofotómetro UV-Visible a 815 nm en una celda de 1,0 cm de diámetro.

Cálculos

$$\%_{\text{SiO}_2} = (\text{Abs}/m \times \text{Fd} \times \text{V(L)}) / (\text{Pm (mg)}) \times 100 \times \text{Fc} \quad (5)$$

Dónde:

Abs: Absorbancia medida.

m: Pendiente de la recta.

V: Volumen final de la solución, expresado en litros (L).

Pm: Peso de la muestra, expresado en miligramos (mg).

Fc: Factor de conversión.

Fd: Factor de dilución.

Prueba de t de Student

Prueba estadística utilizada para decidir si un valor experimental equivale a un valor teórico o conocido o si dos o más valores experimentales son idénticos dentro de un nivel de confianza dado; utiliza “s” y “x” cuando no se cuenta con buenas estimaciones de “σ” y “μ”.⁽⁸⁾ La prueba es utilizada para determinar si la media de una muestra es estadísticamente diferente de una media poblacional conocida o hipotética. Esta prueba se utiliza cuando la población no sigue una distribución normal o cuando el tamaño de la muestra es pequeño (menos de 30). La prueba se basa en el cálculo de la estadística “t”, que se obtiene dividiendo la diferencia entre la media de la muestra y la media hipotética o conocida por la desviación estándar de la muestra dividida por la raíz cuadrada del tamaño de la muestra.⁽⁹⁾ Pasos para realizar una prueba t de Student:

Definir la hipótesis nula (H0) y alternativa (Ha) antes de reunir los datos. La hipótesis nula establece que no hay una diferencia significativa entre las dos medias, mientras que la hipótesis alternativa establece que hay una diferencia significativa. Seleccionar el tipo de prueba t adecuada: esto dependerá de si las muestras son independientes o relacionadas. Calcular la media, la desviación estándar y el tamaño de la muestra para cada grupo. Calcular la estadística “t” utilizando la fórmula adecuada, que tendrá en cuenta la diferencia entre las medias, la variabilidad de los datos y el tamaño de la muestra. Determinar el valor crítico de “t” utilizando una tabla de distribución “t de Student” y el nivel de significancia deseado por lo general $\alpha = 0,05$ y grados de libertad (n - 1).^(9,10)

Cálculos

$$t = (\bar{x} - \mu) / (s / \sqrt{N}) = ((\bar{x} - \mu) \sqrt{N}) / s \quad (6)$$

Dónde:

t: Distribución t de Student.

$\bar{x}$: Media muestral.

μ: Valor Teórico.

s: Desviación estándar muestral.

N: Tamaño de la muestra.

Tabla 3. Criterio de comparación del valor de la estadística de t calculada con la t _{ocrítico} ^(9,10)	
Comparación	Interceptación
$t_{calculada} < t_{ocrítico}$	Si el valor de $t_{calculada}$ es menor que el valor de la $t_{ocrítico}$, no se puede rechazar la hipótesis nula.
$t_{calculada} > t_{ocrítico}$	Si el valor de $t_{calculada}$ es mayor que el valor de la $t_{ocrítico}$, se rechaza la hipótesis nula de que las dos medias son iguales y se concluye que hay evidencia suficiente para afirmar que la media de la muestra es significativamente diferente de la media hipotética o conocida. De este modo se acepta la hipótesis alternativa.

Interpretar los resultados de manera adecuada y concluir si hay una diferencia significativa entre las dos medias o no. En resumen, la prueba “t de Student” para una muestra es una herramienta útil para analizar si una muestra de datos es representativa de una población más grande y para determinar si la diferencia entre la media de la muestra y la media poblacional es significativa desde un punto de vista estadístico.⁽⁹⁾

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Curvas de calibración para hierro y (Fe) y silicio (Si) mediante la técnica de patrón externo

Para la calibración del instrumento, se empleó una técnica que permitió obtener una correlación entre las concentraciones de los patrones de hierro (Fe) y las absorbancias. De esta correlación, se derivó un factor de $R^2 = 0,99891$ (figura 2). Este valor indica una fuerte correlación entre la concentración de hierro (ppm) y la absorbancia medida, evidenciando la excelente linealidad de la curva de calibración obtenida.

Respecto a la técnica empleada para la calibración del instrumento, se obtuvo una correlación entre las concentraciones de los patrones de silicio (Si) y las absorbancias obtenidas. De esta correlación se derivó un factor de correlación $R^2 = 0,9995$ (figura 3), lo cual indica una fuerte relación entre la concentración de silicio (ppm) y la absorbancia medida. Por consiguiente, la curva de calibración obtenida presenta una excelente linealidad.

Contenido de óxido de hierro (III) (Fe₂O₃) y dióxido de silicio (SiO₂) en un Material de Referencia (699 NIST) mediante espectrofotometría UV-Visible

Los análisis realizados en el Material de Referencia (699 NIST). El contenido de óxido de hierro (III) (%_{Fe2O3}) revela una notable consistencia entre las ocho réplicas. Los valores de %_{Fe2O3} se agrupan predominantemente en torno a 0,0132 %, observado en las réplicas 1, 3, 4 y 8, lo que sugiere una tendencia central bien definida. Aunque se aprecian ligeras variaciones, con tres réplicas (5, 6 y 7) registrando 0,0127 % y la réplica 2 presentando el valor más bajo de 0,0122 %, el rango total de dispersión es extremadamente estrecho. Esta mínima oscilación entre los valores máximos y mínimos (0,0132 % - 0,0122 % = 0,0010 %) es un fuerte indicador de la alta precisión y reproducibilidad del método analítico empleado para la cuantificación del óxido de hierro. La uniformidad de los resultados minimiza la influencia de errores aleatorios, proporcionando confianza en la fiabilidad de las mediciones de óxido de hierro (III). De manera similar, el análisis de los valores de %_{SiO2} se demuestra una excelente precisión y consistencia. La gran

mayoría de las réplicas (1, 2, 4, 6 y 7) muestran un valor idéntico de 0,012 %, estableciendo este como el valor más frecuente. Solamente las réplicas 3, 5 y 8 se desvían ligeramente, registrando un valor de 0,013. Esta mínima oscilación entre los valores máximos y mínimos ($0,013\% - 0,012\% = 0,001\%$), subraya la robustez del procedimiento analítico utilizado para determinar el dióxido de silicio (figura 4). La alta concordancia entre las mediciones en las diferentes réplicas minimiza la incertidumbre asociada a los resultados, reforzando la validez de los datos obtenidos y destacando la eficiencia del proceso de medición de $\%_{\text{SiO}_2}$.

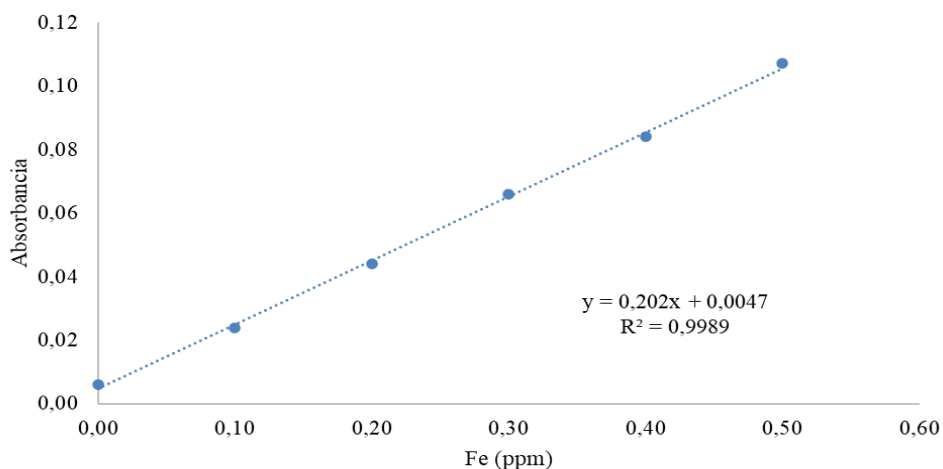


Figura 2. Curva de calibración para la determinación de hierro (Fe)

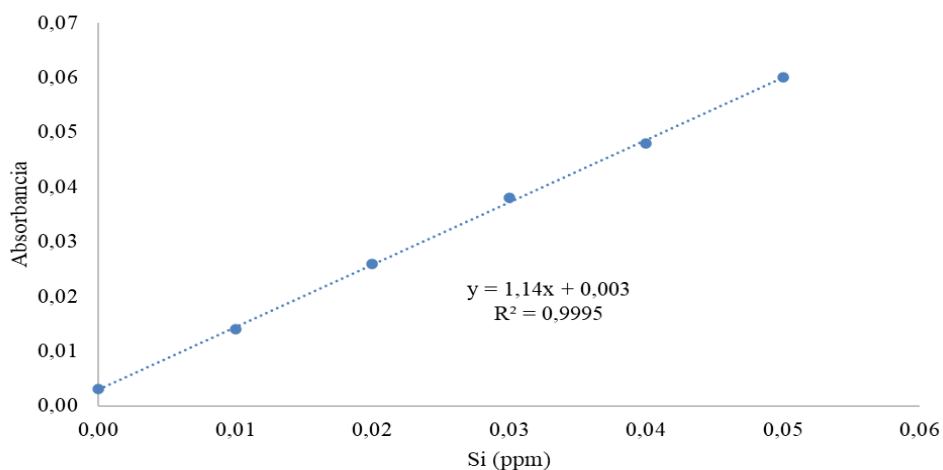


Figura 3. Curva de calibración para la determinación de sílice (Si)

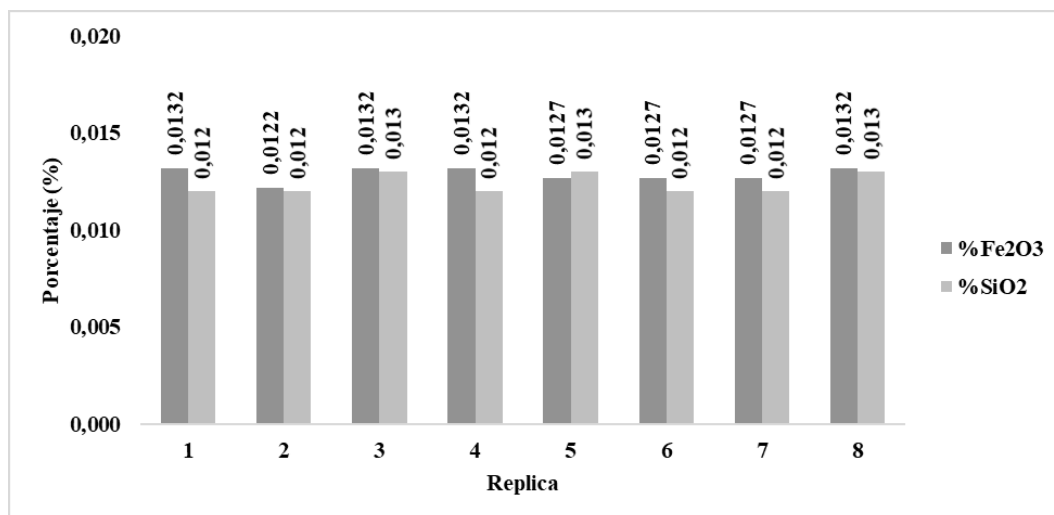


Figura 4. Resultados experimentales en la determinación de hierro (III) (Fe₂O₃) y dióxido de silicio (SiO₂)

Los datos estadísticos para el óxido de hierro (III) (Fe_2O_3) y el dióxido de silicio (SiO_2) (tabla 4) muestran una baja desviación estándar (s) de 0,0005 % para ambos compuestos. Esto sugiere que el método es altamente reproducible y que los errores aleatorios son mínimos. Por consiguiente, los resultados obtenidos permiten interpretar que existe una excelente precisión en la determinación de los contenidos de Fe_2O_3 y SiO_2 . En resumen, los resultados demuestran la viabilidad del método para la determinación cuantitativa de Fe_2O_3 y SiO_2 en el material de referencia certificado de alúmina calcinada. Estos datos, al ser precisos y reproducibles, respaldan la confiabilidad de los resultados.

Tabla 4. Resumen de la composición porcentual de óxido de hierro (III) (Fe_2O_3) y dióxido de silicio (SiO_2) en el material de referencia certificado de alúmina calcinada

Sustancia	N	Media (%)	Desviación Estándar (%)
Óxido de hierro (III) (Fe_2O_3)	8	0,0129	0,0005
Dióxido de silicio (SiO_2)	8	0,0124	0,0005

Evaluar la viabilidad estadística de los modelos de calibración para hierro y (Fe) y silicio (Si) mediante la aplicación de una t de Student

Los resultados de la prueba “t” utilizada para comparar la media de una muestra (ver Tabla 5). Para el óxido de hierro (III) (Fe_2O_3) y el dióxido de silicio (SiO_2), se estableció una $t_{\text{crítica}}$ de 2,3646. Este valor corresponde a un nivel de confianza del 95 % y 7 grados de libertad. Específicamente, para el óxido de hierro (III) (Fe_2O_3) se obtuvo una $t_{\text{calculada}}$ de -1,5275, mientras que para el dióxido de silicio (SiO_2) se obtuvo una $t_{\text{calculada}}$ de 2,0494. En ambos casos, la $t_{\text{calculada}}$ es menor que la $t_{\text{crítica}}$. Dado que el valor de la $t_{\text{calculada}}$ es inferior al valor de la $t_{\text{crítica}}$, no se rechaza la hipótesis nula. Esto implica que no existe evidencia estadísticamente significativa para afirmar que la media de los valores obtenidos difiere del valor teórico. Por lo tanto, los resultados obtenidos son consistentes con el valor teórico esperado. En consecuencia, el método empleado para determinar la concentración de óxido de hierro (III) (Fe_2O_3) y dióxido de silicio (SiO_2) funciona de manera adecuada y confiable.

Tabla 5. Resultados de la Prueba t de Student para la concentración de óxido de hierro (III) (Fe_2O_3) y dióxido de silicio (SiO_2) en el material de referencia certificado de alúmina calcinada

Sustancia	N	Media (%)	Desviación Estándar (%)	Valor teórico (%)	$t_{\text{crítica}}$	$t_{\text{calculada}}$
Fe_2O_3	8	0,013	0,00046291	0,013	2,3646	-1,5275
SiO_2	8	0,012	0,00051755	0,012	2,3646	2,0494

CONCLUSIONES

Las curvas de calibración para hierro (Fe) y silicio (Si) mostraron una excelente linealidad, con valores R^2 de 0,99891 y 0,9995 respectivamente. Esto indica una fuerte correlación entre la concentración y la absorbancia y confirma la precisión y fiabilidad del instrumento para cuantificar ambos elementos. El método analítico demuestra una excelente precisión y reproducibilidad para la cuantificación de óxido de hierro (III) (Fe_2O_3) y dióxido de silicio (SiO_2) en alúmina calcinada, con desviaciones estándar bajas que minimizan los errores aleatorios y respaldan la confiabilidad de los resultados, esto sugiere que el método es altamente reproducible y preciso. La prueba t de Student en los análisis de óxido de hierro (III) (Fe_2O_3) y dióxido de silicio (SiO_2) demuestran que el método es confiable, ya que los valores experimentales no difieren significativamente de los teóricos. La actualización de las curvas de calibración de hierro y silicio en alúmina calcinada mediante espectrofotometría UV-Visible se logró con éxito y demostró ser un método altamente preciso y confiable. La excelente linealidad de las curvas (R^2 de 0,99891 para hierro y 0,9995 para silicio) confirma la fiabilidad del instrumento. Además, la baja desviación estándar en la cuantificación de Fe_2O_3 y SiO_2 en alúmina calcinada, junto con los resultados de la prueba t de Student, validan la precisión y reproducibilidad del método. En definitiva, las curvas de calibración actualizadas son adecuadas y confiables para el análisis rutinario de estos elementos en alúmina calcinada.

FINANCIACIÓN

Los autores no recibieron financiación para el desarrollo de la presente investigación.

CONFLICTO DE INTERESES

Los autores declaran que no existe conflicto de intereses.

CONTRIBUCIÓN DE AUTORÍA

Conceptualización: Aliana Patricia Gamboa Ortega, Gilberto Rafal Lara, José Luis Castro Soto.

Curación de datos: Aliana Patricia Gamboa Ortega, Gilberto Rafal Lara, José Luis Castro Soto.

Análisis formal: Aliana Patricia Gamboa Ortega, Gilberto Rafal Lara, José Luis Castro Soto.

Redacción – borrador original: Aliana Patricia Gamboa Ortega, Gilberto Rafal Lara, José Luis Castro Soto.

Redacción – revisión y edición: Aliana Patricia Gamboa Ortega, Gilberto Rafal Lara, José Luis Castro Soto.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. QI Química Industrial. Alúmina.2024. <https://quimicaindustrial.cl/producto/alumina/?srsltid=AfmBOoqgoD902gabOkxrlBwJu5J9DKjeYIoZR5PtuYUcmgENSEzC8SJW>.
2. Nuevo modelo del sistema anódico para mejorar la eficiencia eléctrica en las celdas de reducción de aluminio HAL-230 DE CVG Venalum. Rojas, Francisco, Malavé, Imer y Birrot, Angel. 65, 2012, Universidad, Ciencia Y Tecnología, Vol. XVI, págs. 238-243.
3. Díaz, Nieves, Bárcena, José y Fernández, Emilio. Espectrofometría: Espectros de absorción y cuantificación colorimétrica de biomoléculas. Córdoba, España. : Departamento de Bioquímica y Biología Molecular, Campus Universitario de Rabanales., 2006.
4. Harris, Daniel. Análisis Químico Cuantitativo. Tercera. Barcelona : REVERTÉ, 2016. ISBN: 978-84-291-9415-9.
5. Christian, Gary D. Química Analítica. Sexta. México : McGraw-Hill/Interamericana editores, S. A. de C. V, 2009. ISBN: 978-970-10-7234-9.
6. ISO 804. . Oxido de Aluminio Primario Usado en la Producción de Aluminio - Preparación de la Solución para Análisis - Método por fusión Alcalina. Preparacion de la solucion de alumina por fusion alcalina para analisis quimico PQ-ESP-02. Guayana : CVG Venalum, 2007.
7. COVENIN 2898. Alumina Calcinada Grado Metalurgico. Determinacion de Hierro y Silice en muestras de alumina calcinada por espectrofotometria UV-Visible MQ-ESP-003. Caracas: FONDONORMA, 1992.
8. Skoog, Douglas, y otros, y otros. Fundamentos de química analítica. Novena. México D.F.: Cengage Learning Editores, S.A. de C.V., 2015. ISBN: 978-607-519-937-6.
9. Ortega, Cristina. Prueba t: Qué es, ventajas y pasos para realizarla. Questionpro. 2024. https://www.questionpro.com/blog/es/prueba-t-de-student/#Pasos_para_realizar_una_prueba_t_de_Student.
10. JMP Statistical Discovery LLC. . La prueba t. 2024. https://www.jmp.com/es_cl/statistics-knowledge-portal/t-test.html.