

Las soluciones de sustancias tipo como dicromato y biyodato de potasio se pueden hacer pesando el producto y la solución resultante; naturalmente la cantidad de solución que se puede hacer depende de la balanza. Más viable es hacer un volumen conocido de solución standard y determinar su densidad. La precisión de las titulaciones está limitada por el tamaño de la gota, por lo tanto normalmente es suficiente anotar la pesada hasta 0.01 g. Esta bureta gravimétrica puede ser usada también como pipeta haciendo marcas adecuadas en el recipiente; los volúmenes liberados no serán reproducibles pero sí determinables con alta precisión.

Referencias: 1) J. M. Thoburn; J. Chem. Educ. 36 616 (1959).

Recibido: 9.VII.1963

Sección E-b) Análisis cromatográfico.

65 N° 184 El uso de la estufa anular de Weisz en la separación y reconocimiento de grupos clásicos de cationes.

F. Blanco de Lema

Se indican las ventajas del método: permite trabajar con muestras muy reducidas por su contenido en peso y en volumen, permite separaciones rápidas, y fundamentalmente realiza concentraciones de iones en un lugar determinado del papel. Esto favorece la sensibilidad del método y los resultados se alcanzan en muy poco tiempo, relativamente. Se ha estudiado la separación sobre papel de grupos clásicos de cationes (J. D. Lema C.O.R. 1 N° 3, Com. N° 144 y N° 145). Las dos técnicas mencionadas pueden adaptarse al uso de la estufa anular de Weisz descrita en: Weisz H. Mikrochimica Acta (1954) pg. 140, 376, 460 y 785.

I) Separación del grupo 1 de cationes (Ag, Pb, Hg y Tl).

Para hacer uso de la técnica de Weisz es necesario alterar el orden de los solventes mencionados en el trabajo (J. D. Lema Op. cit. Com. N° 144). Se consiguen resultados muy buenos con el siguiente orden: a) alcohol etílico 95° con HCl conc. 1‰; b) agua destilada con HCl conc. 1‰.

Procedimiento: Colocar una microgota de la muestra, en la parte central de un disco de papel Whatman N° 1. Secar en

corriente de aire. Colocar el disco sobre el bloque anular, calentado previamente entre 60°C y 70°C. Agregar con la pipeta capilar, el solvente (a), repitiendo unas 10 veces esta operación, cuidando que el líquido de lavado no sobrepase el borde central calentado (22 mm) del bloque. Cuando el lavado se considera completo, secar, retirar el disco de papel, cortar con sacabocado la parte central. Cortar sectores del disco que se usarán para la investigación de Hg y Tl. El pequeño disco central se deposita en el centro de un nuevo disco de papel. El conjunto se coloca en la estufa regulada ahora a 105°C y se lava del mismo modo con el solvente (b) apoyando la pipeta capilar en la parte central del disco. Repetir el lavado 10 veces con las mismas precauciones indicadas antes y ensayar Pb en sectores del disco mayor y Ag en el pequeño disco.

Reconocimientos: Para el reconocimiento de Ag, Hg, Pb y Tl se usan las reacciones indicadas en la técnica de J. D. Lema, citada.

II) *Separación del grupo 3 de cationes (Fe, Al y Cr)* (Ver también J. D. Lema, C.O.R. 1 N° 3, Com. 145). Se usa la técnica de Weisz sin modificación en el orden de los reactivos de separación. Se aconsejan precauciones especiales para el reconocimiento de pequeñas cantidades de hierro, ya que el ion férrico aparece como impureza en reactivos y papel de filtro. Los reactivos deben estar libres de dicho ion y el papel de filtro lavado por técnicas de cromatografía ascendente, primero con HCl al 10% y luego con agua bidestilada. A los efectos de evitar todo contacto metálico, se usan anillos de porcelena para sostener el papel en la estufa. Cuando el ensayo del ion férrico sea positivo muy débil, será mejor comparar con un ensayo en blanco.

Procedimiento. De la muestra que debe contener los iones férrico aluminico y bicromato en medio clorhídrico, tomar una microgota que se deposita en la parte central de un disco de papel Whatman N° 1 de 50 mm de diámetro. Inmediatamente exponer a los vapores de NH_3 y colocar en la estufa anular de Weisz previamente calentada a 70°C. Agregar con la pipeta capilar NH_4OH 3M en la parte central de la gota muestra, repitiendo hasta diez veces esta operación, cuidando que el líquido de lavado no sobre-

pase el orificio central (el diámetro de la zona húmeda no debe exceder de 22 mm). Retirar el papel y secar. (Se puede dejar secando en la estufa o mejor aún en corriente de aire). Quitar con un sacabocado la parte central que contiene la gota muestra (ahora sólo Al y Fe como hidróxidos). En sectores de la parte exterior del disco original se investiga ion cromato con difenilcarbazida y ácido sulfúrico diluido.

El pequeño disco central se deposita en el centro de otro disco de 50 mm "a". Ubicados ambos sobre la estufa anular calentada a 70°C se hace llegar con pipeta capilar, el solvente: ácido acético glacial — ácido clorhídrico concentrado (10:1), procediendo en la misma forma indicada antes. Lavar 10 veces con las precauciones mencionadas. Secar bien, retirar y ensayar aluminio en el pequeño disco central usando alizarina y en sectores del disco "a" ensayar Fe con la reacción del ferrocianuro de potasio. Hacer ensayo en blanco para decidir sobre la presencia de pequeñas cantidades de Fe.

Resumen: B. G.

Recibido: 28.VI.1963.

Publicación interna de la cátedra de Análisis Cualitativo.

Facultad de Química. Montevideo. Uruguay. N° 7, 9 pgs. (1963).

- 66 N° 185 - *Investigación sobre papel del ion Ba por ensayo indirecto usando como reactivo la difenilcarbazida.*

J. D. Lema

El reconocimiento de bario y diferenciación del estroncio por los procedimientos habituales presenta dificultades cuando se trata de cantidades muy pequeñas de bario. Se describe un ensayo para reconocimiento indirecto de ion Ba provocando su precipitación sobre papel bajo forma de BaCrO_4 .

Procedimiento. Depositar una macrogota de solución reactivo (0.5% de K_2CrO_4 , 5% de NH_4Cl y 1% de NH_3 conc.) a un cm. del extremo de una tirilla de papel Whatman N° 1 de 2 x 6 cm. Provocar la absorción de hasta $10\mu\text{l}$ de la solución neutra a ensayar. Lavar 5 veces en un pequeño vaso con 2-3 ml.