Una vez armado el matraz y colocada la mezcla oxidante se deja el matraz durante 5 min. a temperatura ambiente. Se adapta luego el calefactor de espiral de cobre y se calienta con la lámpara infrarroja durante 10 min. a aproximadamente 80ºC con disco de amianto. Se calienta otros 5 min. sin el disco. Se enfría el matraz con agua y se valora el exceso de dicromato como se describe arriba. De este modo el ensayo completo se puede llevar a cabo en 30 minutos.

Resumen: I. M. de S.
Recibido: 15.VII.1963.

Sección E-e) Microanálisis

71 Nº 201 - *Dosificación de microcantidades de nitrato y amoníaco.*

W. E. Cerveñansky

Fundamento. — Se desprende (o se evalúa) el amoníaco existente en la muestra como amonio o aminas volátiles y seguidamente se reduce el nitrato con aleación Devarda. El amoníaco desprendido en segunda instancia, se recoge sobre un papel reactivo. Finalmente se compara con escala o con curva de calibración.
Reactivos: 1) Hidróxido de sodio 2N; 2) Hidróxido de sodio 18N; 3) Tiras de papel Whatman Nº 1 impregnadas en el reactivo (4); 4) Disolver en 100 ml. de agua 3 grs. de $MnSO_4H_2O$, 3 grs. de $AgNO_3$. Neutralizar la solución obtenida, exactamente, con NaOH 0,1N y filtrar. (Reagents for Qualitative Inorganic Analysis. 2nd. Report of the I Cometee on New Analytical Reagents and Reactions of the I.U.C. pág. 250); 5) Aleación Devarda con un tamaño de partículas entre 20-25 mallas por cm^2. Material más fino produce espuma que puede hacer fracasar la determinación.
Preparación de las tiras. — Hojas de Papel Whatman Nº 1 se mojan con el reactivo (4), se escurren y se secan en la oscuridad. El papel no debe tocarse con los dedos ni antes ni después de tratado. Luego de seco se dobla 4 a 6 veces y se corta con un elemento muy afilado como por ej. hojillas de afeitar, usando como guía una regla de vidrio que tiene la cara que apoya sobre el papel, esmerilada (a fin de tenerla firmemente apoyada y po-

der obtener cortes bien definidos); el conjunto se apoya sobre una superficie plana de madera. En cada corte se obtienen varias tirillas que deben tener unos 60 mm de longitud y el ancho adecuado para la chimenea empleada. Se guardan en frasco oscuro por unos días pero rápidamente se oscurecen y pierden sensibilidad.

Dispositivos. — La determinación se lleva a cabo en el dispositivo de la figura 1 que consta de: *Tubo A (chimenea)*: consiste en un tubo recto de vidrio pyrex de 2 mm de diámetro y 100 mm de altura. Tapón de goma exenta de NH_3; *Recipiente B* (generador) construído con vidrio pyrex de 8 mm de diámetro abulbado en el extremo inferior y con una protuberancia P. Su longitud es de 30 mm. Las dimensiones no indicadas no son críticas. El bulbo P tiene la finalidad de permitir depositar (mientras se encuentra dispuesto horizontalmente el generador) el reactivo que ha de provocar el desprendimiento del gas. El conjunto A+B está tratado con Desicote, pues se comprobó que ello aumentaba considerablemente la cantidad de amoníaco recogido sobre el papel.

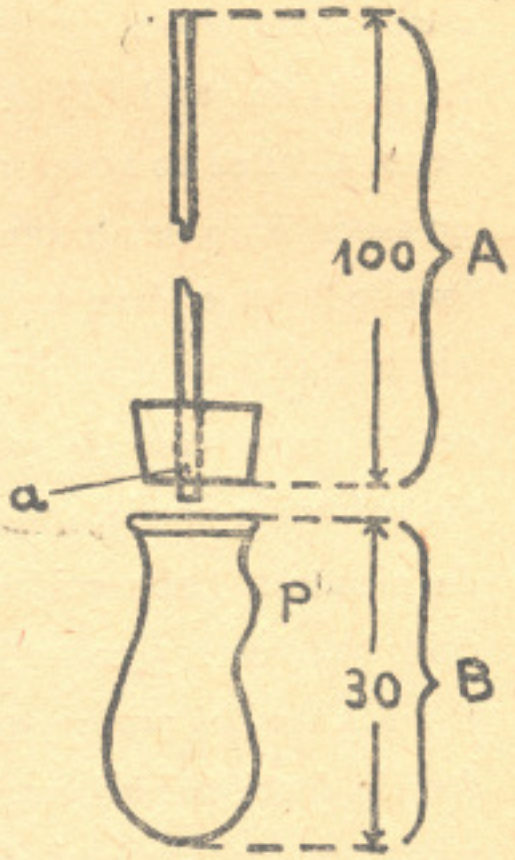

Figura 1
A — Chimenea
B — Generador

Técnica: — La muestra se coloca en el generador B agregándose 0,1 ml. del reactivo (1); se calienta moderadamente para ayudar al desprendimiento de la totalidad del amoníaco, comprobándose el fin de la operación con papeles indicadores de pH. Si se desea dosar este amoníaco, luego de agregar el reactivo (1), se coloca la chimenea con la tirilla y se procede como se indicará para nitratos. Posteriormente se agregan 90 mg de Aleación Devarda en el generador y se ponen 0,05 ml del reactivo (2) en la protu-

berancia P. Se coloca la chimenea A en su lugar sobre el generador B. Se deja en reposo en la oscuridad para que se desarrolle la reacción durante 24 hs. Finalmente se compara con una escala o con una curva de calibración. Para hacer la escala se utilizó una solución de nitrato de sodio con un valor de N = 1mg medida con pipeta capilar de 30μl graduada en 0,5μl por mm. La tirilla de papel (3) se introduce por la chimenea A por medio de un alambre de acero inoxidable. En la parte *a* de A se coloca un tapón flojo de algodón que ocupa aproximadamente 4 mm de longitud y que sirve para retener la fina nube de gotitas provenientes del líquido en reacción. Obviamente este tapón no es necesario en el caso de que se determine amoníaco directamente, sin reducción previa, como sucede en el caso de la determinación de nitratos. Debe cuidarse que la tirilla de papel sea cortada cuidadosamente y colocada regularmente en la chimenea. Como el resultado del proceso son superficies ennegrecidas, estableciéndose la funcionalidad entre la altura de la mancha y cantidad de amoníaco, los "anchos" deben ser constantes. La tira debe quedar en una posición central y vertical. Si quedare inclinada, la cara inferior quedará mucho más intensamente coloreada que la superior. Es conveniente que la tirilla entre en forma ajustada pues ello contribuye a mantenerla en posición correcta. Se ha ensayado la posibilidad de utilizar tirillas de papel tornasol y de papel indicador universal Merck. Al respecto se comprobó una sensibilidad mucho mayor y ello haría apto el método para trabajo con fracciones de μg. Estas reacciones son reversibles pero no sería difícil hallar condiciones en las cuales podrían hacerse las determinaciones.

Campo de utilidad. — Tal como se comprueba en la gráfica de la figura 2 el método es utilizable entre 1 y 14 μg de N. La pendiente de la curva es de aproximadamente 45º siendo el incremento de altura del ennegrecimiento por μg de N, de 2,5 mm. La precisión en la apreciación de la altura del ennegrecimiento es de 1 mm. por lo cual la sensibilidad es de aproximadamente 0,5 μg de N.

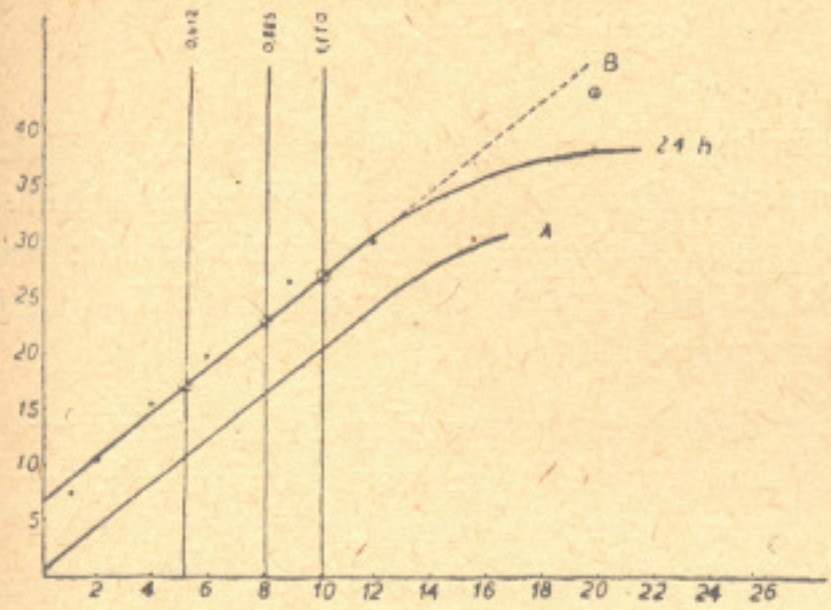

Figura 2

En la figura 2 tenemos un ejemplo de determinación efectuada con una muestra de la cual se hicieron varias tomas que caracterizamos por su peso: 1,170; 0,885 y 0,612. En las verticales correspondientes a estas tomas se indica la altura de la mancha y las cantidades de N contenidas en las tomas y la linealidad de la relación entre estos valores. También para diversas tomas del mismo problema es lineal la relación entre la altura de la mancha y la magnitud de la toma efectuada. El tiempo de 24 horas utilizado, resultó ser el más conveniente, luego de una serie de ensayos, pero puede disminuirse, especialmente si el proceso se cumple a mayor temperatura.

Recibido: 7.X.1963.

SECCION H) QUIMICA INDUSTRIAL

Sección H-g) Metalurgia.

16 Nº 202 - *La incidencia de la estructura geológica y la petrografía en el enfoque de beneficiación del mineral de hierro del arroyo Valentines, Florida, Uruguay.*

J. Bossi