



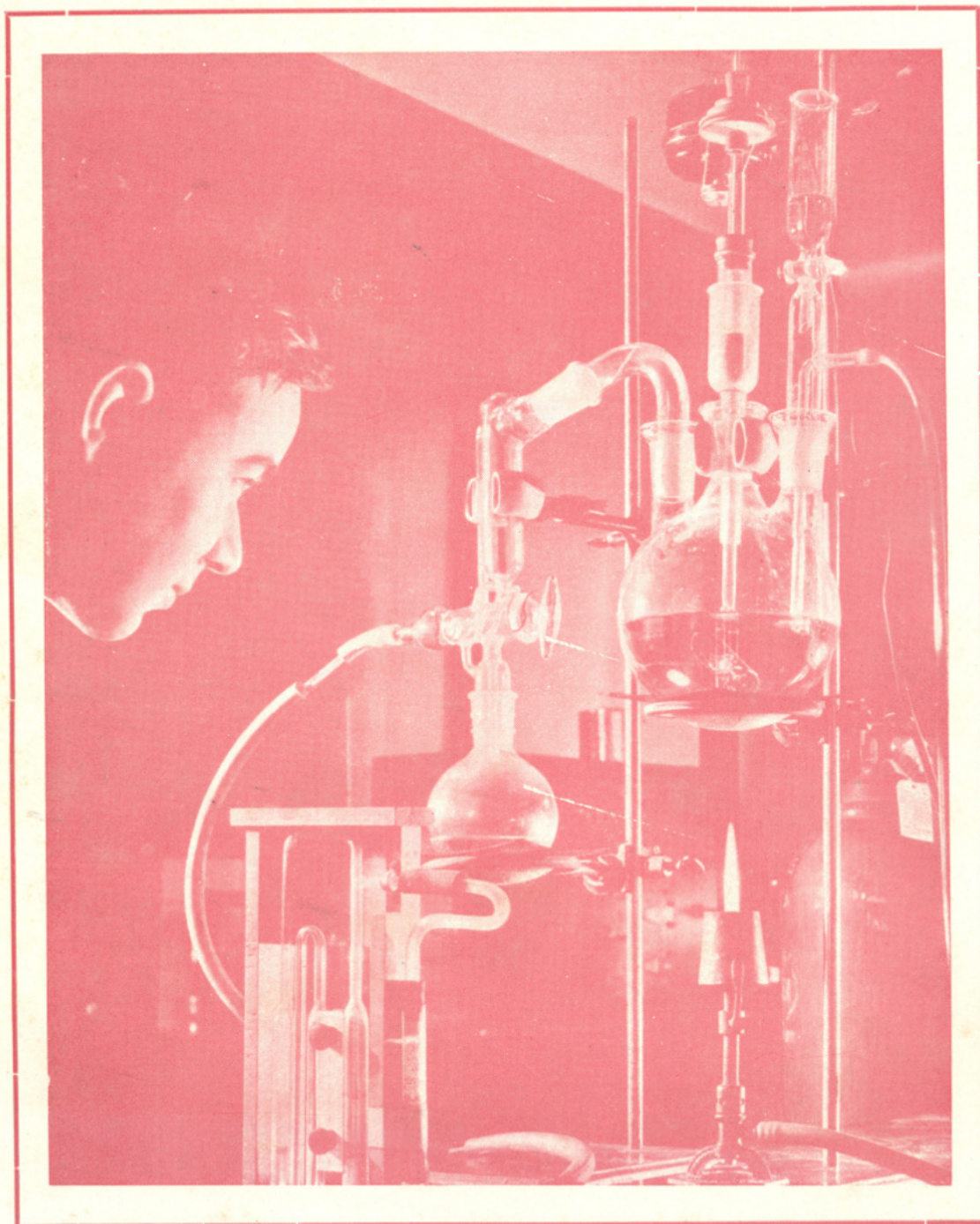
ÓRGANO

PH

OFICIAL

DE LA ASOCIACIÓN  
DE ESTUDIANTES  
DE QUÍMICA

1 9 4 5  
DICIEMBRE  
N.º 2



MONTEVIDEO  
URUGUAY

# Marcha sistemática semi-microquímica de los metales alcalinos y alcalinos térreos, incluyendo el litio

Por el Dr. JUAN F. SAREDO

Profesor de Análisis Químico. Jefe de Sección del Instituto de Química.  
Facultad de Química y Farmacia. Montevideo

## RESUMEN

Basándome en trabajos anteriores (1-2) donde teniendo en cuenta los inconvenientes y dificultades propios de la técnica clásica, fundada en la separación de los metales alcalinos-térreos bajo la forma de carbonatos, preconizaba una técnica directa de investigación basándome en la insolubilidad de los nitratos de bario y estroncio en ácido nítrico, y luego separando el calcio por insolubilidad de su sulfato en medio hidro-alcohólico; por último, se investigaban juntamente el magnesio, potasio y sodio.

En este trabajo, además de agregar el litio, se introducen modificaciones técnicas que la convierten en una rápida marcha semi-microquímica; pudiendo finalmente caracterizarse alrededor de mgrs. 0,1 en los casos simples y de mgrs. 0,3 en los casos más complejos, de un elemento, en presencia de 15 a 20 mgrs. de otro cualquiera.

La técnica facilita precipitados densos netamente separables con una centrífuga de mano, siendo innecesaria toda filtración. El bario y estroncio se investigan al estado de cromato, verificándose a la llama. El calcio se verifica por la reacción del oxalato. Separados cuantitativamente esos metales, el magnesio se caracteriza por la reacción del fosfato, el litio con un espectroscopio de bolsillo; el potasio por la reacción del cobaltinitrito asegurando la ausencia del amonio por la reacción de Nessler y el sodio por la reacción de Streng-Blanchetière, convirtiéndola en específica aun en presencia de grandes cantidades de litio y potasio previa separación parcial basada en la insolubilidad relativa de los sulfatos en mezclas hidro-alcohólicas.

Se recomienda calcinaciones moderadas por haberse observado ataque de la capa vítrea de la porcelana durante el proceso de eliminación de sales amoniacaes por calcinación intensa de los nitratos.

Sobre este tema, publiqué en la Revista "Ph" de la Asociación de Estudiantes de Química, año 1931, pág. 43 (1), un trabajo sobre "Investigación de los metales alcalinos y al-

calinos térreos, sin separación de estos últimos bajo la forma de carbonatos". Destacaba en él, los inconvenientes de la técnica clásica del grupo de los carbonatos, separación imperfecta pudiendo perderse cantidades apreciables de metales alcalino-térreos según la proporción de sales amoniacaes y también de magnesio.

Una prueba más de las dificultades en la separación al estado de carbonato, es el cambio de técnica que deben realizar autores que, como Arthur A. Noyes, son autoridades en química analítica; ese profesor preconizaba (3-4) la precipitación de carbonatos en medio hidro-alcohólico, y en su última obra (5) la sustituye por la técnica de precipitación efectuada sobre pequeño volumen y saturando con carbonato de amonio.

En mi trabajo, considero innecesaria la separación al estado de carbonato (del Ca-Ba y Sr incluyendo o no el Mg) pues es fácil y en forma más segura y rápida deducir una técnica basada en la insolubilidad del nitrato de Ba y Sr en ácido nítrico concentrado, luego el Ca al estado de sulfato en medio hidro-alcohólico, investigando al final por reacciones clásicas especiales el Mg, K y Na; la investigación era posible dentro de límites amplios para un análisis cualitativo corriente, pudiendo caracterizarse alrededor de mgrs. 1,5 de un elemento en presencia de 200 mgrs. de cualquier otro del Grupo. Al final de la pág. 47, decía: "Creo que con la base de la técnica esbozada, es fácil desarrollar una excelente técnica de análisis semimicroquímico para estos seis metales".

Este año, a pedido de mis discípulos de Análisis Químico Cualitativo, transformé la técnica en semi-micro completando el cuadro con la inclusión del litio, elemento que no debemos calificar de raro.

Al llevar la técnica a menor escala, he podido simplificarla siendo más rápida y ágil, pero los límites se han acortado algo, quedando limitada su aplicación, operando con cantidades máximas de 20 mgrs., es fácil caracterizar de mgrs. 0,3 a 0,4 del elemento en menor cantidad, aunque en casos simples se puede llegar fácilmente a menos de mgrs. 0,1; en general, estimo la relación de 1 a 50.

Las separaciones las realizo mediante centrifugación que es la técnica empleada corrientemente en este tipo de análisis: Curtman (6), Engelder (7), Middleton (8), etc., la técnica de Barber (9) aunque interesante requiere mayor cuidado; en mi trabajo he usado una simple centrífuga de mano; los precipitados se obtienen en condiciones que decantan fácilmente, así el cromato de bario formado en las condiciones descritas, se separa muy bien, sólo el estroncio requiere tiempo, pero está al final del grupo; con respecto al empleo de reactivos especiales, bastante difíciles de conseguir en nuestro medio, los creo innecesarios dentro de los límites de la técnica. El S.O (p. nitro-benzo-azo-resorcinol) vendría bien para confirmar la presencia del magnesio; las interferencias han sido estudiadas por Mehlig-Johnson (10); sin embargo, la técnica asegura una perfecta separación del bario, calcio y estroncio y la reacción clásica del fosfato me ha resultado segura y bastante sensible.

Para el potasio, uno de los últimos y más sensibles reactivos, la dipicrilamina, según Feigl y Barboza (11) sólo permite caracterizar el potasio en presencia de cantidades moderadas de sodio (25  $\gamma$  de potasio en 250  $\gamma$  de sodio); en mi trabajo, he asegurado la especificidad de la reacción del cobaltinitrito recomendando efectuar una reacción de Nessler; lo mismo he hecho para la investigación del sodio por el clásico y hasta hoy insustituible reactivo de Streng o Blanchetière, he tratado en mi trabajo de ajustar la técnica para transformarlo en específico aún en presencia de gran cantidad de potasio y litio.

No insistiré en detalles expuestos en mis trabajos anteriores (1-2), sólo destacaré las dificultades que he encontrado en el transcurso de los ensayos efectuados durante la ordenación y verificación de la técnica que describo al final de este trabajo.

Los puntos esenciales son: 1º, posible ataque de la capa vítrea de las cápsulas de porcelana por las sustancias en fusión, durante el proceso de eliminación de sales amoniacaes al calcinar los nitratos; 2º, interferencia del amonio en investigación del potasio; 3º, introducción del litio en la marcha. Investigación de pequeñas cantidades en presencia de grandes cantidades de los demás elementos; 4º, efecto de la presencia de grandes cantidades de litio en la investigación de los otros elementos; 5º, relativo valor específico de la reacción de Streng-Blanchetière para el sodio. Técnica para transformarla en específica del sodio.

Primero. — La mayoría de los autores corrientes al eliminar las sales amoniacaes por

evaporación con ácido nítrico, unos más que otros, recomiendan calcinar suavemente, aunque hay quienes lo hacen con bastante intensidad (12), para evitar pérdidas por volatilización: en principio es cierto, pero en mis experiencias el efecto ha sido contrario; calcinando intensamente en cápsula de porcelana los nitratos, o quizás mejor, los óxidos fundidos, son capaces de atacar la capa vítrea y haber ganancia de vestigios de elementos; la posible aparición de sodio depende lógicamente del elemento presente, de la calidad del material y la intensidad de la calcinación.

Veamos una sencilla experiencia exagerando un poco las condiciones de Curtman (12). Se colocan en dos capsulitas cantidades iguales de unos 8 a 9 mgrs. de potasio (cloruro). Se agregan 2 ml. de HNO<sup>3</sup> concentrado. Se evaporan a sequedad. Mientras una cápsula se calcina moderadamente, sobre tela (véase técnica general), unos 3 a 4 minutos, la otra, durante ese tiempo se calcina a fuego directo e intenso; se dejan enfriar. Se agrega 1 ml. de CHI y se evaporan a sequedad, calcinando suavemente (la diferencia está, en el que podríamos llamar, proceso de eliminación de sales amoniacaes).

Se disuelven en 1,2 ml. de agua — calentar suave para ayudar la disolución — en pequeños tubos poner 3 gotas de cada solución y 3 gotas de reactivo de Blanchetière. Hacer la reacción como se indica más adelante. Comparativamente el contenido de la cápsula fuertemente calcinada acusa vestigios de sodio, en algunos casos la reacción es tan intensa como para dar falsos positivos; si el mismo tratamiento se hace con el litio siguiendo la técnica general (transformación a sulfatos, separación con alcohol) el ataque en algunos casos es sencillamente notable; obteniendo positivos que corresponden a mgrs. 0,5 de sodio y aun más.

Esto justifica los detalles de la primera parte de la técnica, la eliminación de las sales amoniacaes se realiza por calcinación moderada y en varias etapas.

El segundo punto es una consecuencia del anterior, en una técnica de calcinaciones moderadas pueden quedar vestigios de sales amoniacaes (a pesar que en esta técnica se hace una doble evaporación con ácido nítrico); la consecuencia es que dada la similitud de reacción con el potasio frente a los reactivos corrientes puede darnos con el cobaltinitrito un falso positivo. Bastando mgrs. 0,4 de amonio por ml. (al estado de sulfato) para darnos una reacción semejante a un tipo de potasio de mgrs. 0,1 por ml. Haciendo la reacción con dos gotas de solución y dos gotas de reactivo. En la práctica se puede fácilmente

salvar ese error, haciendo una reacción de Nessler poniendo en un vidrio de reloj: una gota de solución y una gota de reactivo de Nessler; bastan mgrs. 0,2 de  $\text{NH}_4^+$  (mitad del anterior) para dar un precipitado apreciable; de modo que: si se obtiene una reacción positiva con el cobaltinitrito y negativa de Nessler no puede haber dudas sobre la presencia del potasio; de lo contrario, es fácil mediante nueva calcinación, asegurarse de la eliminación total de las sales amoniacaes.

Tercero. — Investigación de vestigios de litio. Se han propuesto y estudiado muchas reacciones de precipitación: fosfato, fluoruro, aluminato, estearato, peryodato de potasio (<sup>13</sup>), peryodato de hierro (<sup>14</sup>), carbonato (<sup>15</sup>), reactivo de Streng modificado (<sup>16</sup>), pero indiscutiblemente la más simple y sensible (<sup>17</sup>) es la investigación espectroscópica. Operando con un simple espectroscopio de bolsillo, de los empleados en análisis clínico, la línea roja característica del litio entre la del sodio y potasio puede fácilmente ser ubicada por cualquier estudiante, a la concentración del 1 % tanto en presencia del potasio como la del sodio; basta ejercitarlo con la siguiente solución de prueba, que tiene por ml. y al estado de sulfato, 25 mgrs. de potasio, 5 mgrs. de sodio y mgrs. 0,3 de litio, la línea roja del litio es perfectamente visible, aún a plena luz del día.

Los puntos restantes los trataré juntos: si la cantidad de litio se limita alrededor de 20 mgrs. por ml. de solución, sólo se produce la interferencia para la reacción de Strong pues el litio la da con bastante intensidad (<sup>4</sup>). Podría pensarse igualmente en que perjudica la investigación del magnesio por dar un fosfato insoluble pero operando en medio amoniacal y a la dilución especificada en esta técnica, el litio no precipita.

Para salvar la interferencia del sodio, traté de modificar el reactivo de Streng pues los a base de acetato de zinc, parecen los menos indicados; pues un reactivo de esa naturaleza ha sido utilizado por Miller y Travers (<sup>16</sup>) para la precipitación cuantitativa hasta cantidades de mgrs. 0,6 de litio por ml.

El primitivo reactivo de Blanchetière (<sup>18</sup>) es poco sensible usándose generalmente un reactivo de doble concentración (<sup>5</sup>) después de muchos ensayos me decidí por este reactivo ligeramente diluido. (Véase al final, la fórmula adoptada. Su sensibilidad para el sodio es mediana; mgrs. 0,15 por ml. al estado de sulfato. La reacción se hace mezclando 3 gotas de solución y 3 gotas de reactivo, agitando a intervalos de 4 minutos (dejando en agua fría), por los 15 minutos da un tenue pero aparente precipitado cristalino. La reac-

ción depende de pequeños factores, el acetato triple de uranilo, magnesio, y sodio cristaliza con mucha inercia, y bastan pequeñas variaciones de composición de reactivo, proporción del mismo, condición de reacción (agitación, temperatura) para tener diferencias grandes en la sensibilidad y por lo tanto en la precipitación cuantitativa como lo han demostrado Yaley y Foulk (<sup>19</sup>) explicando las discordancias obtenidas por los primitivos autores en la aplicación cuantitativa de este procedimiento.

Con el reactivo indicado, y haciendo la reacción en la forma descrita, respetando más que nada la proporción de reactivo (tomando 3 gotas de cada una con pipeta semejante) (las interferencias quedan en los siguientes límites: hasta 2 mgrs. de litio y 10 mgrs. de potasio por ml. y al estado de sulfato no produce precipitado cristalino y si tiende a aparecer es tan tenue, que empleando un tipo de sodio igual a mgrs. 0,15 como límite de positivo, no es posible dar un falso positivo de sodio. El margen es suficientemente amplio para aplicar una técnica de separación parcial. Si el estado final de mi residuo hubiera sido el de cloruro, bastaba tratar con un disolvente orgánico adecuado (<sup>20</sup>); en mi caso se complicaría por la transformación previa a cloruro. Ensayé con buen resultado la precipitación por el carbonato de potasio en caliente (<sup>15</sup>) y aún en medio hidro-alcohólico en frío, pero es necesario regular el exceso de carbonato de potasio para evitar la interferencia del potasio; al final teniendo en cuenta la solubilidad relativa de los sulfatos en medio hidro-alcohólico hice una serie de ensayos buscando la proporción adecuada que permitiendo pasar una cantidad relativamente apreciable de sodio (1 mgr.) limite al mismo tiempo la cantidad de litio a menos de 2 mgrs. y el potasio a menos de 10 mgrs.; para este último, no es necesario una técnica rigurosa; basta agregar a la solución aún ácida (de 1 a 1,5 ml.) 3 ml. de alcohol a 96° y la cantidad que pasa de potasio, es muy inferior al límite de 10 mgrs.; el nuevo residuo se disolverá en 1 ml. de agua.

Para el litio, el margen es más estrecho y la técnica es rigurosa; disuelto en 1 ml. de agua (la reacción debe ser neutra o ligeramente ácida, pues el bisulfato es más soluble) se le agrega 3 ml. de alcohol a 96°.

Pude comprobar por pesada del sulfato de litio, que la cantidad que pasa de litio es inferior a mgrs. 1,2. Es posible por esta técnica investigar sodio en las sales corrientes de litio en proporción inferior al 1 % del litio. Es una operación rápida y sencilla uti-

lizando una cápsula de platino, pues nos permite calcinar intensamente asegurándonos la descomposición del bisulfato; en cápsula de porcelana, si no se procede en la forma moderada que se indicará en la técnica general es posible el ataque de la capa vítrea. Poner en una capsulita de platino una cantidad de sal equivalente a 25 ó 30 mgrs. de litio, agregar un exceso de ácido sulfúrico, evaporar a sequedad, calcinar a punto de fusión. Disolver en 1 ml. de agua, agregar 3 ml. de alcohol, agitar, pasar a un tubo de centrífuga, enfriar, centrifugar, decantar con cuidado sobre la cápsula lavada, evaporar a sequedad. Disolver en ml. 0,8 de agua y hacer la reacción de Streng en la forma indicada con un comparador de sodio de mgrs. 0,15.

#### Técnica detallada de la marcha:

Para su mejor interpretación, la dividiré en cinco etapas:

1ª etapa: Transformación en nitratos y eliminación parcial de las sales amoniacales.

2ª etapa: Separación y caracterización del bario y estroncio.

3ª etapa: Separación y caracterización del calcio.

4ª etapa: Obtención de sulfatos. Investi-

gación del litio, potasio-magnesio y sodio.

5ª etapa: Investigación del sodio en presencia de cantidades apreciables de potasio o litio.

Primera etapa. — El filtrado del grupo anterior acidulado con ácido clorhídrico se concentra a un pequeño volumen (2 a 3 ml.) separando por centrifugación las sales amoniacales que pueden cristalizar. Se pasa la solución a una cápsula agregando 2 a 3 ml. de ácido nítrico, evaporar a sequedad, calcinar suavemente. En todo el trabajo por calcinación suave se entiende: sobre tela de amiento con un mechero común que como máximo lleva el lado inferior de la tela a un rojo naciente. Cuando la emisión de vapores es débil, o se forma una masa fundida que no se seca al cabo de unos 2 minutos, se suspende la calcinación. Debe tenerse en cuenta que la eliminación de sales amoniacales se asegura perfectamente en etapas posteriores.

Todas las calcinaciones se terminan moviendo rápidamente la llama del mechero por las paredes laterales y borde de la cápsula (eliminando las sales amoniacales que se condensan en las partes frías).

Segunda etapa. — Separación y caracteri-

## ***Pida a su proveedor:***

Aceite **CIDAC**  
TIPO ESPECIAL  
SIEMPRE BUENO  
SIEMPRE IGUAL

Aceite **CACIQUE**  
COMESTIBLE-ALTO  
REFINAMIENTO



Aceite **SARANDI**  
PURO DE GIRASOL

Aceite **GUARANI**  
PURO DE MANI  
REFINACION  
PERFECTA

ELABORADOS POR: COMPAÑIA INDUSTRIAL DE ACEITES COMESTIBLES  
ALDAO, MANTARAS Y CASTELLS LTDA. \* FABRICA A. SALVO 89-TEL. 224242-225053

zación del bario y estroncio. A la cápsula fría o tibia se agregan unos 2 ml. de ácido nítrico (D. 1,40). Calentar suavemente y ayudar la disolución agitando con una varilla, pasar a un tubo de centrifuga. Si la solución es límpida, ausencia de bario y estroncio, se pasa nuevamente a la cápsula, lavando el tubo con un poco de agua (2 ml.) que se agrega a la misma cápsula.

(Se continúa con la 3ª etapa).

Si la solución es turbia, se lava la cápsula con 1 ó 2 ml. de ácido nítrico pasándolo al tubo de centrifuga. Se deja enfriar. Centrifugar nuevamente, pues los nitratos de bario y estroncio son pesados y decantan fácilmente.

Al centrifugar esa solución nítrica, punto vulnerable de una técnica pedagógica, se debe usar una pantalla (vidrio grande, trozo de cartón con ventana de papel celofán, etc.), decantar el líquido claro en la misma cápsula previamente lavada.

(Pasar a la 3ª etapa).

El residuo se disuelve en 1 ml. de agua. Se agregan 5 gotas de cromato de amonio al 5 % — 5 gotas de solución de acetato de amonio 3 N (alcalinizada netamente con amoniaco), luego amoniaco hasta coloración neta amarillo verdoso o sea medio alcalino, que se asegura agregando una gota en exceso de amoniaco. Observar un minuto. Enturbiamiento o precipitado indica presencia de bario. Agregar un exceso más de cromato (tenue: 2 gotas; abundante: 5 a 8). Separar el precipitado por centrifugación. La solución límpida se recoge en otro tubo agregando 1,5 a 2 ml. de alcohol a 96°. Agitar. Un enturbiamiento apreciable, indica presencia de estroncio. La presencia de estos elementos se puede confirmar una vez separados por centrifugación los cromatos, disolviéndolos en 2 gotas de ácido clorhídrico diluido y haciendo la reacción sobre la llama.

Tercera etapa. — Separación y caracterización del calcio. La solución nítrica se evapora a sequedad y se calcina suavemente en la forma indicada en la 1ª etapa. Fría o tibia la cápsula, se agregan 1,5 ml. de ácido sulfúrico (1,5 N). Calentar suave para ayudar la disolución. Pasar a un tubo de centrifuga. Lavar la cápsula con 1 ml. más de ácido y pasar al tubo (un precipitado abundante indica presencia de mucho calcio). Agregar 4 ml. de alcohol a 96°. Agitar. Enturbiamiento apreciable indica calcio, que se confirma colocando el tubo a baño-maría (vaso con agua a ebullición retirado del fuego). Se deja algún tiempo para que flocule, si demora, calentar nuevamente el agua. Centrifugar. La solución se recoge en la cápsula

previamente lavada pasando a la cuarta etapa. El precipitado se disuelve en 1,5 a 2 ml. de agua (si es abundante, la confirmación es innecesaria) y se agregan 5-gotas de solución de oxalato de amonio 0,5 N. En presencia de calcio se produce enturbiamiento o precipitado de oxalato de calcio.

Cuarta etapa. — Obtención de sulfato. Investigación de litio, magnesio, potasio, sodio. Concentrar la solución alcohólica hasta emisión de vapores blancos espesos. Retirar la cápsula, dejar enfriar parcialmente; agregar de 10 a 20 gotas de ácido nítrico (destruirá materia orgánica y ayudará a descomponer vestigios de sales amoniacaes). Evaporar a sequedad. Calcinar suavemente como en la primera etapa, aunque se puede prolongar más, por la mayor estabilidad de los sulfatos. Dejar enfriar. Disolver en 0,8 a 1,5 ml. de agua (según la precisión que se quiere alcanzar e importancia del residuo). Humedeciendo un alambre de platino hacer la investigación espectroscópica del litio. Previamente ejercitarse con una solución tipo (véase pág. 11).

Con una pequeña pipeta separar en dos tubos: una y dos gotas respectivamente, preparando otro tubo con dos gotas de una solución tipo de mgrs. 0,1 (ó 0,05) de potasio por ml.

Investigación de magnesio. — Al tubo que tiene una gota, se agregan: 0,4 ml. de agua (menos si se desea mayor sensibilidad), dos gotas de fosfato de amonio al 10 % con un poco de fenolftaleína y dos gotas de amoniaco (la solución debe quedar alcalina); un precipitado cristalino indica presencia de magnesio.

Investigación de potasio. — A los dos tubos restantes, (solución a ensayar y tipo) se agregan 2 gotas de solución de cobaltinitrito de sodio (véase al final). Un enturbiamiento mayor en el problema, puede indicar presencia de potasio, excluida la presencia de sales amoniacaes. Si el enturbiamiento es muy débil o límpido, la reacción en los análisis corrientes debe darse por negativa. La confirmación del potasio se obtiene poniendo una gota de solución a ensayar en un vidrio de reloj y agregando una gota de reactivo de Nessler. Si sólo se obtiene débil color amarillo y la reacción anterior fué intensa, la presencia del potasio es segura; pero si la reacción de Nessler es intensa, lo que raramente pasa, conviene expulsar los vestigios de sales amoniacaes agregando más ácido nítrico, evaporando y calcinando.

Investigación del sodio. — No existiendo ni potasio, ni litio, o sólo cantidades muy

débiles, deducidas por la intensidad de sus reacciones, o mejor si se hubiera pesado el residuo de sulfato recogiendo la solución alcohólica en cápsula tarada. Basta poner 3 gotas de solución en un tubo de centrifuga, y en otro, tomado con la misma pipeta (bien lavado) 3 gotas de solución tipo de mgrs. 0,15 de sodio por ml. al estado de sulfato. Se agregan a ambos 3 gotas de reactivo de Streng. Agitar unos 20 segundos a intervalos de unos 4 minutos. Observando las reacciones entre los 12 a 15 minutos. Si el tipo queda límpido, agregar una gota más de reactivo a los dos tubos, agitar y observar después de algunos minutos. Si la solución problema permanece límpida, no existe sodio. Si sólo es tenue o de intensidad igual al tipo, puede ser de vestigios sin importancia; una reacción más intensa indica cantidades apreciables de sodio; naturalmente en ausencia de menos de 2 mgrs. de litio o de 10 mgrs. de potasio por ml.

Quinta etapa. — Consideremos dos casos: existe potasio en gran cantidad pero no litio: a la solución de la cápsula se agrega un volumen triple de alcohol a 96° (2 a 3 ml.). Se agita. Se centrifuga. Se decanta sobre la cápsula lavada y se evapora a sequedad. Se disuelve en 1 ml. de agua haciendo la reacción de Streng en la misma forma.

Existe litio en cantidad bien apreciable: a la solución de la cápsula (ya investigado el potasio) se agregan dos gotas de amoníaco (la solución debe quedar alcalina). Se evapora a sequedad calcinando suavemente; no siendo imprescindible la eliminación total de sales amoniacaes. Se disuelve en 1 ml. agitando con varilla, se adicionan 3 ml. de alcohol a 96° mezclando bien con la varilla (la medida del agua y alcohol, hacerla exactamente). Pasar a un tubo de centrifuga, dejar enfriar 5 minutos (vaso con agua). Centrifugar y decantar con cuidado sobre la cápsula lavada. En la decantación es preferible perder las últimas porciones evitando que pase sulfato de litio. Evaporar a sequedad. Disolver en ml. 1,2 de agua; sobre 3 gotas hacer la reacción de Streng en la forma indicada al final de la 4ª etapa; creo prudente interpretar como positivo de sodio si la reacción es más intensa que el tipo de mgrs. 0,15 de sodio.

La investigación resulta más rigurosa si se pesara el residuo de sulfato de litio, previa eliminación del sulfato de amonio por calcinación moderada, entonces el residuo final podría disolverse en menos cantidad de agua.

Como lo hacía notar en mi trabajo anterior (1) en el caso que se hubiera compro-

bado la presencia del anion sulfato en el problema, la marcha se simplifica, descartando el bario y estroncio es innecesaria la 2ª etapa; es decir, se pasa, directamente de la 1ª a la 3ª etapa.

La solución de cobaltinitrito de sodio se prepara: Disolver 23 grs. de nitrito de sodio en 50 ml. de agua, agregar 16,5 ml. de ácido acético 6 N. y 30 grs. de nitrato de cobalto. Dejar 24 hs. en reposo. Filtrar. Completar a 100 ml.

El reactivo de Streng-Blanchetiere recomendado en el texto, se prepara: Disolver 10 grs. de acetato de Uranilo, 33 grs. de acetato de Magnesio y 12 ml. de ácido acético puro en 120 ml. de agua. Dejar 24 hs. en reposo. Filtrar.

#### BIBLIOGRAFIA

1. "PH". — Revista de la Asoc. de Estudiantes de Química. 1939. N° 1. Pág. 43.
2. Actas 3er. Congreso S. de Química. Río Janeiro. 1937. IV. Pág. 458.
3. NOYES (A.). — Anal. Chem. Anal. N. Y., 1937. Pág. 113.
4. NOYES (A.). — W. Bay. A system of Qual. Anal. Rare Elem. N. Y., 1927. Pág. 237-258.
5. NOYES (A.). — E. S. Swift. Qual. Chem. Anal. N. Y. 1942. Pág. 278-396.
6. CURTMAN. — Introd. to Semi-Micro Cual. Chem. Anal. 1944.
7. ENGELDER. DUKELBERGER. SCHILLER. — Semi-Micro Cual. Anal. 1940.
8. MIDDLETON-WILLARD. — Semi-Micro Cual. Anal. 1942.
9. BARBER-TAYLOR. — Semi-micro Cual. Anal. 1942.
10. MEHLIG-JOHNSON. — Ind. and Eng. Chem. Anal. Ed. 1940 (1) 30.
11. FEIGL (F.) - BARBOZA. — Investigações microquímicas. R. Janeiro. 1942. (5) Pág. 143.
12. CURTMAN. — Análisis Q. Cualitativo (T. Jimeno) 1935. Pág. 362.
13. ROGERS (L.) - JALEY (E.). — Ind. and Eng. (Anal. Ed.) 1943 (3) Pág. 209.
14. Anales de Chimie Anal. 1939 (7), Pág. 194.
15. JALEY (E.) - BARBER. — Ind. and Eng. (Anal. Ed.) 1939 (2) Pág. 101.
16. MILLER-TRAVERS. — J. Chem. Soc. 1936. Pág. 1395.
17. KONINK. — T. Chimie Anal. Min. París (II), Pág. 151.
18. BLANCHETIÈRE. — Bull. Soc. Chimie de France. 1823 (33), Pág. 807.
19. JALEY (E.) - FOULK (W.). — Journ. Am. Chem. Soc. 1929 (6), Pág. 1664.
20. SCOTT'S - STANDARD. — Meth. of Chem. Ana. 1939. (1) Pág. 884 y sig.