

Universidad Nacional Autónoma de México
UNIVERSIDAD FEMENINA DE MEXICO

**SEPARACION DE HALOGENUROS POR
CROMATOGRAFIA EN CAPA FINA**

T E S I S
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE
QUIMICO FARMACEUTICO BIOLOGO
P R E S E N T A

BERTHA SOLANO ZAYAS

MEXICO, D. F.
1966



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

Con inmenso cariño:

A mis padres:

Roberto Solano L.

y
Bertha E. de Solano.

A la memoria de mi abuelito:

Prof. Juventino H. Solano.

A mis abuelitas:

Ernestina L. Vda. de Solano.

y
Bertha I. Vda. de Zayas.

A mis hermanos.

Para los cuales, el final de mis estu
dios representa la realización de un gran anhe
lo.

A la Sra.

Adela Formoso de Obregón Santacilia.
Directora de la Universidad Femenina -
de México.
Con respeto y agradecimiento.

A la Sra. Q.F.B.

María del Pilar Rius de Eolausteguigoitia.
Con admiración y gratitud.

A mis maestros.

Por los conocimientos que me brindaron.

A mis familiares:

Con afecto por su estímulo en mis -
estudios.

A Nadiola:

Sinceramente.

A todas aquellas personas a las que me unen -
lazos de amistad y compañerismo.

A Roberto:

Con sincero cariño.

SEPARACION DE HALOGENUROS POR CROMATOGRAFIA EN CAPA FINA

- I.- INTRODUCCION.
- II.- MATERIAL Y METODOS.
- III.- DIFERENTES PRUEBAS PARA CONOCER LAS CONDI-
CIONES MAS APROPIADAS PARA UNA MAXIMA SEPA
RACION.
- IV.- RESULTADOS.
- V.- DISCUSION.
- VI.- CONCLUSIONES.
- VII.- BIBLIOGRAFIA.

I.-INTRODUCCION.

Los métodos más antiguos y más comúnmente usados para separación de halogenuros son el de Bunsen y algunas de sus modificaciones, los cuales están basados en reacciones características de precipitación y coloración principalmente, al combinarse con reactivos específicos.

Estos métodos aunque muy eficaces y característicos tienen algunos inconvenientes, siendo el más importante el tiempo necesario para realizarlos; una separación por estos procedimientos resulta muy lenta, aproximadamente su duración sería de dos a tres horas.

Otro inconveniente es el hecho de que en caso de necesitar un análisis cuantitativo, después de identificar a los elementos es imprescindible, si se usan métodos gravimétricos, hacer otra serie de operaciones, lo cual además de ser más laborioso es también más lento. En caso de trabajar por medio de técnicas volumétricas, es muy rápida la determinación pero no es muy exacta ya que la apreciación de las coloraciones puede ser causa de error.

A principios del presente siglo, un investigador-

ruso, Tawett⁽⁴⁾ desarrolló un método de separación por adsorción, que denominó Cromatografía; más tarde otros investigadores extendieron y perfeccionaron el método, introduciendo nuevo material y otras técnicas, así tuvo su origen primeramente la Cromatografía en columna y posteriormente en papel.

Por este procedimiento se ha conseguido separar halógenuros de diferentes mezclas.

Por Cromatografía en columna fueron separados halógenuros por investigadores como Atteberry y Boyd⁽¹⁰⁾ con resultados favorables.

En Cromatografía en papel Lollard⁽⁵⁾ ha tenido éxito con halógenuros y otros aniones, usando como solvente una mezcla de butanol, piridina y agua, y revelando con peróxido de hidrógeno, nitrato de plata y tiocianato férrico.

En 1938 Izmailov y Sharaiber⁽⁶⁾ describieron el principio de una variante de la Cromatografía, la Cromatografía en capa fina, pero no fué ampliamente utilizado hasta que E. Sthal estandarizó el método en 1958, separando por éste procedimiento de adsorción cantidades mínimas de mezclas de sustancias.

La Cromatografía en capa fina se basa en el principio de partición de las sustancias por medio de adsorbentes, eluyentes y reactivos apropiados, (4) y en su límite de reversibilidad en la fase superficial del adsorbente. En éste proceso las sustancias se mueven a velocidades diferentes según sus características. (3)

Aplicando éste método a los halogenuros Stahl⁽⁸⁾ encontró que se puede regular, valiéndose de adsorbentes como gel de sílice; eluyentes como mezclas de acetona, butanol, amoníaco y agua; y como revelador - nitrato de plata.

La Cromatografía en papel tiene ventajas sobre la de columna; consistentes en que, en aquellas se se usan cantidades menores de sustancias que en la última, lo que resulta más cómodo y económico.

La Cromatografía en capa fina tiene como ventajas sobre las anteriores:

- 1.- Es más breve.
- 2.- En ciertos casos son mejores los efectos separados.
- 3.- Las capas de adsorción son puramente inorgánicas y por ello:

- a).- Permiten revelar con reactivos muy fuertes y agresivos.
- b).- No muestran fluorescencia propia.
- 4.- Requiere menor cantidad de problema.
- 5.- Su límite inferior de capacidad suele ser dos potencias decimales más bajas que en la Cromatografía - en papel. (4)

Por su breve tiempo de revelado se aplica la Cromatografía en capa fina, a sectores cerrados para --- otros procedimientos, por su lentitud; (3) por ejemplo en Medicina para diagnóstico rápido en caso de intoxicación, o para sustancias que se alteran por un prolongado revelado.

Este método se está usando cada vez más tanto para trabajo de exploración como para análisis más exactos.

Sin embargo, la Cromatografía en capa fina, en el caso de mezclas complejas, veinte fracciones es lo máximo que puede solucionar, por razones de espacio. (3)

No existe en la literatura, hasta donde ésta ha podido revisarse, especificaciones precisas, de cuales es el volumen, la concentración, tiempo de activación y

del dispersor adecuados para una mejor separación de halogenuros.

En el presente trabajo se han modificado sucesivamente todos estos factores, para encontrar en cada caso aquel valor que proporcione separaciones más completas.

Con este fin se llevaron al cabo las siguientes pruebas:

- 1.- Con diferentes volúmenes partiendo de cantidades mínimas hasta llegar a cantidades grandes.
- 2.- Con diferentes concentraciones, partiendo de las muy diluidas, y aumentando gradualmente la concentración.
- 3.- Variando la activación, probándose con cuatro diferentes tiempos de exposición a la temperatura adecuada.
- 4.- Substituyendo el dispersor del adsorbente, y ensayando con cuatro nuevos tiempos de activación.
- 5.- Con diferentes clases de adsorbentes, como con gel de sílice C de la casa Merck marcado para cromatografía en capa fina según E. Stahl con pureza de 99%.

Con gel GF de la casa Merck, con pureza de 99% - para cromatografía en capa fina según E. Stahl.

Con gel HF de la casa Merck, con pureza de 99% - para cromatografía en capa fina según E. Stahl.

6.- Rociando a la placa después del reactivo, solución alcohólica de fluoresceína, o preparando el reactivo con unas gotas de fluoresceína.

7.- Cambiando la fase móvil y trabajándose con una fase móvil utilizada en una separación de halogenuros - por cromatografía en papel.

8.- Variando la preparación del reactivo de identificación.

9.- Mezclando halogenuros con otros aniones.

II.- MATERIAL Y METODOS

Para separar halogenuros por el método de cromatografía en capa fina se ha usado, en el laboratorio: como adsorbente gel de sílice, como eluyente: una mezcla de acetona, butanol, amoníaco y agua, como reactivo de identificación solución de nitrato de plata amoniacal. (8)

Preparación del gel de Sílice.

Hay dos formas de prepararlo: a).- En un mortero de porcelana de 10 cm. de diámetro, perfectamente limpio y seco, se coloca 30 gramos de gel de sílice para cromatografía en capa fina según Stahl, de la casa Merck con una pureza de 99%, se le añaden 40 ml de agua destilada, se agita cuidadosa y rápidamente hasta que la pasta tenga una consistencia uniforme, y no contenga burbujas, se le adicionan entonces 20 ml más de agua destilada, se agita y se pasa al aplicador, - b).- en un matraz erlenmeyer de 250 ml se ponen 30 - gramos de gel de sílice para cromatografía, de la casa Merck con pureza de 99%, se añaden 60 ml de agua destilada y se agita vigorosamente hasta que la mezcla sea perfectamente homogénea.

En ambos casos la operación de preparación, una-

vez vertida el agua no deberá durar más de tres minutos porque se solidifica la mezcla.

Preparación del eluyente. (8)

Acetona: 65 ml

Etolanol n 20 ml

Amoniaco al 25% 20 ml

Agua destilada 5 ml

Se mezclan con cuidado y se guarda la solución en un frasco perfectamente cerrado. Es recomendable preparar el solvente un poco antes de usarse, pues con el tiempo pierde su actividad.

Solución de nitrato de plata amoniacal al 0.5% : (8)

Se prepara disolviendo 0.5 gramos de nitrato de plata en 100 ml de solución de hidróxido de amonio 0.5N.

Aplicación del adsorbente.

Se vierte la mezcla perfectamente uniforme, sobre aplicador especial "De-Saga", el cual se correrá sobre cinco placas de vidrio de igual espesor, de 20 por 20 cm. perfectamente limpias, sin grasa, para lo cual se limpian con anterioridad con alcohol etílico o éter, sin pelusa; éstas placas de vidrio estarán

colocadas sobre una charola de Cromatografía "Desaga" de 112 cm de largo y 22 de ancho, la cual estará colocada sobre una mesa firme.

El aplicador, una vez conteniendo el gel de sílice, debidamente preparado, deberá correrse uniforme y firmemente, de lo contrario quedarán las placas defectuosas.

Una vez aplicado el gel sobre las placas de vidrio, se dejan secar sin moverlas de la charola especial de "Desaga" para Cromatografía en capa fina.

Marcado de placas.

El equipo de Cromatografía para capa fina "Desaga", incluye una placa de plástico rayada, indicando como se deberá marcar la placa de gel.

Si se quiere marcar sin la placa patrón, el grabado o marcado se hará como sigue:

A los 5 cm de la placa se señalarán tenuemente los puntos de aplicación. A los 10 cm se marcará una línea horizontal que será hasta donde deberá llegar el solvente, en este caso de separación de halogenuros. A los lados de la placa se dejarán unos 2 cm para po-

der manipular la placa sin dañar el cromatograma. En la parte superior de la placa, se puede marcar, la fecha, la clase de problema y algunos otros datos aclaratorios.

Activación.

Cuando la temperatura en el laboratorio es baja y el ambiente es húmedo, las placas adquieren bastante humedad por lo que hay que someterlas a una temperatura de 105 a 110 grados centígrados.

En el laboratorio se procurará trabajar a una temperatura de 20 grados centígrados. Si la temperatura aumenta, también aumentará el valor R_f del cromatograma.

La activación también influye directamente en el tiempo de elución.

Preparación del problema.

Se preparan soluciones molares de ioduro de potasio, bromuro de potasio, cloruro de potasio, además - una mezcla preparada a partes iguales de cada una de las tres soluciones anteriores.

Aplicación del problema.

Con una pipeta especial para Cromatografía en ca

pa fina, o en su defecto con un capilar, se aplican -
unas gotas de cada una de las soluciones preparadas -
con anterioridad, en puntos de aplicación separados -
entre sí aproximadamente 2 cm .Se aplica una gota del
problema, esperando que seque para aplicar la siguien
te, cuidando que la gota no sea muy grande para que -
no se extienda demasiado en el gel.

Aplicación del solvente.

El solvente, de preparación reciente, se pone en
la cámara especial "Desaga", unos minutos antes de in
troducir la placa. La cantidad del solvente necesaria
es de 80 ml. El nivel alcanza aproximadamente 5 mm de
alto, por ningún motivo deberán quedar sumergidos los
puntos de aplicación en el líquido. La placa se coloca
cuidadosamente. Primeramente el solvente ascenderá muy
rápido, su velocidad irá disminuyendo gradualmente, -
el líquido alcanzará después de cierto tiempo la lí
nea marcada con anterioridad, y se saca la placa de -
la cámara.

Los resultados obtenidos serán mejores si la cá
mara es saturada anteriormente, lo cual se logra re
cubriendo los lados de la cámara con tiras de papel -
filtro impregnadas con eluyente. El papel filtro debe
estar libre de grasa, debe de quedar perfectamente adhe

ruido a las paredes de la cámara, para una saturación completa con los vapores del eluyente.

El tiempo de elución se mantiene aproximadamente en 30 minutos. Se deshechan las muestras que tardan -- mas tiempo, por considerar que las condiciones del -- solvente se pudieran haber modificado.

Revelado.

Se saca la placa de la cámara especial "Desaga", para cromatogramas de capa fina, se deja secar y se -- rocía con un frasco especial llenado previamente con solución de nitrato de plata amoniacal al 0.5% (8).

A los pocos minutos aparecen las manchas caracte -- rísticas de cada uno de los halogenuros.

La mancha del cloruro aparecerá mas cerca del -- punto de aplicación, le sigue en órden ascendente la -- mancha del bromuro y por último aparecerá la del iodu -- ro. La mancha del ioduro es de un color amarillo páli -- do, muy ligeramente ovoide, la del bromuro es gris un -- tanto redondeada y la del cloruro es plomiza un tanto -- alargada.

III.-DIFERENTES PRUEBAS PARA CONOCER LAS CONDICIONES MAS APROPIADAS PARA UNA MAXIMA SEPARACION.

1.-Volumen.-

Para encontrar el volumen apropiado de la solución problema por aplicar, es necesario hacer varias pruebas con diferentes volúmenes, sobre diversas placas.

Se probó en 10 placas, se aplicaron en cada una de ellas diferentes volúmenes de la mezcla de halogenuros, partiendo del volumen menor hasta llegar al volumen mayor; el primer volumen correspondió a una gota de la mezcla y el segundo volumen correspondió a dos gotas de la mezcla problema, y así sucesivamente hasta llegar al volumen séptimo que correspondió a siete gotas.

Se colocaron las placas en la cámara especial para cromatografía en capa fina, la que contiene el eluyente, se sacaron, se dejaron secar y se revelaron.

Se observó cual fué el volumen donde fueron más claras y mejor separadas las manchas reveladas.

2.-Concentración.

Para encontrar una concentración adecuada o la más conveniente para nuestro estudio, se preparan so-

luciones con diferentes molaridades.

Se prepararon soluciones de las siguientes concentraciones:

0.5M, 0.7M, 1M, 2M, 3M.

A 10 placas de gel de sílice, se le aplicaron a ca da una el volumen de solución problema encontrado en- l como satisfactorio, primero de la solución mezcla de halógenuros de molaridad 0.5, a una distancia de apro- ximadamente 2.5 cm se hizo la segunda aplicación con- la solución de molaridad 0.7, a la misma distancia se hizo otra aplicación con la solución de molaridad 1 , se hizo lo mismo con las soluciones 1.5 M y 2M.

Se corrió y reveló el cromatograma y se hizo la- observación de los resultados. ●

3.-Activación.

La activación en este caso consiste en poner las placas con adsorbente, a la estufa con una temperatu- ra de 105 a 110 ° C, por determinado tiempo. Conside- rando que las condiciones de activación pudieran ser- modificadas por la menor o mayor humedad de la placa, se ha creído conveniente dejarlas secar totalmente -- antes de activar.

Para determinar la activación necesaria para un-

cromatograma de separación de una mezcla de halogenuros, se hicieron diferentes pruebas con diversos tiempos - de exposición a la estufa, a la temperatura citada.

Trabajando a una temperatura aproximada de 20°C.- se hicieron ensayos en:

- a).-10 placas sin activación.
- b).-10 placas expuestas durante 1 hora a temperatura de 105 a 110 ° C.
- c).-10 placas expuestas durante 2 hora a una temperatura de 105 a 110 ° C.
- d).-10 placas expuestas durante 3 horas a una temperatura de 105 a 110 ° C.
- e).-10 placas expuestas 5 horas, a una temperatura de 105 a 110 ° C.

Sobre cada una de las placas anteriores se hizo la aplicación del problema, tomando en cuenta el volumen satisfactorio encontrado en 1 y la concentración adecuada encontrada en 2, se le aplicó el eluyente, se dejó secar y se reveló.

Se observaron y compararon unas placas con otras.

4.-Modificación en la preparación del gel de sílice.

Se pone en un matraz erlenmeyer de 250 ml, 30 g de gel de sílice G de la casa Merck, marcado para - Cromatografía en capa fina, según usual, con 99.5 pureza.

de 99%, se le añade 80 ml de alcohol etílico absoluto puro, se agitó vigorosamente hasta que la pasta fué homogénea, esta operación deberá durar minuto y medio o máximo dos minutos, pues inmediatamente después la pasta adquiere una consistencia sólida, se vertió inmediatamente en el aplicador especial para Cromatografía en capa fina "Desaga" y se corrió sobre las placas de vidrio.

Se secaron, se activaron y se hizo la aplicación del problema y del eluyente, así como la del reactivo, igual que en las placas preparadas con agua.

Activación para placas con alcohol.

Se ensayó en placas en series de 10.

- a).-Sin activación a 20 °C.
- b).-Sin activación a 25 ° C.
- c).-Con media hora de activación.
- d).-Con una hora de activación.
- e).-Con hora y media de activación.

Se compararon las placas y se hicieron observaciones.

5.-Con diferentes clases de gel de sílice.

Para las pruebas anteriores se usó gel de sílice

G, para Cromatografía en capa fina según Sthal, de la casa Merck, con 99% de pureza; en las siguientes pruebas se usó gel de sílice GF para Cromatografía en capa fina según Sthal, con 99% de pureza.

a).-El gel de sílice GF se preparó en la misma forma que el gel de sílice G.

Se hizo la prueba con 10 placas preparadas con este gel, tomando en cuenta: el volumen encontrado en 1 la concentración encontrada en 2, y la activación encontrada en 3; se eluyó y se reveló el cromatograma, anotándose las características encontradas.

b).-Con gel de sílice MF.

Este gel no contiene yeso ni aglutinantes orgánicos y lleva fluoresceína como indicador.

Para la preparación de este gel hay que usar 70-ml de agua, antes de activar hay que secar las placas al aire durante largo tiempo.

Se probó con 10 placas, teniendo en cuenta el volumen satisfactorio 1, la concentración 2 y la activación 3; se eluyó y se reveló, anotándose características encontradas.

6.-Con fluoresceína.

Se preparó una solución alcohólica de fluoresceína al 0.1%.

Se hicieron 10 pruebas rociando con fluoresceína las placas. Para esto se aplicó el reactivo, se dejó secar y se roció con la solución alcohólica de fluoresceína⁽⁸⁾.

Se probó con otras 10 placas, tomando en cuenta; volumen, concentración y activación mencionadas; mezclando con el revelador la fluoresceína.

7.-Con diferente fase móvil.

Se ensayó con una fase móvil, usada por Pollard para separación de halogenuros por Cromatografía en papel.⁽⁵⁾

Dicha fase móvil se preparó con 2 partes de butanol, una parte de piridina y dos partes de agua.

Se hicieron 10 pruebas, eluyendo con este solvente considerando el volumen, concentración y activación en contrados previamente, así como el adsorbente.

Se hicieron las observaciones correspondientes.

8.-Cambiando de reactivo.

En 10 placas se hicieron pruebas usando la misma fase móvil de las primeras experiencias o sea la de Stal pero revolviendo con reactivo de Pollard. Para lo cual se roció la placa con solución de nitrato férrico al 0.1 % luego con solución de peróxido de hidrógeno al 3%, se dejó secar y se roció con solución de nitrato de plata al 0.5%. (5)

9.-Mezcla de aniones.

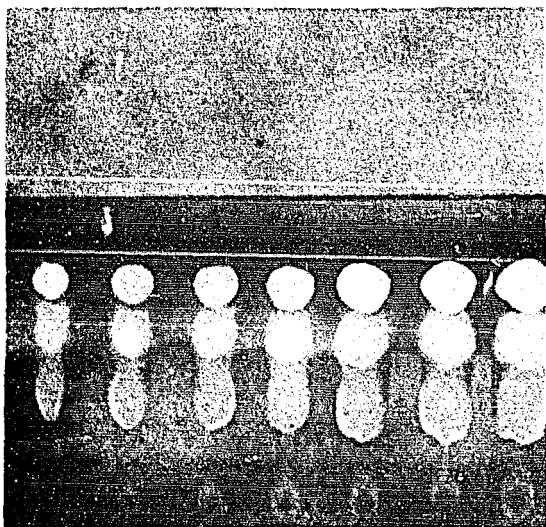
Se probó con una mezcla de soluciones de: nitratos, carbonatos, bicarbonatos, cianuros, cloruros, bromuros, ioduros y sulfatos.

En las placas usadas, que fué un total de 10 con volumen, concentración, activación, adsorbente satisfactorios, se observaron las características resultantes.

IV.- RESULTADOS.

En los cuadros que aparecen a continuación se detallan las características de cada cromatograma. Se ha considerado conveniente incluir datos como forma de las manchas, coloración, porque estas propiedades facilitan la apreciación de los resultados y pudieran ser importantes en un análisis cuantitativo.

1.- Volumen



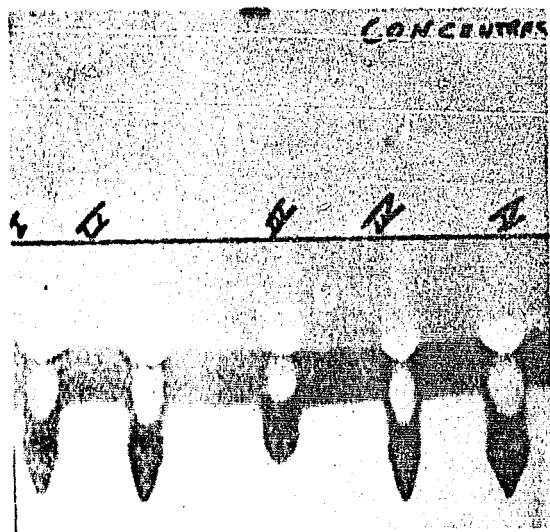
Ioduros
Bromuros
Cloruros
Aplicación

Cromatograma con diferentes volúmenes.

Equivalencias:
 x - deficiente
 xx - regular
 xxx - buena

	distancia	separación	forma	color
Vol. 1	xxx	xx	xx	xx
Vol. 2	xxx	xxx	xxx	xxx
Vol. 3	xxx	xx	xx	xxx
Vol. 4	xxx	xx	xx	xxx
Vol. 5	xxx	xx	xx	xxx
Vol. 6	xxx	xxx	x	xx
Vol. 7	xxx	x	x	xx

El volumen satisfactorio resultó ser 2.

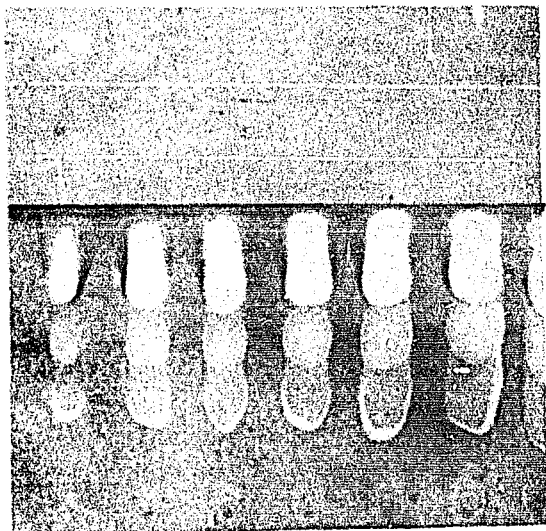


Cromatograma por 5 concentraciones.

	Distancia	separación	forma	color
Conc. 1	xxx	xx	xx	xx
Conc. 2	xxx	xx	xx	xxx
Conc. 3	xxx	xxx	xxx	xxx
Conc. 4	xxx	xx	xx	xxx
Conc. 5	xxx	xx	x	xx

Resultó la concentración No. 3 satisfactoria.

3.- Activación.

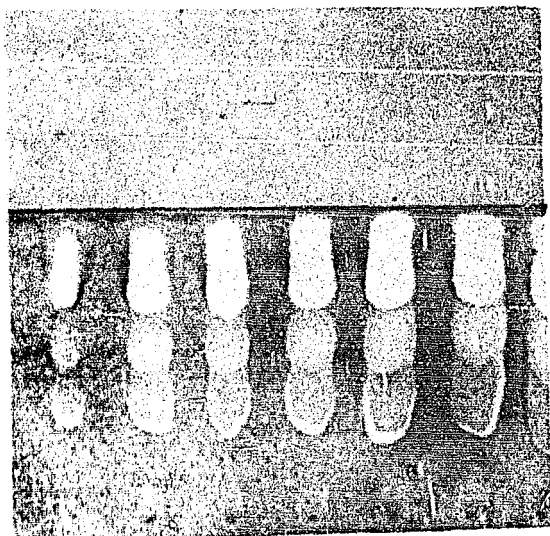


Cromatograma sin activación.

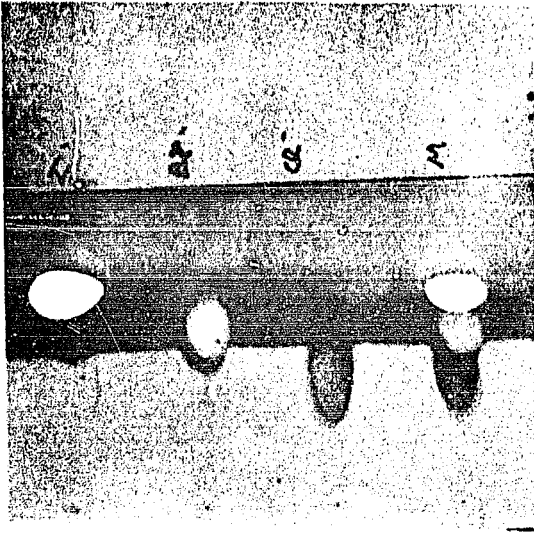
	Distancia	separación	forma	color
Conc. 1	xxx	xx	xx	xx
Conc. 2	xxx	xx	xx	xxx
Conc. 3	xxx	xxx	xxx	xxx
Conc. 4	xxx	xx	xx	xxx
Conc. 5	xxx	xx	x	xx

Resultó la concentración No. 3 satisfactoria.

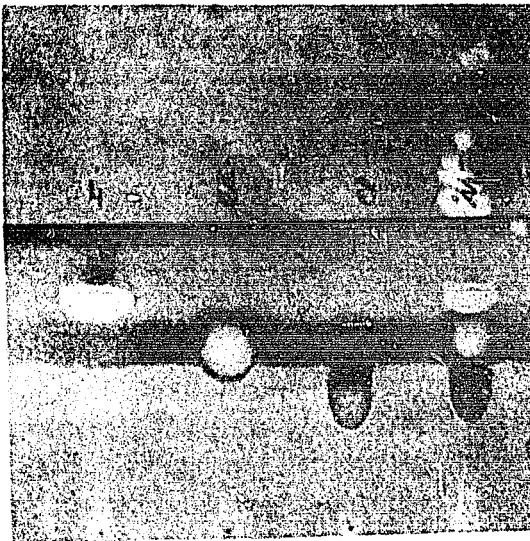
3.- Activación.



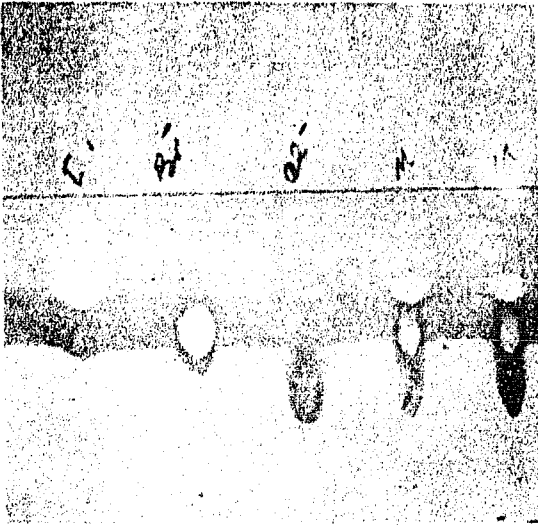
Cromatograma sin activación.



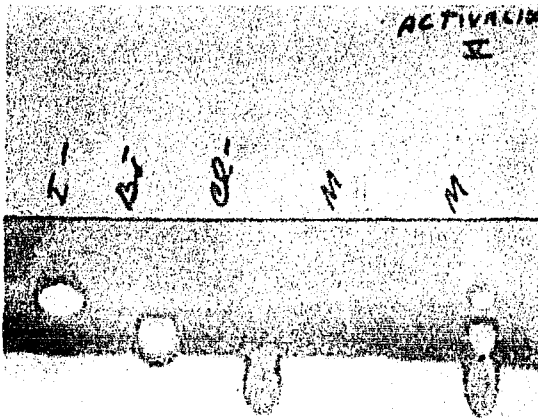
Cromatograma con 1 hora de activación



Cromatograma con 2 horas de activación



Cromatograma con 3 horas de activación

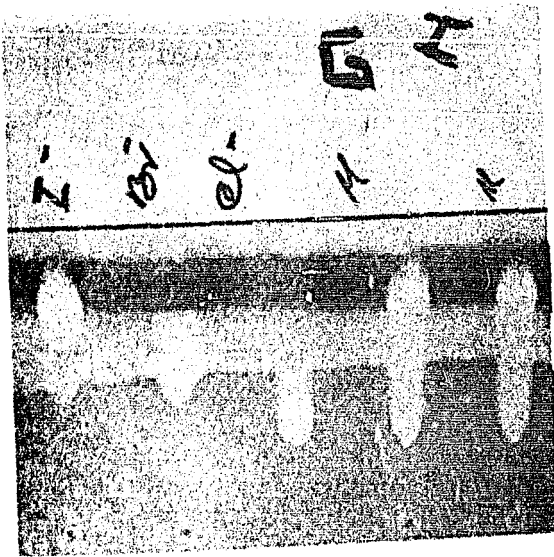


Cromatograma con 5 horas de activación

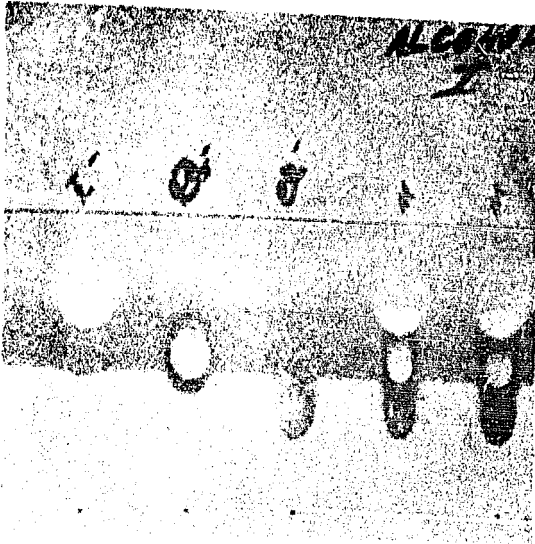
	Distancia	Separación	Forma	Color
a.-	XX	XX	X	XXX
b.-	XXX	XX	XX	XXX
c.-	XXX	XXX	XXX	XXX
d.-	XXX	XXX	XXX	XXX
e.-	XXX	XXX	XXX	XX

La activación adecuada fué la de 2 horas.

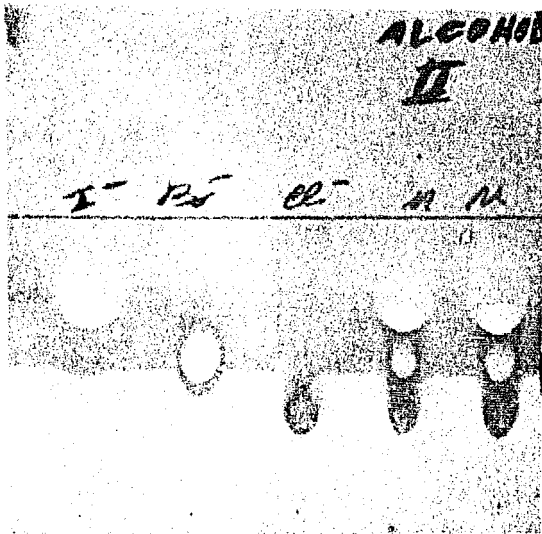
4.- Con placas preparadas con alcohol como disolvente.



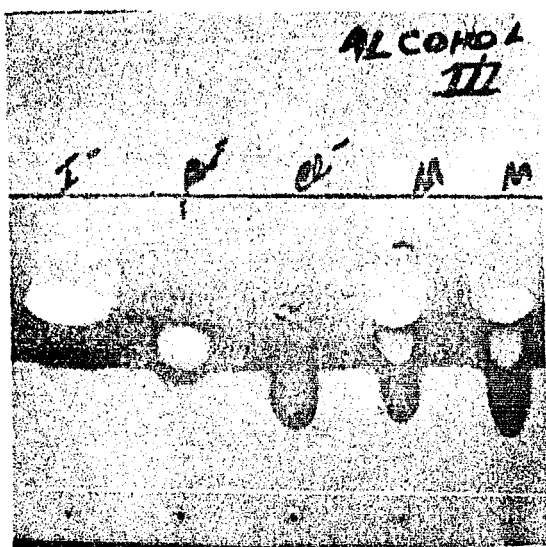
Cromatograma sin activación a 20°C.



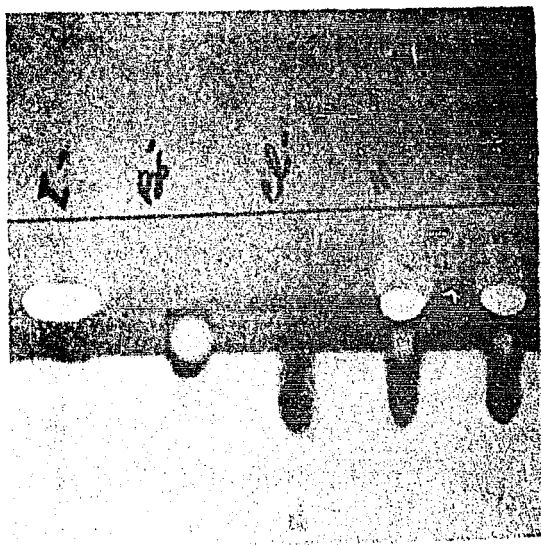
Cromatografía sin activación a temperatura superior a 25°C.



Cromatograma con media hora de activación.



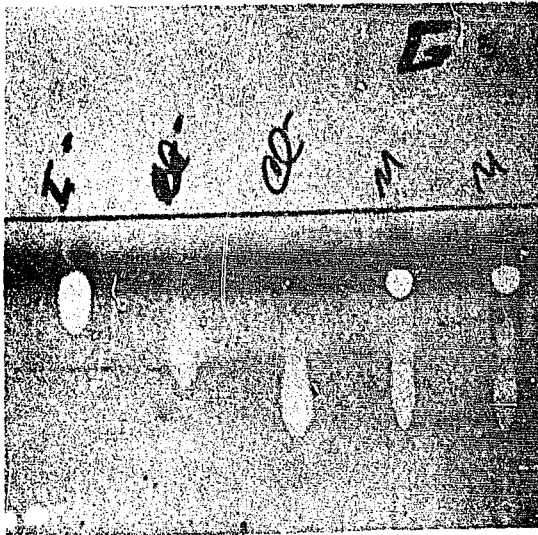
Cromatograma con 1 hora de activación



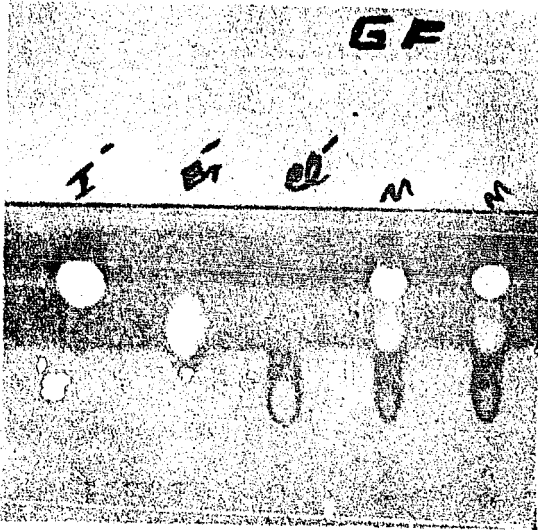
Cromatograma con hora y media de activación

	Distancia	Separación	Forma	Color.
a.-	XX	X	X	XXX
b.-	XXX	XX	XX	XXX
c.-	XXX	XXX	XXX	XXX
d.-	XXX	XXX	XXX	XXX
e.-	XXX	XXX	XXX	XXX

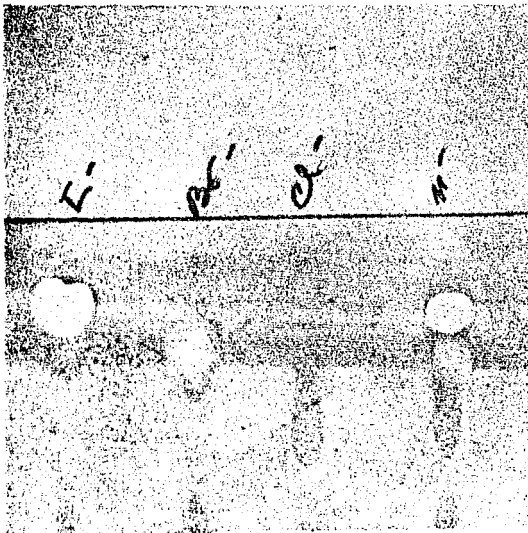
5.- Con diferente adsorbente.



Cromatograma con gel de sílice G.



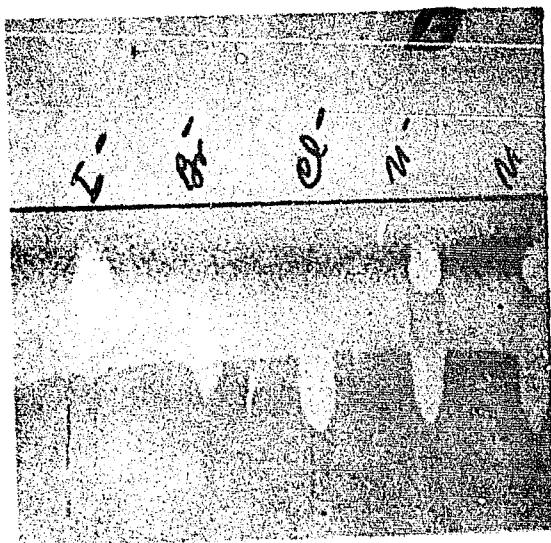
Cromatograma con gel de sílice GF.



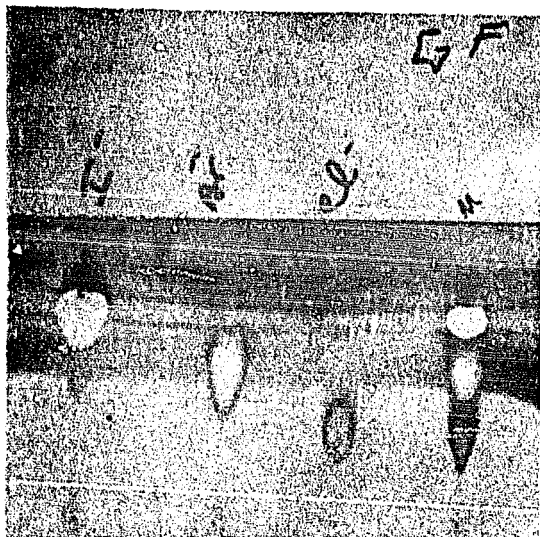
Cromatograma con gel de sílice M

	Distancia	Separación	Forma	Color
Gel O	XXX	XXX	XXX	XXX
Gel GF	XXX	XXX	XXX	XXX
Gel HF	XXX	XXX	XXX	XXX

6.- Con Fluoresceína.



Cromatograma con Fluoresceína rociada después del reactivo.



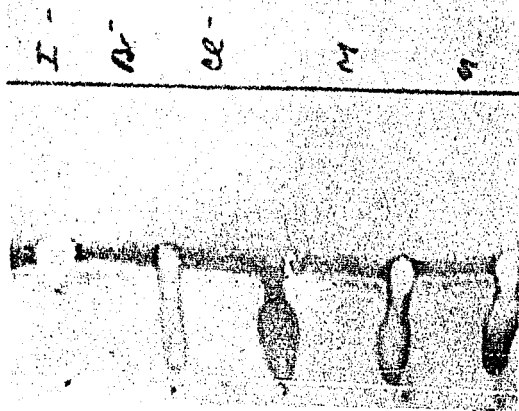
Cromatograma con Fluoresceína mezclada con el reactivo.

	Distancia	Separación	Forma	Color
a.-	XXX	XXX	XXX	XXX
b.-	XXX	XXX	XXX	XXX

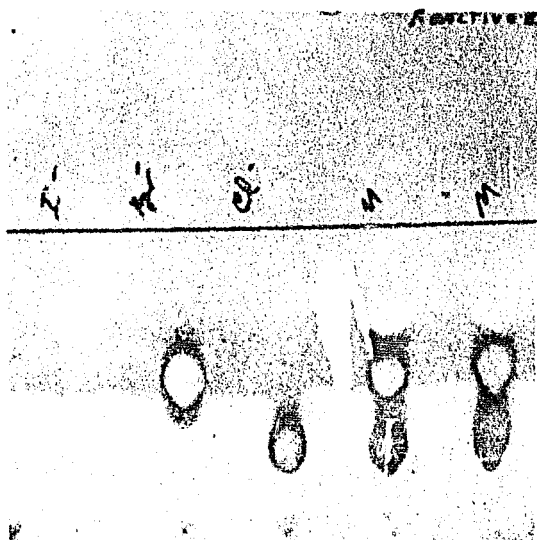
Los Cromatogramas con fluoresceína resultan con mejor presentación, pero sin ninguna otra ventaja en este caso.

7.- Con fase móvil de: butanol, piridina y agua.

F. M. E. R.
Reactivo II



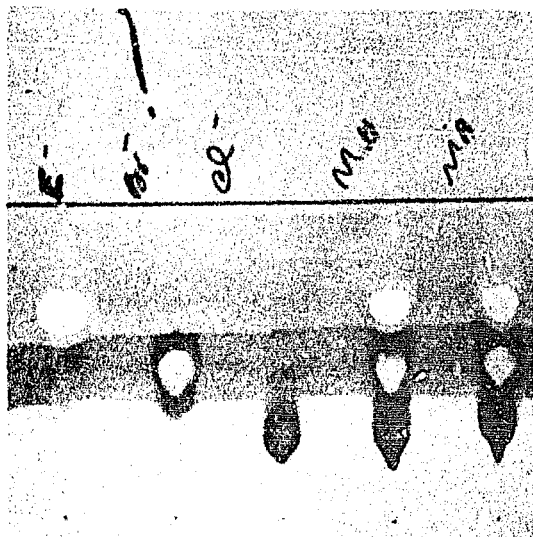
Cromatograma cambiando la fase móvil.
El resultado fue negativo.
8.- Con reactivo de Pollard.



Cromatograma con reactivo de Pollard.

Distancia	Separación	Forma	Color
XXX	XX	X X	XX

9.- Con mezcla de aniones.



Cromatograma de mezcla de aniones.

No se observan modificaciones en el cromatograma por la presencia de los aniones mencionados.

V.- DISCUSION.

El volumen parece no influir en forma decisiva - en la distancia a la que aparecen las manchas; su máxima influencia se manifiesta en la separación y en la forma; siendo más ostensibles los cambios a grandes volúmenes; el máximo inconveniente de emplear volúmenes pequeños es la deficiente separación y coloración poco intensa de las manchas.

Las variaciones con respecto al cambio de concentración tienen las mismas características que las correspondientes a los volúmenes lo cual parece indicar que es la cantidad global de muestra lo que influye y no el volumen ó la concentración en que se aplique

El tiempo óptimo de activación es de 2 a 3 horas; una activación más prolongada proporciona cromatogramas francamente defectuosos.

Como la diferencia entre la calidad de las placas activadas durante dos y tres horas es muy pequeña, se seleccionó como tiempo conveniente el de dos horas; - que abrevia el proceso y proporciona placas de calidad sensiblemente igual.

Si las placas se preparan con alcohol absoluto como dispersor, el tiempo óptimo de activación disminuye una hora, habiéndose observado que a temperatura ambiente superior a 25 grados centígrados y empleando etanol como dispersor resulta innecesario la activación.

Las ventajas que han sido mencionadas no compensan el aumento en el costo del proceso, por lo cual se considera preferible el empleo del agua como dispersor.

De los geles empleados, proporcioné placas con máxima claridad el HF, con muy poca diferencia sobre los demás, y con el inconveniente de requerir un mayor tiempo de secado.

El empleo de fluoresceína asociada con el revelador tendría valor en observaciones con luz ultravioleta, en casos en los cuales las condiciones de la muestra hicieran difícil una apreciación directa.

De las fases móviles empleadas, únicamente proporcionan resultados satisfactorios la que contiene acetona, butanol, amoníaco y agua; y el reactivo que proporciona mejores resultados fué el nitrato de plata amoniacal.

La presencia de otros aniones, parece no afectar a ninguna de las características de los cromatogramas, por lo cual pueden realizarse separaciones de halogenuros en presencia de mezclas de otros aniones.

VI.-CONCLUSIONES.

1.-El procedimiento resultó adecuado para separación de los halogenuros: cloruros, bromuros y ioduros, en concentraciones de 0.5M a 2M, en presencia de otros aniones.

El método es bastante práctico por su brevedad.

2.-Las experiencias realizadas demuestran que las mejores separaciones se obtienen con :

a).-Un volumen de 0.00030 ml, b).-un tiempo de --- activación de 2 horas, c).- gel de sílice G en dispersión acuosa, d).-acetona, butanol, amoníaco y agua, como fase móvil, e).-nitrate de plata amoniacal como re velador.

3.-La separación obtenida parece suficiente para poder extender este método al análisis cuantitativo.

VII.- BIBLIOGRAFIA.

1.-B.C. BRIXLEY AND F.C. BARRETT.

"Practical Chromatography"
Third Impression
London
Chapman and Hall Ltd.
37 Essex street, W.C.2.
1956.

2.-CASSIDY G. HAROLD.

"Fundamentals of Chromatography"
Interscience Publishers, Inc., New York.
Interscience Publishers Ltda., London.
1957.

3.-MARTINEZ M. HELENA.

"Apuntes sobre cromatografía"
México.
1966.

4.-MERCK E. AG.

"Chromatography"
E. Merck AG Darmstadt. Germany.

5.- FOLLARD F. H.

"Chromatographic Methods of Inorganic Analysis"
Butterworths Scientific Publications.
London.
1953.

6.-RANDERATH KURT.

"Thin layer Chromatography"
Traducido por D.D. Libman
Verlag Chemie. GmbH. Weinheim Bergstr.
Academic Press. New York and London.
1964.

7.-SMITH IVOR.

"Chromatographic and Electrophoretic Techniques"
Volumen I Chromatography
William Heieman. Medical Books. Ltda.
Interscience Publishers, Inc.
1957.

8.-STHAL EGON.

"Thin Layer Chromatography"
Springer-Verlag
Berlin, Heidelberg, New York.
Academic Press Inc. Publishers, New York, London.
1965.

9.- STRAIN H. HAROLD.

"Chromatographic Adsorption Analysis"
Interscience Publishers, Inc.
New York, N. Y.
1949.

10.- STOCK R.

"Chromatographic Methods"
Reinhold Publishing Co. Corporation.
New York.
1963.