

545(04)

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

ESCUELA NACIONAL DE CIENCIAS QUIMICAS

**UN ENSAYO DE ANALISIS EN UNA
MEZCLA DE CATIONES POR
CROMATOLOGRAFIA EN PAPEL**

Roberto del Prado Aguilar

México, D. F.

1953



QUIMIOA



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.

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

Escuela Nacional de Ciencias Químicas

UN ENSAYO DE ANALISIS EN UNA MEZCLA
DE CATIONES POR CROMATOGRAFIA
EN PAPEL

•

TESIS

que para obtener el título de

QUIMICO

presenta

ROBERTO DEL PRADO AGUILAR.



MEXICO, D. F. — 1953

QUIMICA

A mis padres

A mis hermanos

INTRODUCCION

Los químicos en la actualidad se han acostumbrado al uso de instrumentos complicados para conseguir una mayor exactitud en sus operaciones. es interesante hacer hincapié que existen ciertos métodos que a pesar de su simplicidad ofrecen una extraordinaria exactitud y especificidad uno de ellos es el análisis cromatográfico, que ha hecho notables adelantos en la bioquímica, en la química Inorgánica, en la química Orgánica, y que parece asimismo suministrar la clave de un número de problemas de gran actualidad. Por eso consideré de gran interés el hacer un estudio somero de esta rama, en la parte correspondiente al Análisis en Papel Filtro de Compuestos Inorgánicos.

Este estudio tiene una gran importancia ya que presenta muchas ventajas en la química, como la rapidez de su procedimiento, desde luego sin sacrificar su exactitud, la economía tanto en trabajo como en dinero y tiempo y además presenta la facilidad de que dichas pruebas pueden ser conservadas en copias fotográficas.

El objeto de este estudio es un intento para simplificar lo más posible la marcha de Bunsen, suprimiéndole la separación de cada grupo, y haciendo únicamente una separación general para darnos una idea de qué cationes podrían existir.

En el caso particular de la Cromatografía en Papel Filtro se tuvieron que llevar a cabo numerosas pruebas para poder lograr una separación lo más perfecta posible.

Se tenía que ir probando la efectividad de cada

reactivo; en algunos casos hubo que sacrificar la sensibilidad por la exactitud.

En cada grupo de la marcha de Bunsen se tenía que probar cada reactivo, para cada elemento, y sacar el reactivo específico, desde luego tomando el de mejores cualidades, y que no fuera a interferir ningún otro catión de los existentes.

Como se puede ver la selección de los reactivos fué la parte más complicada, ya que como no se hace una separación preliminar era necesario que cada reactivo fuera específico para cada catión.

CAPITULO I
**GENERALIDADES SOBRE METODOS DE
ANALISIS CROMATOGRAFICOS**

1.—Historia.

Los primeros experimentos en el análisis capilar se deben a E. F. Runge quien en 1850 analizó mezclas de colorantes sobre un papel secante, y aun antes había sugerido pruebas de manchas para las disoluciones blanqueadoras usando un tejido de algodón teñido o un papel impregnado con almidón potásico.

Schubert (1861) a quien generalmente se le considera como el iniciador del análisis capilar de los compuestos inorgánicos indicó que si se introduce una tira de papel en el agua que contenga sales inorgánicas, el agua asciende por el papel llevando estas sales. El frente líquido avanza más que los cationes, los cuales se mueven independientemente, según su estado relativo de difusibilidad.

Más tarde Tswett (1906) desarrolló ampliamente sus métodos, y se consideró a este señor como el inventor de la cromatografía por absorción pero en fecha reciente se ha señalado que el químico D. F. Day (1897) había publicado unas observaciones interesantes sobre la purificación del petróleo crudo, por filtración a través de una columna de piedra caliza pulverizada, consiguiendo más tarde aislar por dicho procedimiento diferentes fracciones. Siguiendo a Day los químicos alemanes Engler y Albrecht usaron un método semejante para el fraccionamiento de mezclas de hidratos de carbono y otras substancias.

La técnica seguida por Tswett quedó casi olvidada durante unos 30 años, y no fue sino hasta (1931) en que los investigadores Ruhn, Winterstein y Lederer trabajando en mejores condiciones lograron separar por adsorción cromatográfica el caróteno vegetal en sus varios componentes, y dieron con este paso el impulso necesario a las experiencias iniciadas por Tswett.

A partir de esta época el desarrollo se ha dejado notar ya que en estos últimos 25 años se han escrito una infinidad de artículos, que tratan de las separaciones de los más diversos compuestos.

El lento avance que tuvo la cromatografía después de su descubrimiento, se debió a la falta de material para preparar análisis cromatográficos por métodos macroquímicos y segundo a la creencia general, de los químicos Wilsjatter y Stall, que en un principio suponían que la adsorción descomponía o alteraba los compuestos lábiles del tipo de los pigmentos de las hojas y tercero, la guerra 1914-18 que impidió las publicaciones de Tswett.

Tuvo gran influencia en el desarrollo de la cromatografía el hecho de que Wilsjatter desechando sus teorías empezó a aplicar los métodos de adsorción en distintos procesos, que diera buenos resultados, y que indujeron a los demás químicos a trabajar por adsorción en columna empezando en esta forma una de las dos escuelas en cromatografía; la alemana que se caracterizó por trabajar exclusivamente en columna, la segunda es la anglo americana que trabaja principalmente por métodos de partición bien sean éstos en gel de sílice, almidón o papel.

La gran importancia que tiene hoy día la cromatografía por partición se debe a los doctores A. J. R. Martin, de Cambridge, y London, en sus trabajos con R. Consden, A. H. Gordon y R. L. M. Synge.

En 1938 Neuberg se interesó en la separación de los aminoácidos y observó que el coeficiente de partición de los aminoácidos acetilados entre el agua y un disolvente orgánico inmisible, difería para cada aminoácido.

Esta observación fué ampliada por Martin y Synge (1941) que idearon un raro aparato de 14 platos para la separación continua de los aminoácidos acetilados. Martin y Synge (1941) decidieron simplificar el equipo y aumentar el número de substancias separadas con un parecido coeficiente de partición, incrementando el número de platos teóricos y decidieron usar un soporte (inerte gel de sílice) para sostener una de las fases

(agua) y hacer pasar el disolvente - inmiscible a través de una cámara de agua conteniendo gel de sílice.

El procedimiento fué difícil y tedioso y la separación del soporte inerte dejaba mucho que desear.

Tendiendo a eliminar la preparación de sílice y reducir la cantidad de material usado, (Martín y otros investigadores Condon 1944) reemplazo la gel de sílice por papel filtro como soporte inerte. Con el uso del papel filtro la acetilación de los aminoácidos no necesariamente tendría que ser larga, y dichos aminoácidos podían ser ahora determinados directamente en el papel por tratamiento con ninhidrina.

El método de la partición cromatográfica en papel filtro consiste en aplicar una pequeña gota de la solución que contenga la sustancia(s) que va a ser separada en un papel filtro limpio. La gota se deja secar, se desarrolla en una solución que generalmente contenga agua y un disolvente orgánico siendo que éste fluye por capilaridad, hasta la mancha.

Aunque originalmente se creyó que el papel funcionaba únicamente como un soporte inerte para la partición acerca del disolvente desarrollador y así se le dió el nombre de partición cromatográfica en papel, se reconoce ahora que el papel cromatográfico puede funcionar en algunas casos puramente por partición, en la mayoría de los casos actúa por una combinación de partición, absorción y cambio de ion.

Por lo tanto a Consden, Gordon y Martin se les acredita el ser los iniciadores de la técnica de partición en papel filtro con la cual abrieron nuevos campos a la investigación en las ramas de la química y bioquímica.

2.—DIVISION DE CROMATOGRAFIA

La división de la cromatografía según la serie de trabajos que se han hecho se ha dividido en tres grandes grupos que son adsorción, interacción iónica y partición.

La cromatografía por adsorción se puede dividir a su vez en inorgánicas (aluminas, Ca(OH)₂) y Orgánicas (azúcares, carboles) esto desde el punto de vista de qué

clase de adsorbente se ha usado, o bien también se puede dividir según la técnica de desarrollo, que sería así: por columna la cromatografía líquida y otros métodos.

Los procedimientos por intercambio iónico desde hace mucho tiempo, han sido empleados en el tratamiento de las aguas duras pero solo recientemente se les emplea en grandes escalas en la cromatografía analítica. Las primeras sustancias empleadas son las zeolitas que si bien son inestables en solución ácida, se les emplea para el cambio de ion Na^+ por otros cationes. Ciertas resinas sintéticas poseen propiedades productoras de este cambio iónico. Carbones sulfonatados o resinas que contienen grupos de ac. sulfónico están en uso corriente hoy en día y mediante ellos se consigue el cambio de los iones H^+ por otros iones. También existen resinas básicas capaces de producir el cambio de aniones. Con estos adsorbentes las moléculas adsorbidas son retenidas por fuerzas electro estáticas, de manera que no es la estructura molecular, sino la carga el principio determinante de la adsorción. La elución se efectúa por soluciones salinas ácidas o alcalinas.

En la cromatografía por partición que es un proceso de difusión selectiva, se ha introducido el uso de la gel de sílice como adsorbente en el análisis cromatográfico. Esta sílice puede ser una cantidad aproximada de la mitad de su peso para formar el gel sin que se observe húmedo; de esta manera mediante un gel saturado puede obtenerse un cromatograma empleando como disolvente, cualquier compuesto que reúna las condiciones de inmiscibilidad total o parcial en el agua. Con la conveniente selección del disolvente no hay adsorción en la sílice misma sino que el cromatograma depende exclusivamente de la partición entre el disolvente y el agua.

Pueden emplearse otros líquidos en lugar de agua, como también puede reemplazarse el silicato por almidón, celulosa y otras sustancias.

Durante los últimos años ha existido la tendencia general al trabajo con substancias incoloras; seguir el curso de la separación cromatográfica mediante la observación del percolado que deja la columna y no de la columna misma. La distribución cromatográfica de los diversos componentes puede determinarse mucho más exacta y convenientemente con este método que es, en verdad, esencial en todo experimento relacionado con la teoría formal de la cromatografía. Se presta además al uso de ciertos aparatos automáticos en donde se ha empalmado un microinterferómetro al extremo de la columna. La lectura del índice de refracción del líquido que fluye del aparato, a cortos intervalos, viene a ser como un registro continuo de la distribución de la concentración en relación al volumen.

Se pueden asimismo hacer uso de otras propiedades físicas tales como la conductividad, absorción de la luz y funciones potenciométricas con propósitos semejantes.

Otro aparato de uso ya muy generalizado, es el colector automático de fracciones de Moore y Stein. En éste se recogen pequeñas fracciones del líquido exfluyente en una multitud de tubos de ensayo, fijados a una rueda horizontal que gira, cuando un número determinado de gotas ha caído en uno de los tubos, colocando en su lugar al siguiente.

Otros aparatos están regulados por tiempo o peso recogido, al concluir el experimento se analiza el contenido del tubo determinándose la presencia de las substancias. En muchos casos la combinación del colector de fracciones, con el registro continuo de la concentración, semejante al obtenido con el microinterferómetro sería lo más cerca del ideal.

La columna cromatográfica que se usa es en secciones y el material es acero inoxidable.

Para los trabajos en micro escala el método preferido es el papel filtro, recogiendo el líquido que fluye

a gota en dicho papel que pasa muy lentamente por debajo del grifo de salida de la columna.

El papel filtro se coloca en un tambor giratorio cuyo movimiento está engranado a un tornillo que mueve al eje del cilindro en unas diez horas. Cada gota produce un punto en el papel, y los puntos forman una espiral. El papel se desarrolla con los reactivos adecuados.

El compartimiento de una substancia que se desplaza a través de una columna cromatográfica en un medio dado depende de la afinidad de la substancia para el material de la columna de dicho medio. Por lo general desconoce dicha afinidad y en particular, su dependencia en la concentración de la substancia, lo cual influye en la isoterma de adsorción.

Si dejamos que una substancia a una concentración C , percole a través de una columna que contenga un gramo de adsorbente, observamos que la columna queda saturada cuando haya pasado un volumen $f(c)$ c de dicha substancia, igual al peso que pueda ser adsorbido por 1 gr. del adsorbente. De este modo, al principio sólo podrá fluir el disolvente puro, y únicamente cuando se haya alcanzado el volumen de "retención" o de "invasión $f(c)$ c, aparecerá la substancia, por lo común en forma de un frente muy marcados.

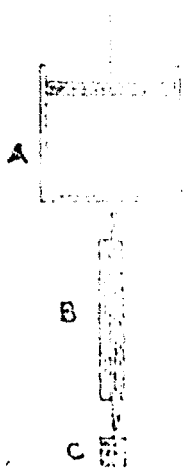


Fig. 1. Como una función del volumen mismo, es posible distinguir tres tipos principales de cromatogramas:

Análisis Frontal:

Si se deja que la solución en un recipiente A, con uno o más componentes por analizar pase a lo largo de

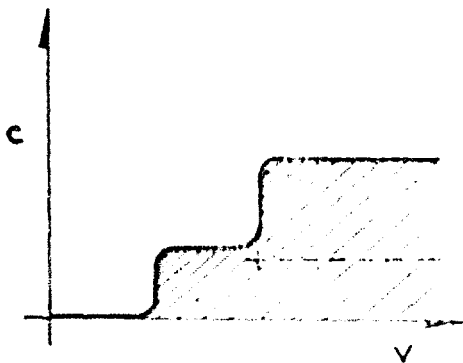


Fig. 2.

Cuando el frente de la banda de soluto pasa el filtro la concentración de la celda C aumenta rápidamente, dando una gráfica de concentración contra volumen en un escalón definido. Cuando llega el frente del segundo soluto que ha sido más adsorbido que el anterior, se nos formará un segundo escalón (Fig. No. 2). Evidentemente sólo representa una separación parcial ya que las zonas se superponen, aún así el método es muy útil; como por ejemplo, en el estudio de la homogeneidad de las sustancias. Ha sido utilizado principalmente por Claesson para el análisis de las mezclas de ácidos grasos y otras sustancias.

El segundo tipo de cromatogramas, obtenido mediante el análisis de elución es en esencia el mismo que el obtenido por Tswett.

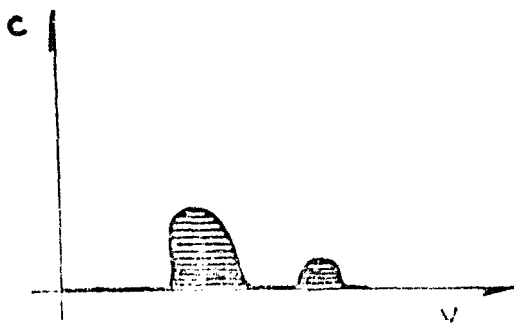


Fig. 3.

la columna B, se observa que el soluto se adsorbe, y mueve más lentamente que el frente de la solución, por lo que primero saldrá disolvente puro que pasa a la celda C, Fig. No. 1 dando una concentración de 0. Cuando el frente de la banda

Se absorbe una pequeña cantidad de la mezcla en lo alto de la columna A y a continuación se hace que ésta descienda por B, mediante un eluyente. El poder de resolución de la elu-

ción depende principalmente del carácter de la función $f(c)$. En el caso más simple y favorable $f(c)$ es una recta esto es: El peso de material adherido a la columna es proporcional a la concentración. Así sucede en la disolución diluida de substancias que obedecen a la Isoterma de Langmuir.

Las zonas se mueven por tanto sin distorsión a través de la columna, si ésta, está perfectamente formada, y la posición del percolado será independiente de su concentración, sin embargo la Isoterma de adsorción es por lo general más o menos curva de modo que c y $f(c)$ decrece en razón directa a C . Ello causa que las concentraciones más bajas se muevan más lentamente y la zona se extienda gradualmente y pueda adquirir una cola muy difusa como se aprecia en la Fig. No. 3. Este fenómeno de la cola puede hacerse tan pronunciado que acabe por perturbar la separación.

No es exagerado que digamos que uno de los problemas más prácticos de la cromatografía es eliminar en lo posible este fenómeno de la cola.

El tercer tipo de cromatografía es el conocido con el nombre de análisis por desplazamiento. Cuando es

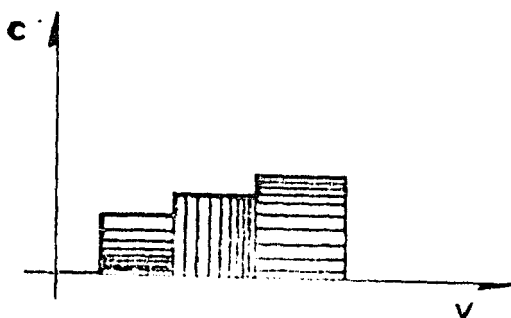


Fig. 4.

lectible sirve para evitar la cola y presenta además otras características interesantes. También en este caso se pone una pequeña cantidad de mezcla en lo alto de la columna, pero en vez de emplear un agente eluyente se añade una disolución de una substancia, el agente se desplaza a B, mientras que ésta es absorbida más fuertemente que ninguno de los componentes que se desea separar. Debido a la competencia mutua por el adsorbente

que es muy común en los fenómenos de superficie los componentes se ordenan en una sucesión de zonas adyuntas cada una con una concentración constante y característica, dándonos un diagrama en la Fig. No. 4.

La figura No. 5 muestra una explicación de este fenómeno apareciendo en ella las isoterms de adsorción

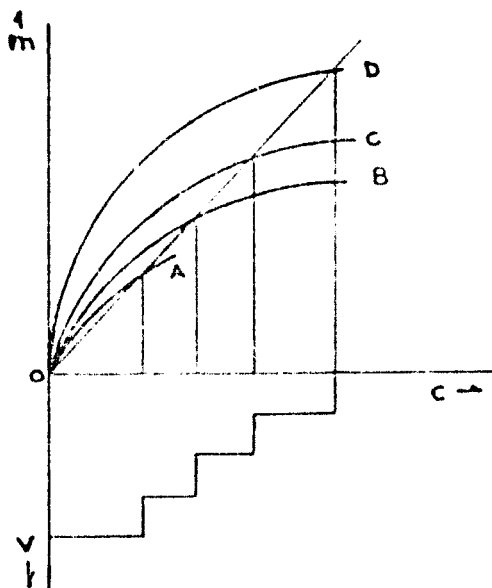


Fig. 5.

de un número de sustancias, con el agente de desplazamiento D en lo alto. Podemos trazar una línea de velocidad o D desde el origen que representa $v = c f(c)$ constantes y es por lo tanto el lugar para las concentraciones que se desplazan a la misma velocidad a través de la columna. Las intersecciones de estas concentraciones de la zona en el cromatograma según la figura de arriba (abajo) debe notarse que en este caso todas las zonas se mueven a la misma velocidad tan pronto se ha alcanzado el estado estacionario. Las "colas" quedan eliminadas, debido a que cualquier trazo de A que tienda a quedar retrasada en la zona de B se encontrará rodeada de una substancia que sufre más marcada adsorción que ella misma y por consecuencia deberá desplazarse de nuevo a su propia zona A.

CAPITULO II
PARTICION CROMATOGRAFICA EN
PAPEL FILTRO

El uso de papel filtro como un medio para la separación, identificación y estimación cualitativa y cuantitativa de sustancias, Orgánicas, Inorgánicas y Biológicas es uno de los más modernos campos del Análisis.

La facilidad con que se han logrado hacer análisis con cantidades tan pequeñas, como microgramos, de sustancias tan complejas, que antes se consideraban imposibles de analizar, y la rapidez del método que va acompañada desde luego con la exactitud del mismo; otro factor importante es la facilidad con que dichos papeles pueden ser fotografiados y conservarse para comprobaciones, y esto ha hecho que tenga una importancia enorme en el campo del análisis.

La dificultad en obtener buenos cromatogramas de las sustancias por analizar depende de los siguientes factores que desde luego influyen en los resultados.

- 1.—Propiedades Físicas del Papel.
- 2.—Dimensiones y forma geométrica del papel.
- 3.—Propiedades químicas con respecto a las impurezas residuales.
- 4.—Temperatura a la cual se ha efectuado la separación.
- 5.—Disolventes usados en papel.

TECNICA DE PROCEDIMIENTO

Muchos y diferentes métodos y técnicas han sido estudiadas para el papel cromatográfico.

Algunos de estos métodos pueden ser adaptados para la separación de muchas clases de compuestos, otros tienen una aplicación limitada. La gran ventaja del papel cromatográfico es que pueden obtenerse muy buenos resultados con simples y no complicados aparatos.

Los aparatos más sencillos con los cuales se pueden trabajar sería, unas pipetas capilares de unos 10, 20 cm. de largo por 1 mm. de diámetro; en la boca de salida, unos vasos de precipitado, tubos de ensayo y frascos reactivos.

A continuación daré una serie de métodos los cuales pueden ser usados exclusivamente en cromatografía en papel; como se verá, casi todos los métodos han sido estudiados principalmente para aminoácidos, pero con ciertas modificaciones han sido aplicados a compuestos inorgánicos, que es el objeto de este estudio.

METODO I

ANALISIS CAPILAR

Alrededor de 1860, Schöbein estudió el análisis en papel filtro, ver capítulo II en la parte de historia.

Esta observación fué la base del análisis de colorantes. Goppelsroeder nombró a este análisis de colorantes, (usando papel filtro), "Análisis Capilar". Goppelsroeder aplicó este método a la separación de los pigmentos en las plantas, alcaloides, grasas y aceites, impurezas en los productos comestibles, etc. El principio de este análisis se basa en que la substancia era absorbida en un papel filtro directamente de su solución, el avance (Altura) de la substancia y el frente del disolvente fueron observados y correlacionados. El "Análisis Capilar" difiere de la partición cromatográfica en papel, la cual fué desarrollada 80 años después en que no se usó disolvente desarrollador.

Goppelsroeder (1909) describe detalladamente una cámara cromatográfica, la cual difiere poco de las hechas actualmente.

METODO II

DESCENSO CROMATOGRAFICO

Condsen, Gordon y Martin (1944) primero repor-

taron con muy buen éxito, una separación de una mezcla de aminoácidos por descenso en papel cromatográfico.

Lo esencial del aparato consiste de una tira de papel filtro, cuya extremidad inferior es sumergida en un recipiente conteniendo el disolvente. La tira de papel se cuelga en una cámara cerrada al aire y saturada con agua y disolvente. La vasija está provista con una barra arriba de la cual el papel pasa para evitar que se sifonee por capilaridad. Este procedimiento es para aminoácidos.

Rockland y Dunn han hecho a su vez una modificación al método en el cual han substituído la cámara cromatográfica por tubos de ensayo como cámaras de desarrollo, y desde luego se utilizaron tiras de papel mucho más pequeñas. Como se puede apreciar en estas condiciones se pueden sacar muchos resultados en tiempos cortos y con un equipo muy simple y fácil de adaptar.

METODO III

ASCENSO CROMATOGRAFICO

La técnica del ascenso en papel cromatográfico, la cual fué usada por Schlenker, Goppelsroeder, tiene muchas ventajas sobre la técnica del descenso, consistencia de resultados, simplicidad de aparatos, y facilidad con que un gran número de análisis pueden ser hechos ("Williams 1948"). El aparato consiste de una cámara herméticamente cerrada de un tamaño apropiado y un recipiente para colocar el disolvente en el fondo de la cámara.

Se pueden efectuar cromatogramas monodimensionales e bidimensionales.

La ventaja del uso de cromatogramas bidimensionales es que cuando existen problemas con coeficiente de partición muy cerca, el uso de dos disolventes aumenta considerablemente el poder de resolución del aná-

lisis, ya que el valor de R_f depende mucho del disolvente utilizado.

METODO IV

ASCENSO Y DESCENSO CROMATOGRAFICO

La tecnica de Block (1950) combina lo más notable y mejor de ambos métodos, ascenso y descenso cromatográfico, las placas de papel filtro conteniendo las gotas de las muestras que van a ser analizadas es colgada sobre una varilla de vidrio, el extremo más largo es sumergido en el disolvente de manera que el disolvente ascienda por capilaridad y que pase por la varilla de vidrio y baje hasta el otro lado.

Cámara Cromatográfica.

Las cámaras cromatográficas de las cuales he hablado y que se usan en los métodos anteriores constan de lo siguiente:

Una caja de vidrio con su tapadera movable, la cual pueda cerrar herméticamente una varilla donde se sostendrán los papeles filtros, un recipiente colocado en el fondo de dicha cámara donde se pondrá el disolvente, un termómetro, el cual sirve para tener control de temperatura, y hojas de papel filtro, ya que sean en tiras o círculos; quedando así constituidas de una manera general una cámara cromatográfica.

METODO V

PAPEL FILTRO CROMATOFILA

Un método automático muy interesante es el que fué desarrollado por Mitchell (1946) y le dió el nombre de "Cromatofila".

En un recipiente que tenga aproximadamente una capacidad de 2 litros, el cual deberá contener el disolvente, con 40 papeles filtros en forma de discos de la

Biblioteca
solicitante



B I B L I O T E C A del
Instituto de Geofísica.

Para uso de Srita. Bernal Ocup: Tecnico Dep: Oceanografía
Autor (o título, vol. y año de la revista)

No. de
clasif

MC117td
M141

Título del autor y título para artículos de revistas
(Incluyase edición, lugar y fecha)

TESIS 378.2 Un ensayo de análisis por Cromatografía. Por. Prado Aguilar, R. México 1953.
Confrontado en:

Biblioteca
a la que se
solicita



B I B L I O T E C A de la
Facultad de Química. UNAM.
Sra. Delia Pombo de Sanchez

AUTORIZADA POR: *[Signature]*

FORMA DE SOLICITUD

Montaje en: _____ Foteo: _____
Envío en: Correo _____ C. O. D. _____
Registrado \$ _____
Otras: _____

Fecha de entrega: _____ Cargos: _____
Fecha de vencimiento: _____
Para usarse en la biblioteca únicamente

NO. DE INCL. PORQUE

Se pertenece a esta biblioteca _____
No se reserva _____ Se reservara _____
Esta prestado _____ Solicito nuevamente _____
Otras: _____

Sugerimos solicitar _____
Costo aproximado de Microfilm _____
Fotocopia _____

REGISTRO

Se recibió el día _____
Se devolvió el día _____
Envío Correo _____ Peste pagado _____
Otras: _____ Registrado \$ _____

RENOVACIONES

Solicitado el _____
Renovado el _____
(o periodo de renovación)

marca Whatman No. 1 de 9 cm. de diámetro son colocados en el fondo de la pila. Encima están 25 hojas conteniendo una mezcla de aminoácidos o mezcla de cationes y en la parte superior (las primeras 6 hojas de papel filtro se colocan con el objeto de homogenizar el paso del disolvente) un paquete de nueve papeles filtros completa la columna. En estos últimos nueve papeles filtros es donde se obtiene la separación cromatográfica, exactamente como si fuese una columna cromatográfica.

El distribuidor es llenado con la mezcla de disolventes, después de unas 28 horas, la columna es quitada y los discos de papel filtro son extraídos, su principal aplicación ha sido a las enzimas.

METODO VI

FASE REVERSIBLE EN PAPEL CROMATOGRAFICO

Boldingh (1948) ha separado ésteres de ácidos grasos insolubles en agua por una técnica "Fase reversa". Tiras de papel de la marca Scheicher y Schull No. 595 son sumergidas en hule vulcanizado, secadas en aire, enjuagadas con una mezcla de alcohol y acetona y abundante acetona. El contenido de la goma de papel es cerca de 30%.

Los ésteres de ácidos grasos son desarrollados con metanol o metanol acetona (V/V); y se han obtenido buenos resultados.

METODO VII

PAPEL CIRCULAR

El principio de esta técnica es que las sustancias por analizar son resueltas en zonas circulares, en lugar de bandas (Butter 1948, Goppelsroeder 1951). Una cola es cortada de un papel filtro y sumergida en el disolvente desarrollador después de que una gota de la subs-

tancia por ser analizada ha sido depositada sobre el papel.

Modo de Operar

La gota que va a ser analizada es colocada en la punta y secada al aire el disco es entonces colocado entre las dos capas de vidrio, la inferior conteniendo el disolvente desarrollador que por capilaridad el disolvente podrá ascender, y la velocidad del desarrollo puede ser fácilmente controlada por la anchura de la cola y la distancia entre la superficie del líquido y el plano del papel.

Para la mayoría de las separaciones, el desarrollo de un círculo de un diámetro de 6 cm. o menos se lleva unos 10 minutos. Le Strang (1952) ha establecido relaciones matemáticas de estas variables con respecto a la velocidad de desarrollo.

Identificación de Zonas

Los componentes de la solución problema se identifican dando zonas coloridas.

El cromatograma es rociado con una pipeta la cual contiene reactivo específico el cual nos dará el color deseado.

METODO VIII

ELECTROFORESIS

Los grupos de moléculas que poseen cargas son resueltos con buen éxito en papel, por la aplicación de un campo eléctrico, esta técnica es llamada papel electro o ionoforesis.

Describiré aquellos métodos capaces de poderse llevar a cabo con simples equipos encontrados en cualquier laboratorio.

Electroforesis

Durium (1950) usó una tira de papel filtro colgada sobre una varilla de vidrio. Los extremos de las tiras eran sumergidas en dos vasos conteniendo soluciones buffer de adecuados pH y arcos de carbón de 8 mm. de diámetro para los electrodos. El aparato consiste de dos vasos, sirviendo los vasos como recipientes para electrodos, cubiertos por una placa de lucita. La operación es llevada a cabo en un cuarto frío.

Una modificación de esta técnica fué hecha por Gordon (1952), empleando un aparato muy simple. Una tira de papel filtro tratado con una sol. buffer de veronal 0.05M (pH 8.5) es suspendida con dos varillas de vidrio colocados en ángulo y son sumergidas en dos vasos conteniendo una solución buffer y electrodos de carbón. Un potencial de 5 volts cm. es aplicado durante 18 horas y las zonas son identificadas, secándolas y por último se trata el papel con azul de bromofenol.

TERMINO Rf.

Hasta ahora no más he estado nombrando el término Rf, pero sin decir qué es y cómo se puede obtener, pues bien el término Rf es la relación que existe entre el avance del soluto y el avance del frente del disolvente y que si la expresamos en forma de ecuación nos quedará así:

$$Rf = \frac{\text{Movimiento de banda de soluto.}}{\text{Movimiento del frente que avanza el líquido.}}$$

Martin y Synge sacaron una relación entre el coeficiente de partición y velocidad del disolvente. Así que el valor de Rf, fué medido del movimiento de cada banda y el movimiento del disolvente y el coeficiente de partición fué usando la siguiente ecuación.

$$L = \frac{A}{RA_s} - \frac{A_1}{As.}$$

- en donde: L coeficiente de partición gramos de soluto por milimetro de fase no móvil por gr. de soluto por mm. de fase móvil en equilibrio.
- A Area de la sección transversal de la columna.
- As Area de la sección transversal de la fase no móvil.
- A1 Area de la sección transversal de la fase móvil.

Se sacaron valores teóricos, es decir, se calcularon antes de llevarse a cabo experimentalmente y se compararon con coeficientes de partición obtenidos por medida directa, dándonos valores iguales.

Consden, mostró que la teoría desarrollada para una columna cromatográfica podrá ser aplicada a la partición cromatográfica en papel filtro de la ecuación anterior.

$$R = \frac{A}{A_1 + LA_s}$$

Sin embargo R no es conveniente medirlo en cromatogramas en papel, así que un nuevo símbolo de Rf fué introducido.

$$Rf = \frac{\text{Movimiento de la banda de soluto.}}{\text{Movimiento del frente que avanza el liquido.}}$$

Cada componente tiene un Rf característico el cual varía con la temperatura y la clase del disolvente usado.

CAPITULO III
EXPERIENCIAS DE LABORATORIO

Como ya se dijo anteriormente la finalidad de este trabajo es la de encontrar un procedimiento rápido y sencillo para identificar los diferentes cationes de una mezcla de sales Inorgánicas, eliminando si es posible la separación tan larga de la marcha de Bunsen, y solamente ejecutando una separación por grupos de los cationes e identificando estos por reactivos apropiados en presencia de los de su mismo grupo.

Papel Filtro

La serie de pruebas que se han llevado a cabo han demostrado que el papel Whatman 1, es el que mejores separaciones nos ha dado, ya que este papel es el que tiene mejores cualidades para poder efectuar un desarrollo analítico.

Las cualidades tomadas en cuenta fueron las siguientes:

- 1) Claridad de la separación.
- 2) Difusión de las gotas.
- 3) Menor grado de formación de manchas o rayas, probablemente causadas por impurezas en el papel.

Desde luego que estas cualidades no dependen únicamente del papel para lograr una mejor separación, sino que desde luego los reactivos también influyen, pero sí, el papel es un factor determinante para lograr mejores y más claras separaciones.

Los diferentes tipos de papel usados fueron Whatman No. 1, 4, Schleicher-Schuell No. 590, 650, siendo 4 tipos de papel filtro usados para hacer nuestra comparación.

Reactivos:

La selección de los reactivos desde luego es una de las partes más complicadas del estudio, pues como ya se dijo, cada reactivo seleccionado tenía que ser específico y procurando a la vez que fuera lo más sensible posible. En muchos casos la preferencia a usar reactivos orgánicos se debió principalmente a que nos daban las separaciones más específicas y claras.

El reactivo juega un papel muy importante en este estudio ya que casi es el factor principal para lograr una buena separación, desde luego con la ayuda prestada por el papel.

Adición de Disolventes

Con mucha frecuencia además de los reactivos propios para cada catión se hace uso de disolventes orgánicos los cuales tienen por objeto que las zonas cromatográficas se separen más entre ellas y se puedan identificar con más facilidad los diferentes colores, es decir hay una variación en sus valores R_f .

Butanol-1N HCl.—Se prepara saturado n-butanol con 1N ácido clorhídrico, separa, Cu, Al, Cr Zn y Mg, y algunos elementos poco comunes.

Butanol-3N HCl.—Este disolvente separa mezclas que contengan Pb, Hg, Bi, Cu y Cd.

Acetilacetona-H Cl-acetona.—Se prepara agregando 0.1 partes de ac. Clorhídrico concentrado y 5.0 partes de acetona con agua (V V). Es eficiente en separación de mezclas de As, Sn, y Sb.

Acetona-H Cl.—Se prepara por adición de 5 partes de agua a 8 partes de ac. clorhídrico concentrado a 87 partes de acetona (Burstall 1950). Este disolvente se usa para separar mezclas que contengan, Zn, Mn, Co, y Ni.

Metil acetona-8% H Cl.—Es preparado mezclando 8 partes de ac. clorhídrico concentrado con 92 partes de metilcetona. Se usa para separar, Cu, Fe, Mn, Co,

siendo estos los disolventes que han sido utilizados más en compuestos inorgánicos.

De todos estos disolventes únicamente el que fué ensayado es el Butanol-3N-HCl, ya que como se verá más adelante no creo que sea necesario el empleo de los demás disolventes.

Preparación de muestras:

Las muestras se preparan con cloruros o Nitratos, ya que usualmente estas sales son solubles y muestran poca tendencia a hidrolizarse.

Se tomó una mezcla de sales con el objeto de que tuviéramos todos los cationes de la marcha de Bunsen. Se disolvieron en agua, en un vaso de precipitado, acidificándola con unas dos gotas de ac. Nítrico diluido.

Cuando se va a preparar una mezcla desconocida se hace lo siguiente: se hace una solución al 2%, por disolución del sólido en agua destilada y se acidifica con dos gotas de ac. Nítrico diluido. En el caso de que no se disuelva todo el sólido, lo que se hace es decatarlo, el sólido es tratado por separado como es sabido, mientras que la porción soluble es analizada de la manera usual.

Modo de Operar

Se usa papel filtro Whatman No. 1, unas pipetas de unos 0.5-1 mm. por 20 cm. de largo, tubos de ensayos, vasos de precipitado, placas de vidrio para sostener a los papeles y vidrios de reloj, cuando se le hace un tratamiento preliminar a la gota problema.

La solución problema se toma con una de las pipetas y se deja caer en el centro del papel filtro circular, procurando que éste se encuentre perfectamente horizontal con el fin de que la difusión radial sea uniforme en todos sentidos. Se deja secar, se añade otra gota y también en el centro una gota del reactivo específico. En algunos casos se agrega una gota de algún disolvente orgánico.

Las primeras experiencias que se llevaron a cabo fueron del siguiente modo:

Se tomó una gota de la mezcla de cationes en el cual existan todos los cationes de la marcha de Bunsen, se deposita, en un papel filtro, se deja secar y se le agregaron los reactivos específicos correspondientes a la plata, mercurioso, plomo; notándose que en esta forma la separación dejaba mucho que desear, ya que la difusión de los cationes respectivos no era muy marcada entre cada catión quedando las zonas coloridas superpuestas. Esta separación fué hecha para cada grupo correspondiente a la marcha de Bunsen.

Para evitar esta mezcla de las zonas coloridas, se procedió de la manera siguiente

De la mezcla de cationes se tomaron tres gotas de la solución y se depositaron en tres papeles filtros, en donde se investigara el primer grupo. En seguida se depositó una gota del reactivo específico para cada uno de los tres elementos, quedándonos así una mancha clara.

En seguida se procedió a precipitar el 1er. grupo con ac. clorhídrico, quedándonos los cloruros insolubles de plata, plomo y mercurioso; se filtra y la solución filtrada (A), se trata con ac. sulfhídrico, con el objeto de precipitar todo el segundo grupo en forma de sulfuros, precipitado (A), filtramos y el filtrado (B) contiene el 3o., 4o. y 5o.

El precipitado (A) es tratado con polisulfuro de Amonio, quedándonos un precipitado (A') y una solución (A''). En el precipitado (A') están los sulfuros de cobre, mercurio, bismuto y plomo y cadmio, estos los disolvemos en agua regia y procedemos a su investigación como en el primer grupo. La solución A' que contiene las sulfosales de Arsénico, Antimonio y Estaño, en esta solución se procede a investigarlos como en el caso anterior.

El filtrado (B) lo calentamos para eliminar el H₂S y lo precipitamos con cloruro de amonio y Amoniaco quedándonos un precipitado (B) y una solución (C). En el precipitado (B) tenemos los hidróxidos de Fierro,

romo y Aluminio, los cuales los disolvemos con ac. clorhídrico, caliente y ya en solución se procede a investigarlos por sus reacciones en papel filtro. La solución (C), la cual contiene parte del tercer grupo y todo el 4o. y 5o. grupo, se sulfhidra en caliente, quedándonos un precipitado de (C) de sulfuros de zinc, Manganeso, Níquel y Cobalto y una solución (D).

Este precipitado (C) es disuelto en agua regia, se calienta casi a sequedad y se recuperan con agua, en seguida se procede a su investigación como en los casos anteriores.

La solución (D) la cual contiene 4o. y 5o. grupos se le ponen unas gotas de ácido ya que está fuertemente amoniacal, precipitándose azufre y filtramos y a este filtrado se le trata con unas gotas de Amoníaco y Carbonato de Amonio, calentamos para que se nos forme un precipitado (D), de Carbonato de Bario, Calcio y Estrancio y una solución (E) la cual contiene el 5o. grupo. Al precipitado (D) se trata con unas gotas de ac. acético disolviéndose, en seguida se procede como en los casos anteriores.

La solución (E) conteniendo el 5o. grupo se le hace la determinación de cada catión como ya se dijo.

En seguida doy una serie de reacciones, para investigar cada uno de los cationes de la marcha de Bunsen:

Ag.—Plata.

Para el estudio de este catión se encontraron dos reacciones las cuales fueron las más aceptables.

1.—Experiencia llevada a cabo con cromato de Potasio.

Reactivos usados.—a) Solución de Carbonato de Amonio.

b) Solución de Cromato de Potasio al 1% en ácido Acético Normal.

Límite de Identificación 2 γ de Plata.

Método

Para hacer esta reacción se tomó como base el hecho de que la plata en solución amoniacal, tratada con una gota de la solución reactivo (b) se nos forma un círculo rojo de Cromato de plata, (ver fig. 1, lámina 1).

De la mezcla de cationes la cual contiene el Ier. grupo se toma una gota y se deposita en un vidrio de reloj, agregándose unas gotas de la solución (a), la cual tiene por objeto insolubilizar los iones Mercurioso y Plomo; quedándonos en esa forma la reacción específica para el catión plata. Después se toma una gota de esta solución clara y se deposita en un papel filtro con otra gota de la solución reactivo (b) dándonos inmediatamente un anillo de color rojo característico de Cromato de Plata.

2.—Experiencias llevadas a cabo con p. dimetilaminobencildieno Rodanina.

Reactivos usados: a) Solución saturada de p. dimetilaminobencildieno rodanina en acetona.

Límite de Identificación.—0.0.2 γ de Plata.

Método

En esta reacción se toma como base el hecho de que la rodanina en sus soluciones ácidas nos da sales insolubles de plata.

Esta reacción es interferida por los cationes Mercuríco, y Cuproso, dando compuestos semejantes a los de la Plata. Controlando las condiciones de reacción, resulta específica para la plata.

Una gota de la solución reactivo se deposita en un papel filtro, se deja secar; después se le agrega una gota de la mezcla de cationes, la cual se acidifica un poco, dándonos un anillo de color rojo violeta, ver fig. 2, lámina 1.

Cuando existen sales Mercúricas lo que se hace es lo siguiente, una gota de la mezcla de cationes es colocada en un vidrio de reloj, agregándosele otra gota de solución de Cianuro de Potasio al 5%, en esta forma

el Mercurio queda como Cianuro Mercúrico, siendo un compuesto poco disociado, y por lo tanto no da reacción positiva; la plata nos queda como compuesto complejo de Cianuro de Plata y Potasio el cual si está lo suficientemente disociado como para darnos positiva la reacción. Esta reacción da con 0.63 γ de plata en presencia de 1,000 veces la cantidad de Pb Cl₂ y Hg y CP₂.

Cuando existan sales cuprosas no se puede bloquearlas en la forma indicada arriba, ya que con el Cianuro de Potasio se nos forma el Cianuro de Cobre el cual está lo suficientemente disociado como para darnos positiva la reacción así que lo que se hace es precipitar con clorhídrico, quedándonos en esta forma los cloruros insolubles del primer grupo, en seguida se disuelve la plata con amoníaco; de esta se toma una gota de la solución y se deposita en un papel filtro y se procede como ya se dijo.

Pb.—PLOMO.

De las reacciones hechas para el plomo, solamente una fué la que nos dió los mejores resultados y fué la siguiente:

1.—Experiencia llevada a cabo con Cloruro estano y Ioduro de Potasio.

Reactivos.—a) Se toma una granalla de Estaño y se disuelve en ácido clorhídrico concentrado. Se hace una solución saturada de Ioduro de Potasio; después se mezclan las dos soluciones quedándonos una solución clara.

Límite de Identificación: 10 γ de Plomo.

Método

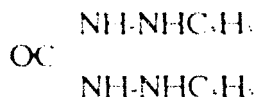
Una gota de la mezcla de cationes se deposita con un capilar en un papel filtro, agregándole otra gota de ac. sulfúrico dil., con el objeto de que se nos forme sulfato de Plomo insoluble el cual se nos queda en el papel filtro, este precipitado es lavado con agua, para eliminar los otros metales que pudieran haberse queda-

do. En seguida se deposita una gota del reactivo (a) dándonos un anillo anaranjado, dependiendo de su intensidad de la cantidad de plomo, ver Fig. 3, lámina I.

En el caso de que exista Bismuto, entonces en lugar de darnos un color anaranjado, se nos formará un anillo café el cual es una mezcla de ioduro de Plomo y Bismuto y por lo tanto esto nos indica que existen Plomo y Bismuto. En el caso de que no más exista Bismuto, lo que se hace es lavarlo varias veces, y al depositar la gota con la solución reactivo nos dará negativa.

Hg₂.—MERCUROSO.

1.—Experiencia llevada a cabo con difenil carbazida.



Reactivos.—a) Solución alcohólica al 1% de difenil Carbazida.

b) Benceno.

Límite de Identificación 0.2 γ de Mercuroso.

Método

Se toma una gota de la mezcla de cationes y se deposita con un capilar en un papel filtro, agregándose otra gota de la solución reactivo (a), la cual debe estar recientemente preparada, dándonos un anillo del azul al violeta, luego le agregamos una gota de la solución (b), desapareciendo el color desarrollado.

Esta reacción en soluciones muy ácidas decrece su sensibilidad; siendo específica en una solución 2N de ácido Nítrico, en ausencia de cromatos; los cromatos pueden ser bloqueados, reduciéndolos con agua oxigenada hasta cromo III.

En soluciones neutras el Cobre, Fierro y Cobalto

interfieren, los cuales son bloqueados ajustando el pH de la solución.

Hg.—MERCURICO.

1.—Estudio con la difenil Carbazida.

El método seguido para el Mercuríco, es exactamente igual al del mercurioso, lo único que se suprime es la adición de Benceno, ver Fig. 4, lámina I.

2.—Experiencias llevadas a cabo con cloruro estano-
so y anilina.

Reactivos: a) Solución fresca de cloruro estano-
so.

b) Anilina.

Límite de Identificación 1 % de Mercuríco.

Método

En un papel filtro depositamos una gota de la mezcla de cationes, con otra gota de la solución reactivo (a) seguida de otra gota de la solución (b), dándonos un anillo café o negro, ver Fig. 5, lámina I.

Se debe a que las sales mercurícas son reducidas a mercurio metálico (negro) con el cloruro estano-
so, en presencia de anilina.

Esta reacción nos es afectada por la plata, la cual también se nos reduce a plata metálica, pero en este caso no nos importa ya que el primer grupo es separado, precipitándolo con ac. clorhídrico.

3.—Experiencia llevada a cabo con p. dimetil ami-
nobencil dieno Rodanina.

Método

La solución que contiene la mezcla de cationes si no está acidificada, se acidifica débilmente con unas gotas de ácido nítrico diluido, se toma una gota y se deposita en un papel filtro, seguida de una gota de la solución reactivo (a) dándonos un anillo rojo o violeta, ver Fig. 6, lámina I.

La plata en las mismas condiciones, también nos da el color rojo o violeta, pero en este caso no importa ya que la plata es separada, precipitándola con ac. clorhídrico.

El cobre solamente da positiva cuando la solución esta neutra así que en este caso no nos interfiere.

Bi.—BISMUTO.

1.—Experiencia llevada a cabo con cinconina y Ioduro de Potasio.

Reactivos: a) 1 gr. de Cinconina la disolvemos en 100 c.c. de agua caliente, la cual contiene unas gotas de ac. Nítrico. Se enfría y se le agregan 2 gr. de Ioduro de Potasio.

Límite de Identificación 12 y Bismuto.

Método

Una gota de la mezcla de cationes se coloca en un papel filtro, seguida de otra gota de la solución reactiva (a) dándonos un anillo de color anaranjado, ver. Fig. 7, lámina I.

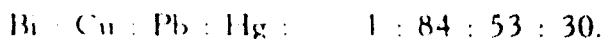
Esta reacción es afectada por la presencia de Cobre, Plomo, Mercurio, no obstante esta reacción puede llevarse a cabo en presencia de estos elementos, ya que la difusión se hace en diferentes zonas. Esta difusión es más perfecta si se le agrega un disolvente orgánico, (Butanol-3N-ac. clorhídrico).

Así que el método queda modificado, una gota de la mezcla de cationes, seguida de otra del disolvente, se deja secar e inmediatamente después una gota de la solución reactivo; formándose las siguientes zonas.

- | | |
|-----------------------|-------------|
| a) Anillo verdoso. | Mercurio. |
| b) Anillo anaranjado. | Bismuto. |
| c) Anillo amarillo. | Plomo. |
| d) Anillo café. | Sal Cúprica |

La proporción límite hasta la cual se puede investi-

gar el Bismuto en presencia de estos cationes es la siguiente.



2.—Experiencia llevada a cabo con Estanito alcalino, con la adición de sales de plomo.

Reactivos usados: a) Solución saturada de cloruro de Plomo.

b) Solución de estanito de sodio.

Límite de Identificación: 1 % de Bismuto.

Método

Una gota de la mezcla de cationes, la cual se acidifica con una gota de ac. clorhídrico, seguida de otra gota de la solución (a) y dos gotas de la solución reactivo (b), dándonos un anillo café, en presencia de grandes cantidades de Bismuto aparece inmediatamente, cuando existen pequeñas cantidades, tarda 1 a 3 minutos en que aparece la mancha café, ver Fig. 8, lámina 1.

El objeto de agregarle la sal de plomo es que la reacción es acelerada, ya que el plomo actúa como catalizador.

El Cobre interfiere, el cual es bloqueado agregándole un poco de Cianuro de Potasio, formándose el complejo de Cobre el cual ya no nos molesta. La plata también nos da esta reacción, pero como ya ha sido separada, no nos afecta en este caso. El Mercurio también da esta reacción, pero con el ac. clorhídrico se nos forma cloruro Mercúrico, el cual es un compuesto muy poco disociado, por tanto los pocos iones que tiene en solución no alcanzan para darnos la reacción positiva.

Cu.—Cobre.

Para este catión se encontraron dos reacciones, las cuales fueron las más eficientes.

Reactivos: a) Solución al 10% en ac. acético, de bencidina.

b) Solución saturada con bromuro de Potasio.

Límite de Identificación.—0.6 γ de Sal Cúprica.

Método

Se toma una gota de la solución que contiene la mezcla de cationes, seguida de otra de Bencidina y por último una de Bromuro de Potasio. Se nos forma un anillo de color azul, ver Fig. 9, lámina 1.

Lo que ocurre es una oxidación de la base orgánica dándonos un compuesto azul. No es una autooxidación de la sal cuprosa formada, sino, lo que parece que sucede es que el halógeno liberado al reducirse la sal cúprica a cuprosa es lo que hace que la bencidina se oxide, cambiando de color.

Para pequeñas cantidades de Cobre se recomienda hacer un blanco.

2.—Experiencia llevada a cabo con Sulfocianuro de Mercurio y Amonio en presencia de sales de Zinc.

Reactivos: a) En 100 c.c. de agua se disuelven 8 gr. de cloruro Mercuríco y 9 gr. de Sulfocianuro de Amonio.

b) Solución de acetato de Zinc al 1%.

Límite de Identificación: 0.3 γ Sal Cúprica.

Método

Una gota de la solución que contiene la mezcla de cationes, acidificada un poco, otra gota de la solución (b) e inmediatamente después una gota de la solución reactivo (a) dándonos un anillo de un ligero color violeta, ver Fig. 10, lámina 1.

Cuando se encuentra solo el Cobre nos da un anillo de color verde de Sulfocianuro de Mercurio y Cobre.

Las sales de Cadmio se conducen como el Zn, pa-

ra darnos también con el Cobre y Sulfocianuro de Zinc y Amonio el color violeta.

El Fierro, Cobalto y Niquel también se conducen de igual modo, los cuales si interfieren no importa ya que estas reacciones sólo se hacen sobre el 2o. grupo, pues previamente se ha precipitado con ac. Sulfhídrico. El Fierro también puede ser bloqueado con oxalatos o tartratos, el cual no reacciona con el Sulfocianuro.

Cd.—CADMIO.

1. Experiencia llevada a cabo con difenil Carbazida.

Reactivos: a) Solución alcohólica de Difenil Carbazida.

b) Amoníaco.

Límite de Identificación 4 % de Cadmio.

Método

Una gota de la solución problema que contenga la mezcla de cationes, es depositada en un papel filtro, en seguida se le agrega una gota de la solución reactivo (a), se seca, en seguida se pone sobre una botella que contenga amoníaco, para que los vapores amoniacales nos den un color azul violáceo, tardando, cuando mucho un minuto, en que aparezca dicho color, ver Fig. II, lámina I.

Las sales cúpricas interfieren, pero pueden ser bloqueadas, por conversión a sal cuprosa, el procedimiento seguido es el siguiente.

En tubo de ensayo se pone la solución reactivo (a) se satura con sulfocianuro de potasio (sólido), agregándose unos cristales de Ioduro de Potasio, se filtra y así en estas condiciones es como se usa para determinar Cd. con Cobre presente, 8 % de Cd en presencia de 273 veces la cantidad de Cobre es el límite.

El plomo también interfiere, el cual se bloquea utilizando el mismo reactivo de arriba; ya que el ioduro de plomo (insoluble) nos queda en el centro del papel.

mientras que el Cd. se desplaza hacia fuera. 8 γ de Cadmio en 80 veces la cantidad de plomo como limite.

El Mercurio no interfiere si se sigue el procedimiento expuesto al principio: 4 γ de cadmio en presencia de 33 veces la cantidad de Mercurio es el limite.

As.—ARSENICO.

I.—Experiencia llevada a cabo con Nitrato de Plata.

- Reactivos a) Amoniaco.
b) Solución de Nitrato de Plata al 1%.
c) Agua oxigenada.

Límite de Identificación 6 γ de ac. Arsénico.

Método

Una gota de la mezcla de los cationes se depositó en un papel filtro seguida de otra gota del reactivo (b) y otra gota de ac. Acético dándonos un anillo de color rojo de Arseniato de Plata, ver Fig. 12 lámina I.

Suponiendo que no tengamos el Arsénico como arseniato lo que se hace es tomar una gota de la solución problema y depositarla en un vidrio de reloj, al cual se le agrega amoniaco y agua oxigenada y se calienta, en seguida se toma una gota de esta solución y se procede como arriba.

Sb.—Antimonio.

I.—Experiencia llevada a cabo con ácido fosfomolibdico.

Reactivo: a) Solución al 5% de ácido fosfomolibdico.

Límite de Identificación 0.2 γ de Antimonio.

Método

Una gota de la solución problema la cual contiene

la mezcla de cationes se deposita en un papel filtro, el cual ha sido impregnado con la solución reactivo (a), en seguida es expuesto sobre vapor, como a los dos minutos aparece un color azul, ver Fig. 13, lámina 1.

El molibdeno cuando se encuentra en su forma compleja de ac. molibdico aumenta su actividad, y así es más fácil de que pueda ser reducida a molibdeno de color azul.

El estaño si se encuentra al estado de tetravalente no nos interfiere en la reacción.

Sn.—ESTAÑO.

1.—Experiencia llevada a cabo con fosfomolibdato, de amonio.

Reactivos: a) Ac. Fosfomolibdico.

b) Amoniaco.

Límite de Identificación 0. 03 γ de Estaño.

Método

Se impregnó un papel filtro con la solución reactivo (a), en seguida se pone sobre vapores amoniaca-les con el objeto de que se nos forme el fosfomolibdato de amonio. Se puede hacer varios papeles y guardarlos en su botella oscura. En seguida se deposita una gota de la mezcla de cationes y formándose inmediatamente un anillo de color azul, ver Fig. 14, lámina 1.

Es necesario que el estaño exista como cloruro estañoso, aquí se aprovecha el hecho de que el estaño no solamente reduce el ac. fosfomolibdico, sino que también lo hace con el fosfomolibdato de amonio para darnos el azul de molibdeno, y esta propiedad es aprovechada para investigar estaño en presencia de antimonio, ya que este último no da reacción positiva con las sales del ac. fosfomolibdico.

En el caso de que el estaño existiera al estado tetravalente, lo que se hace es reducirlo con Zinc, y unas gotas de ac. Clorhídrico y se procede como arriba.

Fe. FIERRO.

1.—Experiencia llevada a cabo con ferrocianuro de Potasio.

Reactivo: a) Ferrocianuro de potasio.

Límite de Identificación: 0.1 γ de Férrico.

Método

Se coloca una gota de la mezcla de cationes con un capilar en un papel filtro, en seguida se le agrega otra gota de la solución reactivo (a) y nos dará un anillo azul de ferrocianuro de fierro, ver Fig. 15, lámina 1.

Esta reacción se hace en solución ácida.

2.—Experiencia con sulfocianuro de potasio.

Reactivo: a) Solución al 1% de Sulfocianuro de Potasio.

Límite de Identificación: 0.25 γ de Fierro.

Método

Una gota de la solución con la mezcla de cationes, seguida de otra de la solución reactivo (a), nos dará un anillo de color rojo de Sulfocianuro de Fierro, ver Fig. 16 lámina 1.

El Cobalto, Niquel y Cromo nos reducen un poco la sensibilidad debido al color que nos dan con Tiocinato de Potasio.

Al.—ALUMINIO.

1.—Experiencia llevada a cabo con Alizarina.

Reactivos: a) Papel alizarina.—Unos papeles filtros son impregnados en una solución saturada alcohólica de alizarina se secan y se guardan en una botella.

b) Amoniaco.

Límite de Identificación: 0.15 γ de Aluminio.

Método

Se toma un papel alizarina ya preparado (a) en seguida se deposita una gota de la mezcla de cationes y se pone sobre vapores amoniacales dándonos un anillo violeta. Desapareciendo el color violeta cuando se seca, quedándonos el color rojo de la laca de aluminio, ver Fig. 17 lámina I.

El Hierro, Cromo y Manganeso nos dan lacas coloreadas con la alizarina, para evitar que nos interfieran lo que se hace es bloquearlos con ferrocianuro de potasio, precipitándose estos tres y el aluminio queda disuelto, quedándonos el Aluminio alrededor del precipitado, en seguida se agrega una gota de agua destilada con el objeto de que todo el aluminio se desplace hacia fuera y se procede como arriba.

Cr.—CROMO.

1.—Experiencia llevada a cabo con Cromato de Plata o Plomo.

- Reactivos: a) Solución de Acetato de Plomo.
- b) Solución de Nitrato de Plata.
- c) Acido Acético.
- d) Solución de Hidróxido de Sodio.

Límite de Identificación: 6 γ de Cromo.

Método

Tomé una gota de la solución problema, en seguida le agregué una gota solución (a) o (b), acidificada con ac. acético, dándonos un anillo rojo de cromato de plata, o amarillo de cromato de plomo, ver Fig. 18 lámina I.

Si el Cromo no existe como cromato lo que se hace es oxidarlo, una gota de la mezcla de cationes se deposita en papel filtro seguida de otra de sosa y se expone a vapores de Bromo, en seguida se procede como arriba.

2.—Experiencia llevada a cabo con Bencidina.
Reactivos: a) Solución de ácido acético en bencidina.

b) Solución de peróxido de Sodio, preparada al momento.

Límite de Identificación: 0.25 % de Cromo.

Método

Una gota de la solución conteniendo la mezcla de cationes se le agrega una gota de la solución (b) concentrada seguida de otra de la solución reactivo (a) nos dará un anillo de color azul, ver Fig. 19 lámina I.

Cuando exista Manganeso hay que bloquearlo ya que este nos interfiere en el Método seguido. Lo que se hace es tomar una gota de la mezcla de cationes, depositándola en un vidrio de reloj en seguida se le agrega un poco de peróxido de Sodio sólido, se toma una gota que contenga el precipitado suspendido, depositándola en un papel filtro, formándose dos zonas, la oscura y la incolora que es donde existe el Cromo en seguida se agrega una gota de la solución reactivo (a) dándonos el color azul.

Ni.—NIQUEL.

1.—Experiencia llevada a cabo con Dimetil glioxima.

Reactivos: a) Solución alcohólica al 1% de Dimetil glioxima.

Límite de Identificación 0.16 % Niquel.

Método

Una gota de la solución que contiene la mezcla de cationes, seguida de otra de solución reactivo (a) y otra de amoníaco, nos dará un anillo de color rojo, ver Fig. 20 lámina I.

Esta reacción se puede llevar a cabo en medio amoniacal o neutro; si la precipitación la llevamos a cabo con Amoníaco, es conveniente que cuando existen otros elementos que nos precipitan, agregarle tartratos, o cianuros.

La solución se hace más sensible cuando se usa una solución caliente y saturada en acetona.

Co.—COBALTO.

1.—Experiencia llevada a cabo con α nitroso β naptol.

Reactivo: a) Se hace una solución, disolviendo 1 gr. de α nitroso β naptol en 50 c. c. acético glacial, y se diluye a 100 c. c. con agua.

Límite de Identificación 0.50 γ de Cobalto.

Método

Se toma una gota de la mezcla de cationes y se deposita en un papel filtro, en seguida se deposita una gota de la solución reactivo (a), dándonos un anillo de color café anaranjado, ver Fig. 21 lámina I.

Las sales de Hierro nos interfieren en esta reacción, hay necesidad por tanto de bloquearlas, con fosfato de sodio, formándose los fosfatos de fierro el cual no da la reacción; y el fosfato de Cobalto; siendo que éste si nos da positiva la reacción. En estas condiciones 0.21 γ de Cobalto pueden ser determinadas en presencia de 1,850 veces la cantidad de Hierro.

El Cobre también nos interfiere, pero como se ha separado previamente, no nos importa su existencia.

2.—Experiencia llevada a cabo con sulfocianuro en Acetona.

Reactivo: a) Solución saturada de sulfocianuro en acetona.

Límite de Identificación 0.5 γ de Cobalto.

Método

Bajo ciertas condiciones puede ser específica esta reacción. Se toma una gota de la solución la cual contiene la mezcla de cationes, seguida de otra gota de la solución reactivo (a) dándonos inmediatamente un anillo azul, ver Fig. 22 lámina I.

Las sales de Hierro y Cobre nos interfieren, ya que como existe sulfocianuro, el hierro nos da rojo y el cobre café; pero estos cationes pueden ser bloqueados y así no nos interfieren.

Para el hierro es suficiente con tartrato, el cual ya no da positiva la reacción.

Para el cobre, como ya se ha dicho queda en la separación del 2o. grupo, pero en caso de que no se haga dicha separación lo que se hace es pasarlo a sal Cuprosa. Las sales de Niquel interfieren únicamente en grandes cantidades debido a su color azul.

Mn.—MANGANESO.

1.—Experiencia llevada a cabo con Bencidina.

a) Solución 0.05 N de Na OH.

Reactivos: b) Solución 0.05 gr. de Bencidina se disuelven en 10 c. c. de ac. acético y se diluye a 100 c. c. con agua.

Límite de Identificación: 1 % de Manganeso.

Método

Interfieren algunos elementos pero con ciertas modificaciones es específica.

Una gota de la solución que contiene la mezcla de cationes se deposita en un papel filtro, una gota de la solución (a) seguida de la solución reactivo (b), dándonos inmediatamente un color azul, el cual cuando se seca desaparece, ver Fig. 23 lámina I.

El método seguido arriba no puede ser llevada a cabo en presencia de cromatos, ferricianuros Cobalto y Plata.

También se ha visto que algún hidróxido reduce la sensibilidad; como en el caso del hidróxido de fierro, el cual se bloquea agregándole sal de Rochelle, 1 7 de Mn. en presencia de 1,000 veces la cantidad de fierro.

El Cobalto es bloqueado, agregándole Cianuro de Potasio caliente, formándose un complejo $K_3(CO(CN)_6)$, un exceso de cianuro interfiere, ya que se forma un complejo de manganeso el cual es destruido con unas gotas de ácido clorhídrico; el complejo de Cobalto permanece inalterable 0.5 7 Mn. en presencia de 1,200 veces la cantidad de Cobalto.

El Cobre se evita con el Cianuro de Potasio 1.6 7 de Mn. en presencia de 500 veces la cantidad de cobre.

La plata se precipita como cloruro.

2.—Experiencia llevada a cabo con las sales amoniacales de plata.

Reactivo (a) Unos cristales de nitrato de plata se disuelven en agua con amoníaco concentrado hasta su disolución del precipitado y después es agregado un volumen igual.

Límite de Identificación 0.7 7 de Manganeso.

Método

Esta reacción puede ser llevada a cabo en presencia de todo el tercer grupo decreciendo su sensibilidad con la formación de los hidróxidos.

Una gota de la solución conteniendo la mezcla de cationes seguida de otra gota de la solución reactivo (a) nos forma un anillo de color negro, ver Fig. 24 lámina 1.

Zn.—ZINC.

1.—Experiencia llevada a cabo con Tiocianato de Mercurio y Cobalto.

Reactivos: a) Solución de Sulfato de Cobalto al 0.02%.

b) 9 gr. de Tiocianato de Amonio, y 8 gr. de Cloruro Mercuríco disueltos en 100 c. c. de agua.

Método

Bajo ciertas condiciones puede ser específica esta reacción. Se toma una gota de la solución la cual contiene la mezcla de cationes, seguida de otra gota de la solución reactivo (a) dándonos inmediatamente un anillo azul, ver Fig. 22 lámina I.

Las sales de Hierro y Cobre nos interfieren, ya que como existe sulfocianuro, el hierro nos da rojo y el cobre café; pero estos cationes pueden ser bloqueados y así no nos interfieren.

Para el hierro es suficiente con tartrato, el cual ya no da positiva la reacción.

Para el cobre, como ya se ha dicho queda en la separación del 2o. grupo, pero en caso de que no se haga dicha separación lo que se hace es pasarlo a sal Cuprosa. Las sales de Niquel interfieren únicamente en grandes cantidades debido a su color azul.

Mn.—MANGANESO.

I.—Experiencia llevada a cabo con Bencidina.

a) Solución 0.05 N de Na OH.

Reactivos: b) Solución 0.05 gr. de Bencidina se disuelven en 10 c. c. de ac. acético y se diluye a 100 c. c. con agua.

Límite de Identificación: 1 % de Manganeseo.

Método

Interfieren algunos elementos pero con ciertas modificaciones es específica.

Una gota de la solución que contiene la mezcla de cationes se deposita en un papel filtro, una gota de la solución (a) seguida de la solución reactivo (b), dándonos inmediatamente un color azul, el cual cuando se seca desaparece, ver Fig. 23 lámina I.

El método seguido arriba no puede ser llevada a cabo en presencia de cromatos, ferricianuros Cobalto y Plata.

También se ha visto que algún hidróxi lo reduce la sensibilidad; como en el caso del hidróxido de fierro, el cual se bloquea agregándole sal de Rochelle. 1 % de Mn. en presencia de 1,000 veces la cantidad de fierro.

El Cobalto es bloqueado, agregándole Cianuro de Potasio caliente, formándose un complejo $K_3(CO(CN)_6)$, un exceso de Cianuro interfiere, ya que se forma un complejo de manganeso el cual es destruido con unas gotas de ac. clorhídrico; el complejo de Cobalto permanece inalterable 0.5 % Mn. en presencia de 1,200 veces la cantidad de Cobalto.

El Cobre se evita con el Cianuro de Potasio 1.6 % de Mn. en presencia de 500 veces la cantidad de cobre.

La plata se precipita como cloruro.

2.—Experiencia llevada a cabo con las sales amoniacales de plata.

Reactivo (a) Una cristales de nitrato de plata se disuelven en agua con amoníaco concentrado hasta su disolución del precipitado y después es agregado un volumen igual.

Limite de Identificación 0.7 % de Manganeso.

Método

Esta reacción puede ser llevada a cabo en presencia de todo el tercer grupo decreciendo su sensibilidad con la formación de los hidróxidos.

Una gota de la solución conteniendo la mezcla de cationes seguida de otra gota de la solución reactivo (a) nos forma un anillo de color negro, ver Fig. 24 lámina I.

Zn.—ZINC.

1.—Experiencia llevada a cabo con Tiocinato de Mercurio y Cobalto.

Reactivos: a) Solución de Sulfato de Cobalto al 0.02%.

b) 9 gr. de Tiocianato de Amonio, y 8 gr. de Cloruro Mercúrico disueltos en 100 c. c. de agua.

También se ha visto que algún hidróxido reduce la sensibilidad; como en el caso del hidróxido de fierro, el cual se bloquea agregándole sal de Rochelle. 1 γ de Mn. en presencia de 1,000 veces la cantidad de fierro.

El Cobalto es bloqueado, agregándole Cianuro de Potasio caliente, formándose un complejo $K_3(CO(CN)_6)$, un exceso de Cianuro interfiere, ya que se forma un complejo de manganeso el cual es destruido con unas gotas de ac. clorhídrico; el complejo de Cobalto permanece inalterable 0.5 γ Mn. en presencia de 1,200 veces la cantidad de Cobalto.

El Cobre se evita con el Cianuro de Potasio 1.6 γ de Mn. en presencia de 500 veces la cantidad de cobre.

La plata se precipita como cloruro.

2.—Experiencia llevada a cabo con las sales amoniacales de plata

Reactivo (a) Unos cristales de nitrato de plata se disuelven en agua con amoníaco concentrado hasta su disolución del precipitado y después es agregado un volumen igual.

Límite de identificación 0.7 γ de Manganeso.

Método

Esta reacción puede ser llevada a cabo en presencia de todo el tercer grupo decreciendo su sensibilidad con la formación de los hidróxidos.

Una gota de la solución conteniendo la mezcla de cationes seguida de otra gota de la solución reactivo (a) nos forma un anillo de color negro, ver Fig. 24 lámina I.

Zn.—ZINC.

1.—Experiencia llevada a cabo con Tiocinato de Mercurio y Cobalto.

Reactivos: a) Solución de Sulfato de Cobalto al 0.02%.

b) 9 gr. de Tiocianato de Amonio, y 8 gr. de Cloruro Mercúrico disueltos en 100 c. c. de agua.

Límite de Identificación. 0.20 γ Zinc.

Método

La existencia de fierro interfiere pero bajo ciertas modificaciones es específica.

Se toma una gota de la solución con la mezcla de cationes y se deposita en un vidrio de reloj, seguida de otra del reactivo (b) y otra gota de la solución (a) se agita dándonos un precipitado de color azul cuando mucho tarda 2 minutos, pero casi siempre da inmediatamente. En ausencia de Zinc la precipitación se empieza a notar después de 2 ó 3 minutos. Es de recomendarse que se corra un blanco, ver Fig. 25 lámina I.

Para este catión se aconseja ayudarse con otra clase de reacciones.

Ba.—BARIO.

I.—Experiencia llevada a cabo por la precipitación del sulfato de Bario en presencia de Permanganato.

Reactivos: a) Papel impregnado con solución de sulfato de Sodio, se pueden guardar en botellas.

b) Solución saturada de Permanganato.

c) Agua que contenga en Solución ac. Sulfuroso.

Límite de Identificación 5 γ de Bario.

Método

Aquí se aprovecha el hecho de que el permanganato retenido por el Sulfato de Bario es muy resistente a los agentes reductores que lo atacan.

Unas gotas de la solución que contenga la mezcla de cationes se deposita en un vidrio de reloj, seguida de otras dos o tres gotas de la solución reactivo (b), de esta solución se toma una gota y se deposita en un papel filtro (a), se seca, formándose una mancha café debida a la reducción del permanganato a bióxido de manganeso por la celulosa. Después se le agrega unas

gotas de la solución reactivo (c) hasta desaparición del color café, quedándonos alrededor de la gota, donde se nos forma el sulfato de Bario un anillo violáceo, debido al permanganato, ver Fig. 26 lámina 1.

Ca.—CALCIO.

1.—Experiencia llevada a cabo con Ferrocianuro de Amonio.

Reactivos: a) Solución de Ferrocianuro de Amonio.

Límite de Identificación 25 γ de Calcio.

Método

Esta reacción tiene la desventaja de que el Magnesio se comporta muy parecido al calcio; pero si se separa el 4o. grupo del 5o. grupo por precipitación con Carbonato de Amonio nos queda específica, una gota de la solución que contenga la mezcla de cationes se deposita en un vidrio de reloj, con otra gota de la solución reactivo (a) concentrada, y otra de alcohol, formándose un precipitado blanco. Esta determinación no se hace en papel filtro, porque casi no se vería el anillo blanco formado.

El Bario solamente es precipitado de sus soluciones concentradas.

Sr.—ESTRONCIO.

Para este catión no encontré ninguna reacción favorable para su investigación así que se tendrá que hacer la reacción a la flama, la cual es muy sensible además de poderse hacer directamente de la sal.

También se aconseja para el calcio y Bario ayudarse con sus reacciones a la flama.

Mg.—MAGNESIO.

1.—Experiencia llevada a cabo con Amarillo de Titanio.

Reactivos: a) Solución al 0.1% de Amarillo Titanio.

b) Solución 0.1 N de Hidróxido de Sodio.

Límite de Identificación 1.5 γ de Magnesio.

Método

Interfieren algunos elementos como Zinc, Cadmio Níquel y Cobalto; pero haciendo ciertas modificaciones nos resulta específica.

Una gota de la solución que contiene la mezcla de cationes la deposité en un papel filtro, seguida con otra gota de las soluciones reactivas (a) y otra de (b) dándonos un anillo del anaranjado al rojo, ver Fig. 27 lámina I.

Esta reacción el color desarrollado no se debe únicamente a la formación de una solución de Magnesio, sino a la adsorción del colorante sobre el hidróxido de Magnesio.

La interferencia del Zinc, Cadmio, Níquel y Cobalto es prevenida agregando Cianuro de Potasio, el cual nos forma cianuros complejos, los cuales dan negativa la reacción, se recomienda hacer un blanco cuando exista Cianuro de Cobalto ya que este es de color amarillo.

Na.—SODIO.

1.—Experiencia llevada a cabo con acetato de Uranilo y Zinc.

Reactivos: a) 10 gr. de acetato de Uranilo son disueltas calentando en 6 gr. de ac. acético al 30% y diluir con agua a 50 c.c sol. 1,30 gr. de Zinc son agi-

tados con 3 gr. de acético al 30% y diluídas a 50 c. c. sol. 2, se mezclan las dos soluciones 1 y 2.

Límite de Identificación 30 γ de Na.

Método

Una gota de la solución que contiene la mezcla de cationes es depositada en un papel filtro, en seguida se le agregan unas tres gotas del reactivo (a) dándonos un anillo de color amarillo, esta reacción se recomienda llevarse a cabo en un vidrio de reloj, ya que en esta forma se puede agitar y es más sensible, 92.5 γ de sodio como límite. La solución problema debe estar neutra o con ac. acético.

K.—POTASIO.

1.—Experiencia llevada a cabo con cobaltinitrito de Sodio y nitrato de plata.

Reactivo: a) Cobaltinitrito de Sodio sólido.

b) Solución al 0.05% de Nitrato de Plata.

Límite de Identificación 1 γ K.

Método

El objeto del nitrato de plata es que hace a la reacción más sensible, ya que se incrementa el peso molecular, al substituir la plata al sodio.

Una gota de la solución que contenga la mezcla de cationes se coloca en un vidrio de reloj seguida con otra gota de la solución reactivo (b) y un gramo del reactivo (a), y da un precipitado amarillo.

AMONIO.

1.—Experiencia llevada a cabo con Sosa.

Reactivo: a) Solución 2 N de Hidróxido de Sodio.

Límite de Identificación 0.01 γ de Amonio.

Método

Una gota de la solución que contenga la mezcla de cationes o en su defecto de sal sólida (directamente se deposita en un vidrio de reloj se trata con unas gotas del reactivo (a), se calienta un poco e inmediatamente nos da un olor característico, además un papel tornasol lo cambia a color azul; hay que tener cuidado de que no toque la solución al papel porque sino se estaría cometiendo un error, ya que el cambio se debía al Hidróxido de sodio.

CAPITULO IV.
CONCLUSIONES

De las pruebas mencionadas en los capítulos anteriores se pueden sacar las siguientes conclusiones:

1. Creo que es posible hacer un análisis completo de los cationes comunes de los cinco grupos de la marcha de Bunsen por medio del papel cromatográfico. Desde luego que hay algunos otros reactivos que quizá nos dieran reacciones más sensibles pero dado que no estuvieron a mi alcance el conseguirlas, no hice pruebas con estas. Así por lo tanto creo que este tema aún no está agotado con lo que respecta a los reactivos usados.

2. Para que este análisis se ejecute con facilidad y las pruebas se obtengan con la mayor claridad, de preferencia debe hacerse una separación de los cationes por grupos de la manera clásica.

3. Aunque estas pruebas en general se obtuvieron con bastante seguridad, yo aconsejaría que se corrieran en algunas ocasiones unos blancos.

4. De las pruebas que indiqué para cada catión, la que recomiendo con más seguridad y por las pruebas que ejecuté y cuyos resultados acompañé en el grabado se indicará a continuación cuales son las mejores.

PLATA

En el caso de este catión los resultados que obtuve en el laboratorio para las dos reacciones fueron las siguientes: La del cromato y la de la *n*. dimetilamino benzildieno rodanina me dieron resultados bastantes semejantes en cuanto a claridad y sensibilidad; pero dado que la manipulación para la reacción del cromato es más fácil, recomiendo seguir esta reacción.

PLOMO

Para el caso de este catión las observaciones que

obtuve en el laboratorio me dieron como resultado que la reacción más aceptable por la efectividad de sus resultados fué la del cloruro estanoso con Ioduro de Potasio.

MERCURIO

Los resultados para este catión con sus tres reacciones fueron las siguientes: con la difenil carbazida y la p. dimetilamino bencildieno rodanina me dieron resultados bastantes semejantes en cuanto a claridad y sensibilidad; con la del cloruro estanoso con anilina lo único que tiene es que su sensibilidad es menor; así que recomiendo que se puede seguir cualquiera de las dos primeras reacciones.

Cuando se investigue el catión mercurioso la reacción que recomiendo es la de la difenil carbazida.

BISMUTO

En este catión las observaciones que obtuve en el laboratorio para sus dos reacciones fueron las siguientes:

La reacción de la Cinconina nos da resultados más claros que con la del estanito además la primera reacción presenta la ventaja de que se pueden investigar al mismo tiempo el Cobre, Cadmio y Mercurio (ico), así que recomiendo seguir esta reacción.

COBRE

Para este catión los resultados que obtuve en el laboratorio con la bencidina y el sulfocianuro de mercurio y amonio fueron los siguientes: Las dos reacciones nos dieron separaciones semejantes en cuanto a sensibilidad, con respecto a su claridad y manipulación es mejor la segunda, así por lo tanto recomiendo seguir ésta última.

CADMIO

Para este catión encontré que la reacción de la difenil carbazida es la de mejores cualidades, ya que nos da separaciones más claras y más sensibles.

ARSENICO

La reacción del Nitrato de Plata fué la que me dió resultados más claros, teniendo además una buena sensibilidad.

ANTIMONIO

Para este catión, de las observaciones obtenidas en el laboratorio, recomiendo que se corra un blanco con el objeto de obtener resultados más precisos cuando se haga la reacción del ac. fosfomolibdico, siendo esta la de más claros resultados

ESTAÑO

Para este catión la reacción del fosfomolibdato de amonio fué la que me dió las separaciones más eficientes. Hay que tener presente que el estaño debe ocurrir como cloruro estanoso si no dará negativa la reacción.

FIERRO

Para este catión los resultados obtenidos en el laboratorio fueron los siguientes: Las dos reacciones escogidas me dieron separaciones semejantes en cuanto claridad y sensibilidad así que recomiendo seguir cualquiera de las dos.

ALUMINIO

Para este catión, la reacción de la alizarina fué la que me dió mejores separaciones, pero para que se obtengan mejores resultados aconsejo correr un blanco.

CROMO

De las pruebas que efectué en el laboratorio, obtuve los siguientes resultados: La reacción del Acetato de Plomo o del Nitrato de Plata y la de la bencidina me dieron separaciones semejantes en cuanto a claridad, pero la sensibilidad de ésta última es mejor, pero por trabajos de manipulación recomiendo seguir la primera reacción.

NIQUEL

De los trabajos efectuados en el laboratorio, la reacción de la dimetilgloxima fué la de mejores resultados por su sensibilidad y claridad.

COBALTO

De las pruebas efectuadas en el laboratorio obtuve los siguientes resultados: con la reacción del α nitroso β naftol hay que correr un blanco cuando se investiguen pequeñas cantidades, cosa que no es necesario con la del sulfocianato, las dos reacciones nos dan resultados bastantes semejantes en cuanto a sensibilidad, pero por lo que respecta a claridad es mejor la segunda, así que recomiendo que se siga ésta última.

MANGANESO

De los resultados obtenidos en el laboratorio saco en conclusión que la reacción de la bencidina como con la del complejo de Plata son semejantes en cuanto a sensibilidad, pero por su claridad en la separación es mejor la primera, así que recomiendo que se siga esta reacción.

ZINC

De las observaciones obtenidas en el laboratorio la reacción que me dió los resultados mejores, por la claridad y sensibilidad fué la del tiocianato.

BARIO

Para este catión la reacción que me dió más claras separaciones fué la del sulfato, aconsejo que se ayude con la reacción a la flama.

ESTRONCIO

Para el caso de este catión no se encontró ninguna reacción adecuada, así que aconsejo que se haga la reacción a la flama.

CALCIO

En caso de este catión, la reacción que me dió mejores resultados fué la del ferrocianuro, pero como en el caso anterior hay que ayudarse con su reacción a la flama.

MAGNESIO

De las pruebas llevadas a cabo en el laboratorio dieron como resultado que la reacción que dió mejores separaciones fué la del amarillo titanio.

SODIO

Para este catión fué necesario que su reacción se hiciera en un vidrio de reloj ya que en papel filtro no me dieron resultados satisfactorios.

POTASIO

Como en el caso anterior de las pruebas que hice en el laboratorio obtuve mejores resultados haciendo la reacción en un vidrio de reloj.

AMONIO

No se encontró ninguna reacción adecuada para poder llevarla a cabo en papel filtro.

BIBLIOGRAFIA.

- 1.—ARDER, T. V. New method for the separation, detection and estimation of inorganic compounds *Nature*. CLXII, 691-2, 1946.
- 2.—BLOCK, R. J. Quantitative paper Chromatography, a simplified procedure *Proc. Soc. Exptl. Bic. Med.* LXII 337-41. 1941.
- 3.—BULL, H. B. Filter paper Chromatography *J. Am. Chem. Soc.* LXXI-550-3.
- 4.—BURSTALL, F. H. Y. KREMBER, N. V. Inorganic Chromatography *The Indust. Chemist* XXVI-400-4. 1950.
- 5.—CLAESON, S. Frontal Analysis and displacement development in Chromatography *Ann. N. Y. Acad. Sci.* IL-183. 1948.
- 8.—FRITZ FEIGL. *Qualitative Analysis by Spot Tests* Nordeman Publishing Company. 1937.
- 9.—FRITZ FEIGEL. *Qualitative Analysis by Spot Test.* Elsevier Publishing Company, N. Y., 1946.
- 11.—FIERSON, W. J. Y. AMMONS, M. J. The Separation of Inorganic by paper partition Chromatography. *J. Chem. Educ.* XXVII, 37. 1950.
- 12.—KELLER, G. J. Chromatography on treated filter paper. *J. Am. Chem. Soc.* LXXII, 1867-8. 1950.
- 13.—KOWKABANY, G. N. Y. CASSIDY, H. G. Investigation of paper, strip Chromatography. *Anal. Chem.* XXII, 817-9. 1950.
- 15.—MARTIN, A. J. P. The principles of Chromatography. *Endeavor*, VI, 21-8. 1947.

16. MARTIN, A. J. P. Partition Chromatography *Ann. N. Y. Acad. Sci.* **11**, 249-64, 1948.
17. MIETTINEN, I. K. Y. VIRTANEN, A. F. A new Technique in paper Chromatography *Acta. Chem. Scand.* **III**, 459-64, 1949.
18. MITCHELL, H. K. Y. HASKINS, E. A. A filter paper "Chromatopile" *Science*, **CX**, 278-9, 1949.
19. MOORE, S. Y. STEIN, W. H. Partition Chromatography of aminoacids on starch. *Ann. N. Y. Acad. Sci.* **11**, 265-78, 1948.
20. MULLER, R. H. Y. CLEGG, D. L. Automatic paper Chromatography. *Anal. Chem.* **XXI**, 1123-5.
21. NACHOD, F. C. Ion change. Academic Press, N. Y., 1949.
22. NICHOLSON, D. F. Modified Technique for the development of paper Chromatograms. *Nature* **CLXIII**, 954, 1949.
23. RICHARD, J. BLOCK. Paper Chromatography a Laboratory Manual. Academic Press, Inc. Publishers, N. Y., 1952.
24. STRAIN, H. H. Chromatography adsorption Analysis. Interscience Publishers, Inc., N. Y., 1945.
25. STRAIN, H. H. Chromatography. *Anal. Chem.* **XXII**, 41-8, 1950.
26. URBACH, K. F. Deposition and Simultaneous concentration of dilute solutions in paper partition chromatography. *Science*, **CIX**, 259-60, 1949.