

5. GRAVE DE PERALTA, M.: "Sedimentación de la pulpa cruda del mineral laterítico del yacimiento de Moa". La Minería en Cuba, vol. 1, no. 2, pp. 36-49, 1975.
6. IRANI, R. R. y C. F. CALLIS: Particle Size: Measurement, Interpretation and Application. John Wiley and Sons, New York, London, 165 pp., 1963.
7. KONDUKOV, J.: "Informe sobre la sedimentación". Biblioteca de la empresa "Comandante Pedro Sotto Alba", Moa-Holguín, 1970.
8. MELA MELA, P.: Tratado de edafología y sus distintas aplicaciones, 2da. ed., Instituto del Libro, La Habana, 615 pp., 1970.
9. QUINTANA PUCHOL, R.: "Algunas consideraciones sobre la distribución granulométrica de la pulpa limonítica cruda en los espesadores de la empresa "Comandante Pedro Sotto Alba", Moa, Exposición en el Segundo Encuentro Científico-Técnico del Níquel: ISNE Moa, 1983.
10. SCHIRIKOVA, I. Y.: "Informe geológico". Empresa "Comandante Pedro Sotto Alba". Moa-Holguín, 1966.
11. SOBOL, S. I.: "Propiedades reológicas de las pulpas del mineral laterítico". La Minería en Cuba, vol. 4, no. 2, pp. 34-44, 1978.

CDU: 546.732:543.2 (729.1)

ESTUDIO SOBRE DETERMINACION POLAROGRAFICA DE COBALTO DIVALENTE

RESUMEN

En este trabajo se realiza un estudio sobre el comportamiento polarográfico de cobalto divalente, utilizando O-fenilendiamina como agente complejante.

Se selecciona el nitrato de potasio 0,1 M, entre los diferentes electrolitos soportes investigados, como el más adecuado para el desarrollo de la onda del complejo estudiado.

Se reportan, a partir del registro polarográfico de este sistema, dos ondas, una anódica a -0,13 V vs. E.C.S y otra catódica a -1,08 V vs. E.C.S.; esta última fue seleccionada para las determinaciones cuantitativas.

Se estudia la influencia del pH sobre la estabilidad del complejo y se determina también la dependencia lineal entre la corriente de difusión en un intervalo adecuado.

О ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКОМ ОПРЕДЕЛЕНИИ ДВУХВАЛЕНТНОГО КОБАЛЬТА

Резюме

Проводится изучение полярографического поведения двухвалентного кобальта, используется как комплексный реактив о-фенилендиамин. Между различными изучаемыми электролита-опорами выбирается 0,1 азотно-кислый натрий, как более подходящий для получения волн изучаемого комплекса.

Выбираются две волны на регистре полярографического регистра этой системы, одна анодная с - 0,13 в. vs. E.S. Си друга катодная с - 1,08 в vs. E.S.C. Эта последняя используется для количественного вывода, и затем производится изучение действия показателя концентрации водородных ионов на устойчивость комплекса, а также определяется линейная зависимость между током диффузии и концентрации на определенном интервале.

STUDY ABOUT THE POLAROGRAPHIC DETERMINATION OF BIVALENT COBALT

ABSTRACT

This work deals with the study of the polarographic behavior of bivalent cobalt, using o-phenyldiamine as complexing reagent.

The solution of potassium nitrate 0.1 M was chosen as the most adequate, among the different supporting electrolytes tested, for the development of the wave of the studied complex.

Two waves from the polarographic register of this system are reported - one anodic wave at - 0.13 V vs. E.C.S and another cathodic wave at - 1.08 V vs. S.C.E., the latter was selected for quantitative determinations.

The pH influence on the stability of the complex is studied and it is determined also the linear dependence between the diffusion current and concentration, in an adequate interval.

ESTUDIO SOBRE DETERMINACION POLAROGRAFICA DE COBALTO DIVALENTE

Dr. Guillermo Aguilera Maceiras, Profesor Titular

Lic. Gloria Galano Lajús, Asistente
Facultad de Química
Universidad de Oriente

DESARROLLO

MATERIALES Y METODOS

Se utilizaron soluciones de acetato de cobalto 0,1 M y 0,005 M, o-fenilendiamina 0,1 M, nitrato de potasio 0,1 M, sulfato de potasio 0,1 M, cloruro de potasio 0,1 M y gelatina al 0,5 %; se emplearon para las mismas productos con una óptima calidad.

Para los registros polarográficos se empleó un polarógrafo Sargent Modelo XXI, usándose un electrodo de gotas de mercurio de 10 cm de longitud y 0,08 mm de diámetro interno como indicador, y como referencia el de calomel saturado construido en la propia celda polarográfica tipo Kalousek, la cual fue utilizada en todas las determinaciones.

El oxígeno disuelto se elimina por burbujeo de nitrógeno purificado, durante diez minutos. Las mediciones de pH se realizaron en un pH-metro modelo 25 de la República Popular China.

Para la selección del medio se prepararon soluciones que contenían 0,5 ml de o-fenilendiamina 0,1 M, completándose hasta 25 ml con cloruro, sulfato o nitrato de potasio 0,1 M, según el caso.

Para el registro de las ondas polarográficas de cobalto en los diferentes medios, se prepararon soluciones iguales a las anteriores, pero añadiendo 0,2 ml de solución 0,1 M de cobalto y cantidades adecuadas de gelatina al 0,5 %, para eliminar los máximos.

Las ondas polarográficas fueron obtenidas a partir de soluciones de la siguiente composición: 0,2 ml de acetato de cobalto 0,1 M; 2 ml de o-fenilendiamina 0,1 M y 0,2 ml de gelatina al 0,5 %, completándose hasta un volumen de diez ml con solución de nitrato de potasio 0,1 M.

Para la curva de calibración se prepararon soluciones en el intervalo de concentración de cobalto comprendido entre $0,5-4,5 \times 10^{-4}$ M, para lo cual se midieron con exactitud los volúmenes correspondientes de solución de cobalto 0,005 M, adicionándose 1 ml de o-fenilendiamina y gotas de gelatina, completándose a un volumen de diez mililitros con nitrato de potasio 0,1 M.

RESULTADOS Y DISCUSION

Selección del medio

Se registraron polarogramas de la o-fenilendiamina en los diferentes electrólitos soportes, tales como cloruro, sulfato o nitrato de potasio; no observándose efectos

a través de todo el intervalo del potencial aplicado hasta el punto donde ocurre la reducción del catión del electrólito.

Se obtiene el complejo de cobalto con o-fenilendiamina en los diferentes medios según se describe en la parte experimental, realizándose los registros polarográficos correspondientes. Los resultados obtenidos se comparan con los observados para cobalto divalente en estos medios. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

TABLA 1. Potenciales de media onda observados en los diferentes medios.

Electrólito soporte	Cobalto II (E½ v. vs. E.S.C.)	Cobalto en presencia de o-fenilendiamina	E½
K ₂ SO ₄	- 1,30	- 1,10	0,20
KCl	- 1,31	- 1,09	0,22
KNO ₃	- 1,35	- 1,07	0,28

Puede observarse un desplazamiento de los potenciales de media onda desde 200 a 300 mV entre los diferentes medios por la formación de un complejo de cobalto con o-fenilendiamina, en las condiciones bajo las cuales se realizan estos experimentos.

Se selecciona el nitrato de potasio como el electrólito soporte más adecuado, porque además de ocurrir el mayor desplazamiento de potencial, es en este medio donde se obtienen las ondas del complejo más simétricas y de fácil medición.

Ondas polarográficas

Al realizar el registro polarográfico, aparecen en el polarograma dos ondas: una anódica y otra catódica, según pueden observarse en la Figura 1.

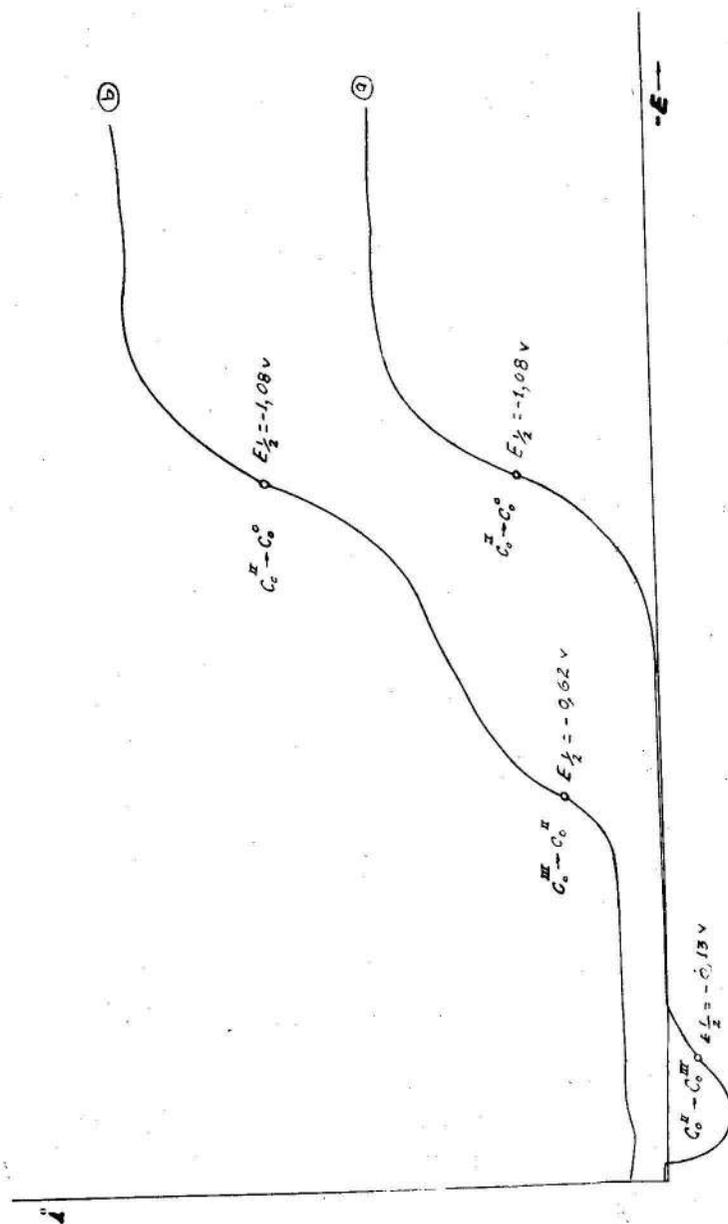


Fig. 1. Ondas polarográficas de cobalto en medio de o-fenilendiamina.

La onda anódica (curva a) a un valor de potencial de media onda de $-0,13$ v. vs. E.S.C. corresponde a la oxidación del complejo de cobalto divalente; la onda catódica con un valor de potencial de media onda de $-1,08$ v. vs. E.S.C. corresponde a la reducción del complejo de cobalto divalente.

El cobalto divalente complejado con o-fenilendiamina se comporta de manera semejante que la mayoría de los complejos aminados de este catión; se oxida a cobalto trivalente por acción del oxígeno del aire, y en este caso, por efecto de la oxidación, produce otra onda catódica a un valor de potencial de media onda de $-0,62$ v. vs. E.S.C. (curva b del mismo gráfico), lo cual corresponde a la reducción electroquímica del complejo oxidado.

La oxidación de cobalto divalente en este medio, por acción del oxígeno del aire, es sumamente lenta, lo cual es comprobado experimentalmente al variar el tiempo de exposición al aire de las soluciones, por más de 24 horas (ver Figura 2).

No se recomienda la utilización de la onda catódica para fines analíticos, a partir de la oxidación espontánea al aire debido a la lentitud de la reacción de oxidación.

Se selecciona la segunda onda catódica, la más negativa, como la de mejores posibilidades de aplicación para el análisis cuantitativo, la cual comparada con la onda anódica resulta de fácil obtención, es más simétrica y su altura para la misma concentración de cobalto es prácticamente el doble, según lo esperado, ya que se trata de un proceso donde intervienen dos electrones. No obstante, la onda anódica también podría ser utilizada para determinaciones analíticas, dado su potencial de media onda relativamente positivo, lo cual posibilitaría la determi-

nación de cobalto en presencia de otros elementos que tuvieran potenciales de media onda más negativos.

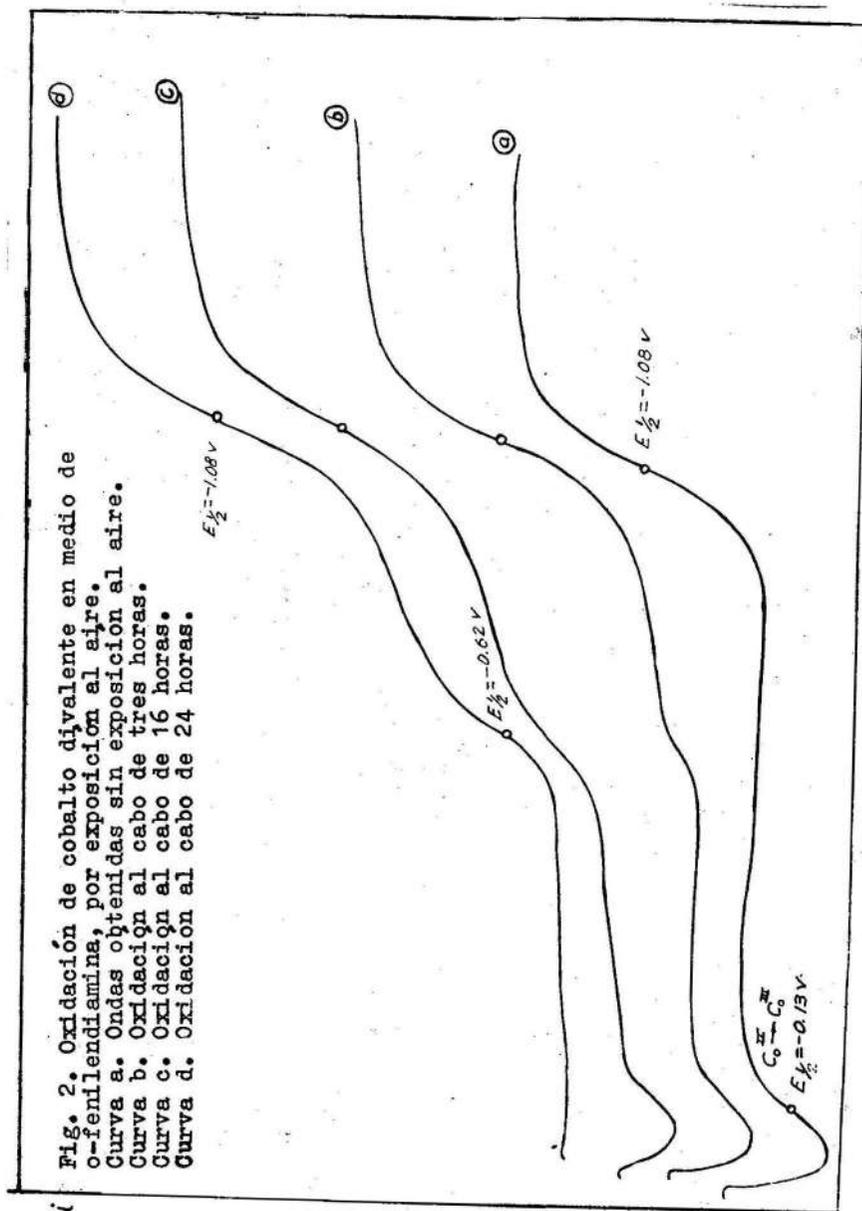
Influencia del pH del medio.

Se realizaron ensayos de la influencia del pH del medio sobre la altura y el potencial de media onda del complejo, para lo cual se prepararon soluciones a diferentes valores de pH desde el valor de pH 3 hasta pH 8, observándose que tanto el potencial de media onda como la altura de la onda polarográfica del complejo varían con los distintos valores de pH, según puede observarse en la Figura 3.

Al disminuir el valor pH de la solución desde valores de 5,3 hasta 3, la altura de la onda disminuye progresivamente hasta desaparecer.

Puede observarse además como aparecen máximos, los cuales son eliminables con mayores cantidades de solución de gelatina. Simultáneamente va apareciendo una segunda onda a potenciales más negativos, identificada como la onda de reducción de cobalto divalente en medio nitrato de potasio 0,1 M. En la zona de pH comprendida entre valores 5,7 y 6,9 no se observan variaciones de la onda; a valores de pH mayores que 7 se produce la destrucción del complejo por precipitación del hidróxido de cobalto.

De las variaciones de la altura de la onda, ocasionada por los cambios de pH, se deduce que a partir del valor 5,5 comienza la destrucción del complejo y que el intervalo comprendido entre 5,7 y 7 corresponde a la zona de mayor estabilidad del mismo.



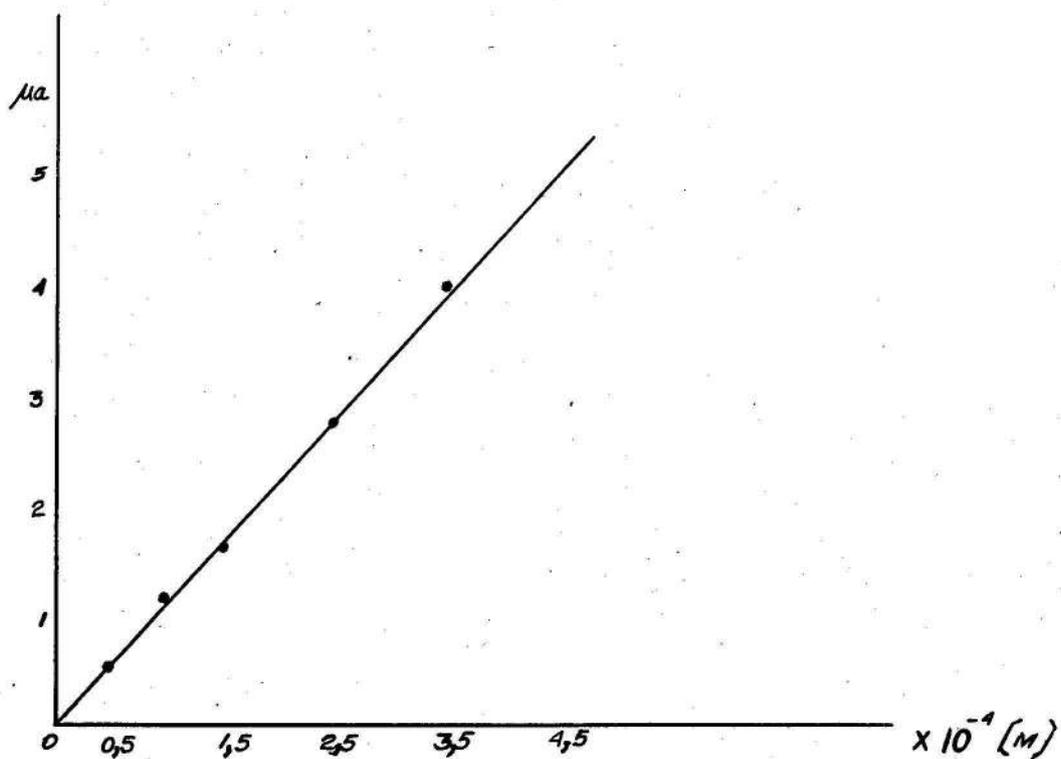
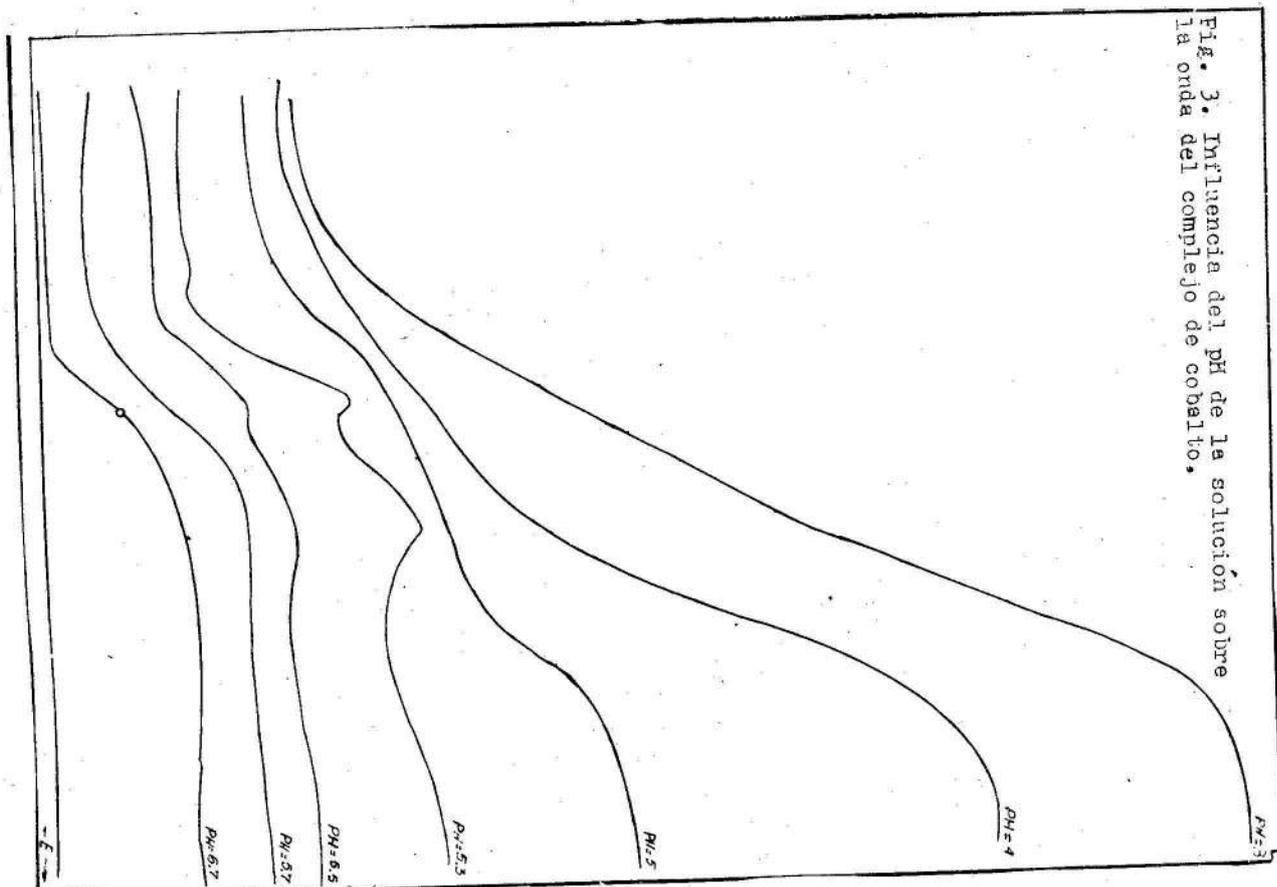


Fig. 4. Calibration curve. Dependence of the wave height on the concentration. Height of the mercury column 37 cm; $T = 1,5$ cm; $m = 7,6$ mg/s.

En la Figura 4 se observa una relación lineal entre ambas magnitudes, lo cual está de acuerdo con lo establecido por Ilkovic [2] para los procesos difusivos.

Se escoge el intervalo de concentraciones señalado debido a la posibilidad de aplicar este método a muestras de minerales cubanos.

CONCLUSIONES

Las ondas extremas que se observan en los polarogramas obtenidos en las condiciones experimentales señaladas corresponden respectivamente a la oxidación y reducción del complejo cobalto II -o-fenilendiamina.

Cuando se utiliza la segunda onda catódica, en las condiciones dadas, el cobalto es determinable cuantitativamente en el intervalo de pH comprendido entre 5,7 y 6,9 y en un intervalo de concentración comprendido entre $0,5 \times 10^{-4}$ M y $4,5 \times 10^{-4}$ bajo las condiciones especificadas.

REFERENCIAS

1. DUFF, E. J.: "Complexes of the Benzenediamines. Part I. Some Complexes of Cobalt(II), Nickel(II), and Copper(II) with Benzene-1,2-diamine". Journal of the Chemical Society no. 2, pp. 434-437, 1968.
2. HEYROSKY, J.: Principles of Polarography. Publishing House of the Czechoslovak. Academy of Sciences. Praga, 1965.

ABREVIATURAS

$E_{1/2}$ = potencial de media onda

V vs. E.S.C. = volt contra electrodo saturado de calomel.

CDU: 543.42:547.466.26 (729.1)

EXTRACCION DE NIQUEL (II) Y COBALTO (II) CON ACIDO CAPRILICO EN PRESENCIA DE 2- PICOLINA

RESUMEN

Se estudió la distribución de ácido caprílico entre fase acuosa y cloroformo para conocer su estado de asociación en fase orgánica, en un rango de concentraciones de 0,05-1,2 mol/l. El disolvente utilizado fue cloroformo y como resultado se comprobó que el ácido está parcialmente dimerizado, lo que se comprobó por espectroscopia IR. Se determinó la constante de distribución de la 2-picolina realizando un estudio similar al ácido, con lo que se comprobó que el proceso transcurre mediante una distribución física. Se investigó la influencia de la amina en la distribución del ácido concluyéndose que mejora la capacidad de extracción de este. Se estudió la extracción de níquel(II) y cobalto(II) usando como extrayente ácido caprílico y 2-picolina en cloroformo, comprobándose que dicho sistema presenta posibilidades para la separación parcial de ambos metales.

REVISTA MINERIA Y GEOLOGIA, 3-84