

Tesis de Posgrado

Determinación de arsénico, Yodo y Vanadio en aguas subterráneas de la Provincia de Entre Ríos

Tófalo, Abel Mario

1942

Tesis presentada para obtener el grado de Doctor en Ciencias Químicas de la Universidad de Buenos Aires

Este documento forma parte de la colección de tesis doctorales y de maestría de la Biblioteca Central Dr. Luis Federico Leloir, disponible en digital.bl.fcen.uba.ar. Su utilización debe ser acompañada por la cita bibliográfica con reconocimiento de la fuente.

This document is part of the doctoral theses collection of the Central Library Dr. Luis Federico Leloir, available in digital.bl.fcen.uba.ar. It should be used accompanied by the corresponding citation acknowledging the source.

Cita tipo APA:

Tófalo, Abel Mario. (1942). Determinación de arsénico, Yodo y Vanadio en aguas subterráneas de la Provincia de Entre Ríos. Facultad de Ciencias Exactas y Naturales. Universidad de Buenos Aires. http://digital.bl.fcen.uba.ar/Download/Tesis/Tesis_0279_Tofalo.pdf

Cita tipo Chicago:

Tófalo, Abel Mario. "Determinación de arsénico, Yodo y Vanadio en aguas subterráneas de la Provincia de Entre Ríos". Tesis de Doctor. Facultad de Ciencias Exactas y Naturales. Universidad de Buenos Aires. 1942. http://digital.bl.fcen.uba.ar/Download/Tesis/Tesis_0279_Tofalo.pdf

EXACTAS UBA

Facultad de Ciencias Exactas y Naturales



UBA

Universidad de Buenos Aires

T R A B A J O D E T E S I S

Determinación de Arsénico, Yodo y Vanadio en
aguas subterráneas de la Provincia de Entre Ríos.

Tesis: 279

Abel Mario Tófalo

1942

Introducción.

El presente Trabajo de Tesis, consiste en la determinación de Arsénico, Yodo y Vanadio en aguas subterráneas extraídas de diferentes regiones de la Provincia de Entre Ríos.

El mismo se ha realizado siguiendo este plan:

Primeramente se ha efectuado un ensayo de los distintos métodos que se aplican a la determinación de cada uno de los elementos en estudio, cuyas técnicas se describen en cada caso, para luego elegir, de entre ellos, aquél que aconsejen precisamente los ensayos realizados, teniendo en cuenta las ventajas e inconvenientes de cada uno de los mismos, el error, como se puede apreciar en las curvas correspondientes etc. Elegido, pues, el método que los ensayos previos realizados, indican como el más conveniente, se lo ha aplicado a la determinación de los tres elementos citados: Arsénico, Yodo y Vanadio.

Complementariamente a éstas, se han hecho dos nuevas determinaciones: Una de ellas es la del Hierro, elemento que interfiere en la determinación del Vanadio, por producir una coloración verde, soluble en alcohol amílico, que enmascara la coloración rojiza del complejo del Vanadio con la o-oxiquinoleína, igualmente soluble en alcohol amílico, base de la reacción para su determinación, según el método de Bach y Trelles. Por lo tanto, si existe Fe en la muestra, debe ser previamente separado a la determinación del Vanadio, tanto se emplee éste método, como el antiguo de Bareswill, con H_2O_2 , según se verá luego. Además, se ha dosado, por lo siguiente: Cuando el Fe está presente en las aguas en proporciones superiores a 2mg/litro, el precipitado de $Fe(OH)_3$, formado al separar el Fe, por precipitación con NH_3 , adsorbe el Vanadio, adsorción que se hace mínima con una reprecipitación como hidróxido, reprecipitación que se ha efectuado en las muestras, cuyo tenor en Fe, era precisamente de ese orden. Oportunamente se citan los ensayos realizados al respecto.

La otra determinación que se ha efectuado, es la de cloruros, y por lo siguiente: Como se ha ensayado un método para la determinación de ioduros, que está especialmente indicado, para cuando estén presentes simultáneamente, ioduros y grandes concentraciones de cloruros, (relación: 100.000:1), se ha tratado de ver, si la concentración de estos últimos, está con relación a los ioduros, en esa proporción, a los efectos de la aplicación del método; pero, en ninguna de las muestras analizadas, se encontró una concentración del orden citado.

Por otra parte, se ha tratado de explicar el hecho de la presencia de Vanadio, en concentración apreciable, solamente en determinada región, para lo cual se han estudiado otras muestras en lugares próximos, desde los 100 metros hasta varios kilómetros de distancia, de aquél en él que fué observada por primera vez, y siguiendo hasta obtener reacción negativa. Se ha podido observar la diferencia, en el contenido de Vanadio, según la profundidad, como más adelante se indica.

También se ha incluído un mapa indicador de la ubicación de los diferentes pozos, de los cuales se extrayeron las muestras.

Los datos estadísticos, con los valores hallados en la determinación de cada uno de los elementos citados, se agrupan en la parte final, junto con las características de los pozos mencionados, es decir, profundidad, tiempo de explotación, ubicación, fecha de extracción de muestras etc.

Por último cierra el presente Trabajo, el conjunto de las conclusiones a las cuales se ha arribado.

FOFNA

DETERMINACION DE VANADIO

Técnica de los métodos, para su determinación, que se han ensayados.

Procedimiento de Bareswill.

Reactivos: Agua oxigenada al 10 %.
Solucion de metavanadato de sodio que contenga por cm³.
0,001 g. de V₂O₅.

Técnica.

Se evaporan casi a sequedad de 1 a 5 litros de agua, agregándole previamente 1 ó 2 cm³ de ácido nítrico concentrado; se lleva a sequedad a baño-maria y se repite el tratamiento nítrico 2 ó 3 veces; se toma con agua acidulada con ácido nítrico, se filtra y lava con agua destilada, llevando el líquido filtrado a 50 cm³ en un tubo de Nessler; se agregan 10 gotas de agua oxigenada al 10 %. Una coloración rojo cereza más o menos intensa, indica la presencia de Vanadio que se evalúa colorimétricamente, mediante la solución de metavanadato de sodio, con la que se prepara una escala colorimétrica.-

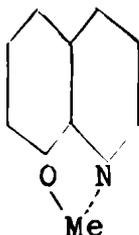
Procedimiento de Bach y Trelles.

- Reactivos.
- a) Solución valorada de Vanadio. Disolver 3,087 g. de metavanadato de sodio p.a (VO₂Na, 4 H₂O) en 1 litro de agua destilada, 1 ml. contiene 1 mg. de Vanadio.
 - b) Solución valorada diluida de Vanadio. 1 ml. de la solución (a) se lleva exactamente a 100 ml. con agua destilada. 1 ml. contiene 0,010 mg de V.
 - c) Solución de o-oxiquinoleína. Disolver 2,5 g. de o-oxiquinoleína en 100 ml. de ácido acético diluido al 10 %.
 - d) Alcohol isoamílico puro.
 - e) Acido acético puro de 96 %.

Fundamento.

El método está fundado en la formación de un complejo de Vanadio con la o-oxiquinoleína en medio acético.

Este complejo sería del tipo;



que como todos los de su clase, con insolubles en ácido acético diluido y en agua. Luego este complejo se extrae con alcohol isoamílico, el cual se colorea de rojo, empleándose una escala colorimétrica para su dosaje.

Técnica.

- 1) Si la muestra de agua no contiene hierro.

En una ampolla de decantación o en un tubo Nessler de 100 ml. con tapa se miden 100 ml. de muestra; se agregan 5 gotas de ácido acético y 5 gotas de la solución de o-oxiquinoleína; se agitan bien y luego se añaden 10 ml. de alcohol isoamílico. Se agita energicamente por unos 5 minutos y luego se deja reposar, de manera que se separe el alcohol isoamílico.

Al mismo tiempo en una serie de 6 ampollas de decantación o directamente en tubos Nessler se colocan 1; 2; 3; 4; 5; 6 ml. de solución diluida de

Vanadio o sea 0,01 - 0,02 - 0,03 - 0,04 - etc. mg de V. Se completa con agua destilada a 100 ml. añadiendo posteriormente a cada ampolla 5 gotas de ácido acético y 5 gotas de la solución de o-oxiquinoleína. Se agita y finalmente se añade 10 ml. de alcohol isoamílico, agitando energicamente y luego dejando reposar, para que se separe bien el alcohol isoamílico. Se tiene así la escala de patrones de coloración con lo cual se deduce la cantidad de vanadio que tiene la muestra.

2) Si la muestra contiene hierro.

Debe eliminarse previamente el Hierro pues ésta reacciona con la o-oxiquinoleína dando una coloración verde soluble en alcohol isoamílico, calentando a ebullición 100 ml. de la muestra con 2 ó 3 gotas de ácido acético y luego se precipita el Hierro con amoníaco. En el líquido filtrado se procede entonces como anteriormente.-

Expresión de los resultados.

Si se parte de 100 ml. de agua bastará multiplicar por 10 la concentración del patrón para tener la concentración del Vanadio en V. por litro. El dato se expresa en mg. por litro con una aproximación de 0,05 mg.

Observaciones.

1) Si la muestra de agua es turbia debe filtrarse por papel de filtro o bujía Chamberland;

2) Cuando contiene mucha materia orgánica se destruye calentando a ebullición el agua con unas gotas de ácido nítrico;

3) No debe contener acidez mineral libre. En caso contrario se alcaliniza o se neutraliza el agua ligeramente con amoníaco;

4) Debe elegirse para la comparación tubos de Nessler de igual diámetro. Si se quiere proceder con más exactitud transvasar a tubos de ensayos de igual diámetro, el alcohol amílico, y filtrando por algodón si tiene agua emulsionada;

5) Cuando la muestra contiene cantidades muy pequeñas de Vanadio, los patrones de comparaciones se preparan en forma tal que contengan; 0,005 - 0,0075 - 0,01 mg. de V.

6) La adsorción del Vanadio por el precipitado de $\text{Fe}(\text{OH})_3$ es despreciable en las concentraciones en que el Fe se encuentra habitualmente en las aguas. Si la cantidad de Fe fuera muy grande (alrededor de 2mg. por litro) es conveniente una reprecipitación como hidróxido, debiendo lavarse cuidadosamente el precipitado. En estas condiciones los errores debidos a la adsorción son mínimos.-

7) Se puede usar alcohol etílico en lugar del amílico; en ese caso la sensibilidad disminuye porque la coloración queda repartida uniformemente en los 100 ml. del contenido del tubo Nessler.-

Discusión sobre estos métodos. Consideraciones sobre los mismos.

Para decidir cuál de los dos métodos antedichos se cumple mejor para la determinación de Vanadio, se han realizados los siguientes ensayos;

1) En primer lugar, si se considera el volumen tan diferente con que se opera en uno y otro método, fácilmente se decide por el segundo, más aún si se tiene en cuenta la precipitación de sales como resultado de la evaporación, siempre posible, y además el color que a veces toma el líquido al concentrarse, coloración que enmascara la reacción final difícil-

tando la comparación colorimétrica. Y es precisamente la menor sensibilidad del procedimiento de Bareswill la razón que obliga a concentrar un volumen grande de agua. Se ha aplicado el método a aguas artificiales que contenían cantidades crecientes y conocidas de Vanadio, obteniéndose estos resultados:

Concentración de V. en mg/litro.		
a)	0,01	No se obtiene coloración alguna
b)	0,05	" " " " "
c)	0,08	" " " " "
d)	0,10	" " " " "
e)	0,15	Se obtiene coloración
f)	0,20	" " "
g)	0,50	" " "

Es decir, la sensibilidad del procedimiento de Bareswill es de 0,15 mg/litro, menor que la del procedimiento de Bach y Trelles, el cual es sensible al 0,05 mg/litro de Vanadio, como muestran los ensayos posteriores, en los cuales se lo aplicó.

Concentración de V. en mg/litro		
a)	0,01	No se obtiene coloración alguna
b)	0,03	" " " " "
c)	0,05	Se obtiene coloración
d)	0,10	" " "
e)	0,20	" " "
f)	0,50	" " "

Si tomamos en cuenta todavía el inconveniente que significa concentrar la muestra, por la coloración amarilla que toma en el medio ácido, el agua, y la posible precipitación de sales como consecuencia de la evaporación, existe una primera razón de opción a favor del procedimiento Bach y Trelles

2) Consideremos el error de cada método. -A aguas artificiales se les ha agregado cantidades crecientes y conocidas de Vanadio y se lo ha dosado por ambos métodos.

	Concentración de V en mg/litro	Dosado según Bach y Trelles	Dosado según Bareswill
a)	0,1	0,1	--
b)	0,2	0,2	0,18
c)	0,4	0,4	0,38
d)	0,8	0,8	0,78

e)	1	1	0,98
f)	2	2	2

Dosajes efectuados con la ayuda de colorímetro.

Estos datos están expresados en el grafico (1) a continuación de ésta página.

El error de ambos métodos están expresados en el gráfico (2), a continuación de ésta página, y en el se puede ver que el error del método Bareswill decrece con el aumento en la concentración del Vanadio; en cambio la curva de error del método Bach y Trelles se confunde con la horizontal de error cero.

Por lo tanto tenemos una razón más de opción en favor del método Bach y Trelles.

3) Se ha intentado arrastrar el Vanadio presente por formación de un coágulo de $Al(OH)_3$, para evitar la evaporación directa, que exige la técnica de Bareswill, para luego efectuar su dosaje sobre el coágulo formado. Al respecto se han realizado estos ensayos.

1 litro de agua destilada + 0,01 mg. de V

1 " " " " + 0,05 " " " + Θ suave + $(SO_4)_3Al_2$

1 " " " " + 0,1 " " "

Una vez separado el coágulo por filtración se lo disuelve en ácido nítrico diluido, llevando a 50 ml. en tubos de Nessler y agregando lo gotas de H_2O_2 al 10%.

Por otra parte se ha evaporado el filtrado y siguiendo la técnica Bareswill se ha encontrado lo siguiente;

Concentración en V. en mg/litro en la muestra	V hallado en el coágulo	V hallado en líquido filtrado
0,01	-	-
0,05	-	-
0,1	0,1	-

El procedimiento, así, resulta poco práctico.

4) Interferencias. Se ha estudiado la posible interferencia de los aniones y cationes más comúnmente presente en las aguas, y con éste fin se han realizado los siguientes ensayos:

A 500 ml. agua bidestilada, que contienen 1 mg. de V. se ha agregado;

1 cg. de Cl^- , 1 cg. de NO_3^- , 1 cg. de SO_4^{2-} como sales sódicas.

Resultado; No interfieren, pues el color coincide con el patrón correspondiente.

A 500 ml. agua bidestilada, que contienen 1 mg. de V. se ha agregado:

1 cg. de Br^- como $BrNa$.

Resultado; Interfiere. Cae fuera de la escala de patrones, estando comprendido entre 1 y 3 mg. V.

Gráfico (1)

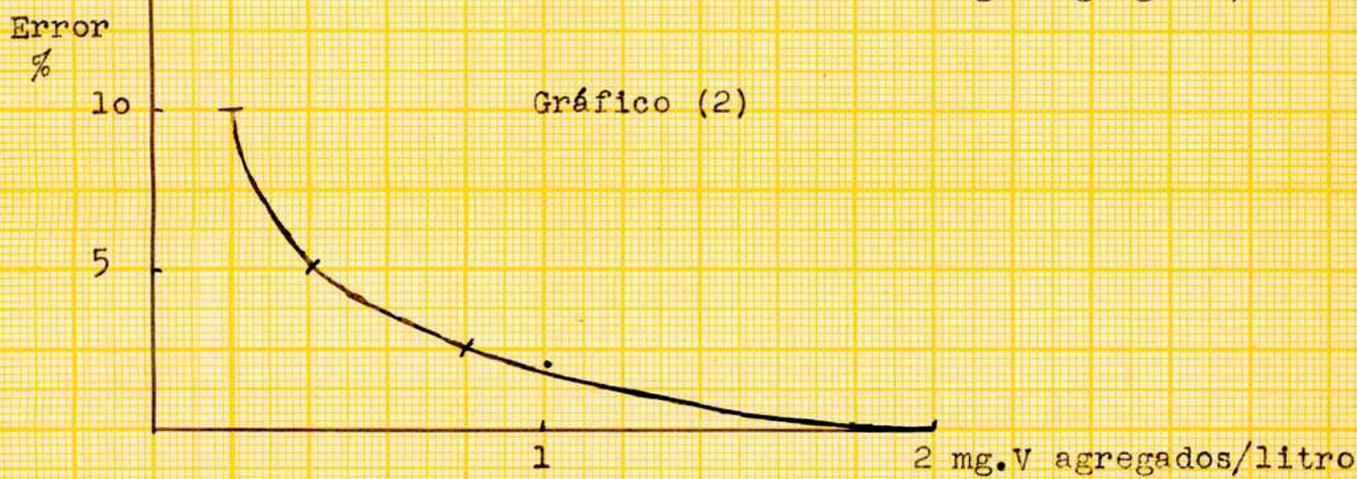
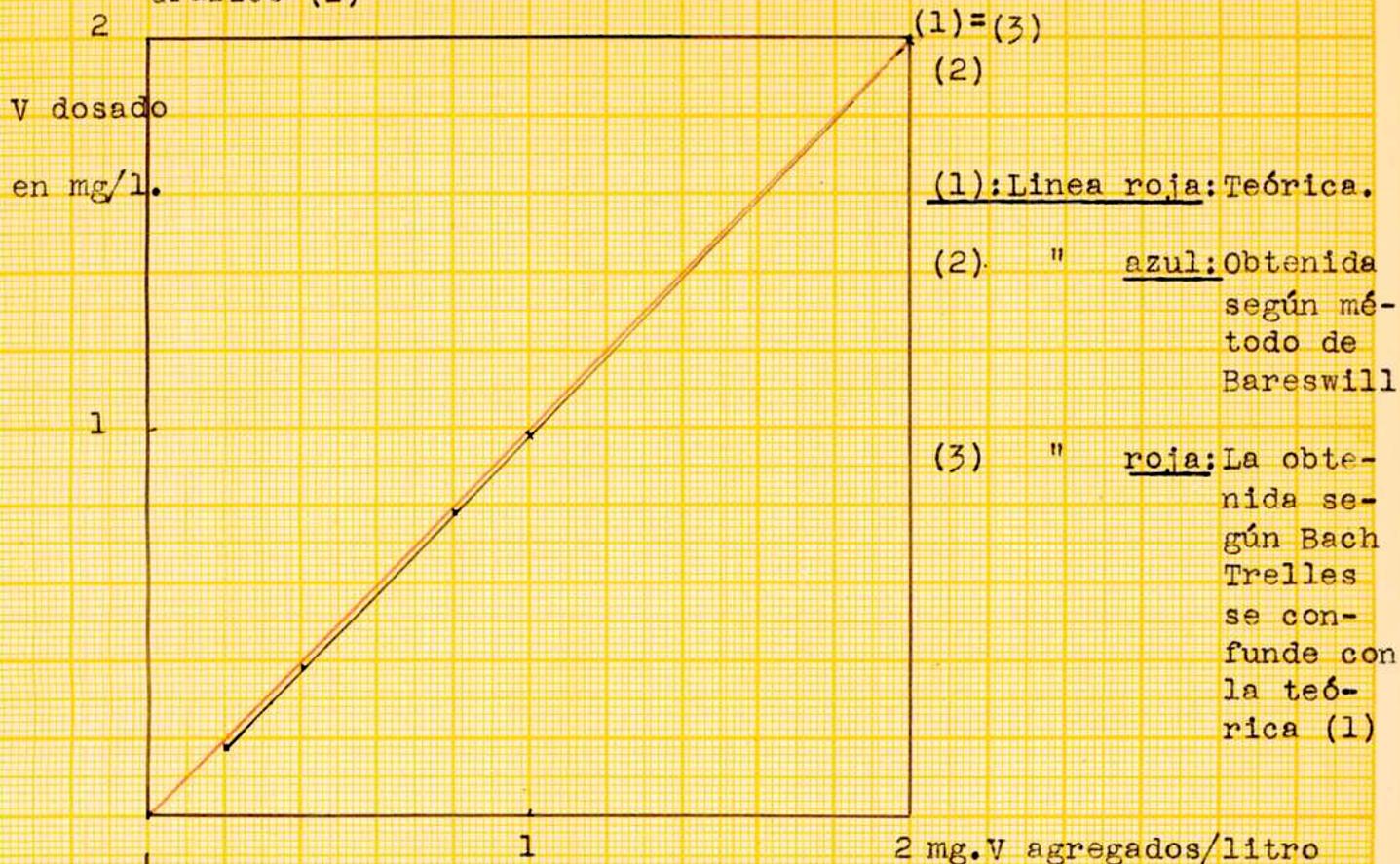
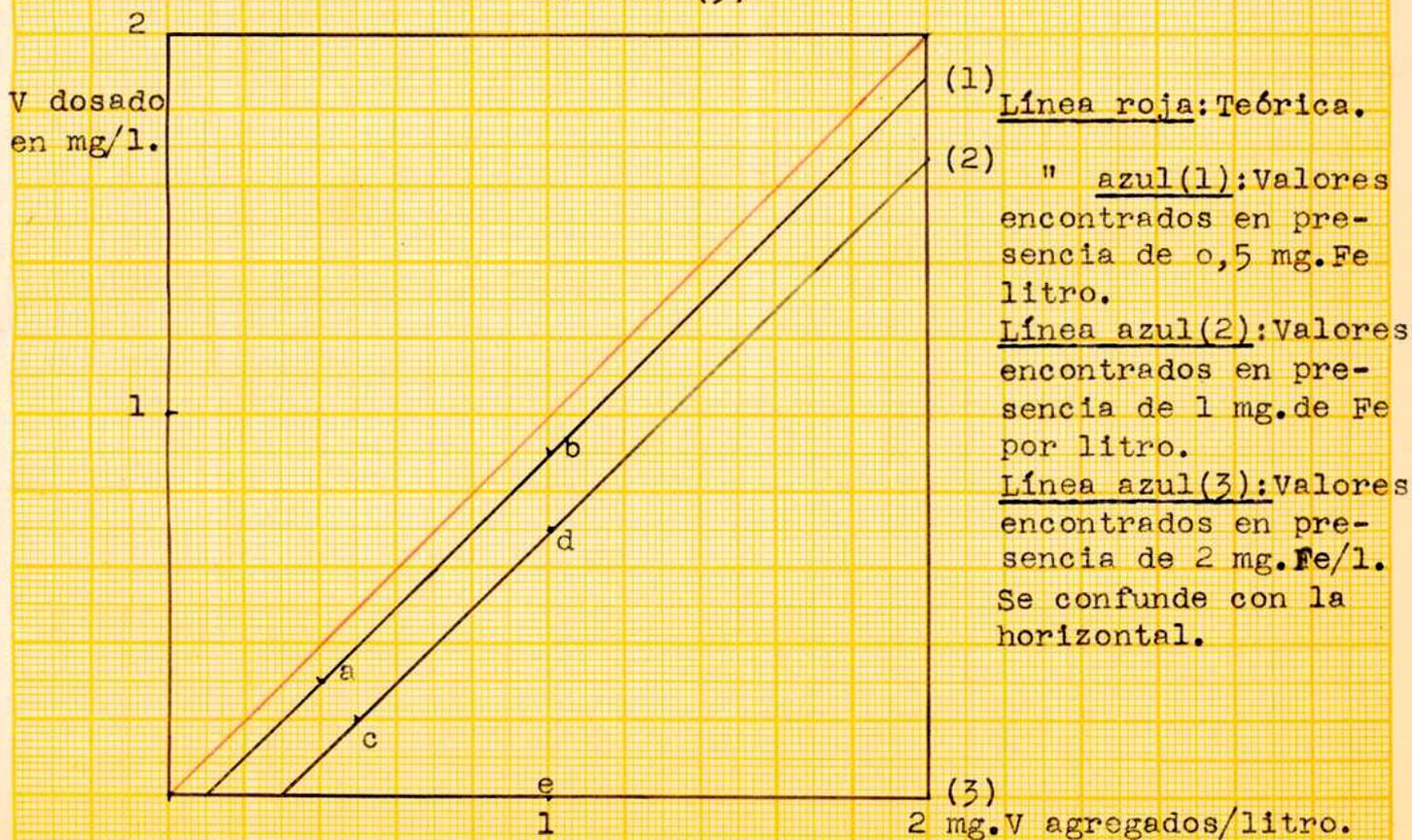


Gráfico (3)



A 500 ml. agua bidestilada, que contienen 1 mg. de V. se ha agregado:

1 mg. de I⁻ como INa.

Resultado: Interfiere. Se obtiene color rojo oscuro.

a 500 ml. agua bidestilada, que contienen 1 mg. de V. se ha agregado:

1 cg. de Fe +++

Resultado: Interfiere. Cae en la escala de patrones debajo de 0,5, no observándose el mismo color rojizo.

Aplicando el procedimiento de Bach-Trelles, se realizaron los siguientes ensayos:

	1 cg de SO ₄	
	1 " "	Cl ⁻
100 ml. agua bidestilada ± 0,05 mg. de V.	± 1 " "	NO ₃ ⁻
	1 mg. de	I ⁻

Resultado: No hay interferencias. Se dosó 0,05 mg. V.

100 ml. agua bidestilada + 0,05 mg. V + 1 mg. de Pb ++.

Resultado: No hay interferencia. Se dosó igual cantidad de V.

100 ml. agua bidestilada + 0,05 mg. V + 1 cg. de F⁻.

Resultado: No interfiere. Se dosó igual cantidad de V.

100 ml. agua bidestilada + 0,05 mg. V + 1 cg. de Mg ++.

Resultado: No interfiere. Se dosó igual cantidad de V.

100 ml. agua bidestilada + 0,05 mg. V + 1 cg. de Ca ++

Resultado: No interfiere. Se dosó igual cantidad.

100 ml. agua bidestilada + 0,05 mg. V + 1 cg. de Cu ++.

Resultado: Interfiere. Se obtiene coloración amarilla.

100 ml. agua bidestilada + 0,05 mg. V + 1 mg. de Zn ++

Resultado: No interfiere. Se ha dosado igual cantidad.

100 ml. agua bidestilada + 0,05 mg. V + 1 mg. Ti +++

Resultado: Interfiere. Se obtiene coloración amarilla.

100 ml. agua bidestilada + 0,05 mg. V + 1 mg. Ti++++ + 2 ml. solución de FNa al 5%.

Resultado: No interfiere

En particular se ha estudiado la interferencia del Fe, de presencia constante en las aguas, habiéndose efectuado estos ensayos:

a)	Sobre 100 ml. agua destilada, conteniendo	0,05 mg Fe y 0,04 mg. V
b)	" " " " " "	0,05 " " " 0,1 " "
c)	" " " " " "	0,1 " " " 0,05 " "
d)	" " " " " "	0,1 " " " 0,1 " "
e)	" " " " " "	0,2 " " " 0,1 " "

Se aplicó el procedimiento de Bach-Trelles y se encontró:

a)	0,03 mg. V/100 ml. o sea	0,3 mg/litro.
b)	0,09 " " " " " "	0,9 " "
c)	0,02 " " " " " "	0,2 " "
d)	0,07 " " " " " "	0,7 " "
e)	- " " " " " "	- " "

. (Coloración verde)

Estos datos están expresados en el Gráfico (3). Ver Página de Gráficos I.

Por lo tanto el Fe debe ser separado, para luego determinar el Vanadio. La técnica seguida para su eliminación y su dosaje, se describe a continuación;

Eliminación del Fe-

El Fe fué eliminado de la totalidad de las muestras analizadas, calentando a ebullición 100 ml. de la muestra (acidulada con ácido acético) con NH_3 , y se lo ha dosado, disolviendo el precipitado de $\text{Fe}(\text{OH})_3$ con ácido diluido, llevando a 50 ml, y continuando así:

A un Erlenmeyer conteniendo los 50 ml. mencionados se agrega 1 ml. de SCNK 3 N y 1-5 ml. de HCl 4 N.

Se añade la misma cantidad de reactivos a 50 ml. de agua y con una bureta solución standard de Fe, hasta igual color.

La solución standard de Fe se preparó así: Se disolvió 0,5 g. de: $(\text{SO}_4)_2\text{Fe}_2(\text{NH}_4)_2 \cdot 24 \text{H}_2\text{O}$, en 100 ml. de agua destilada y 10 ml. de HCl (1:1) calentando a ebullición; luego se agregó 1 ml. de NO_2H concentrado, gota a gota, lentamente. La solución toma poco a poco el color amarillo, bastando con hervir entre 3-5 minutos. Se transfiere una gota de la solución a un tubo, por medio de una varilla, y se diluye con 1 ml. de agua. Se coloca una gota pequeña de la solución diluida, en una plancha de metal, y se añade una gota de solución fresca de $\text{Fe}(\text{CN})_6\text{K}_3$. Si aparece color azul, aún está presente en la solución Fe^{++} y entonces, más NO_2H debe ser agregado a la solución y continuar la ebullición. Simultáneamente se realizó con cantidades iguales de reactivos, otro ensayo, para evitar pérdidas debidas al toque.

Si todo el Fe es hallado en estado férrico, se diluye a 200 ml; se calienta cerca de la ebullición, y se añade NH_4OH , lentamente, agitando constantemente, hasta que un ligero olor a amoníaco se percibe. En este momento es ventajoso, aunque no necesario, agregar pulpa de papel de filtro, para ayudar la filtración y lavado del precipitado. Entonces se decanta el líquido sobrenadante por medio de papel Sand S 589, banda negra, bien ajustado al embudo, teniendo cuidado de dejar tanto precipitado como sea posible, en el vaso. Lavar luego el precipitado por decantación, de 3 a 4 veces.

Es mejor emplear agua caliente, usando de 75-100 ml. cada vez. Entonces se pasa el $\text{Fe}(\text{OH})_3$ al filtro, con ayuda de una varilla de goma, Desalojar todas las partículas de precipitado de las paredes del vaso y añadir ellas a la porción principal. Finalmente observar cuidadosamente el vaso, para sacar cualquier porción de precipitado, que hubiere quedado. Se lava el precipitado con agua caliente, hasta que los lavados no den reacción con el NO_2Ag , acidificado con NO_2H . Si es conveniente se pone a escurrir el filtro durante la noche. Esto no es necesario, pero ahorra tiempo en el subsiguiente calentamiento del precipitado, para sacar el agua.

Se calcina primero suavemente, para sacar el agua, teniendo cuidado de evitar cualquier explosión que pudiere acarrear pérdida de precipitado. Cuando éste está seco, se quema el papel, antes de llevar al rojo, y luego se quema el carbón, a la más baja temperatura posible. Se aumenta la llama del mechero al máximo, cuando todo el carbón ha sido quemado y se mantiene durante unos 15 minutos. Se deja enfriar en desecador, luego se pesa y se repite la pesada hasta peso constante. Del Fe_2O_3 , se deduce el Fe contenido en la muestra.

5) Se estudia luego la posible adsorción del Vanadio, por el precipitado de $\text{Fe}(\text{OH})_3$

Se ha observado, que si la concentración del Fe en la muestra es baja, la adsorción es despreciable; en aguas que contienen alrededor

de 2 mg/litro o más conviene una reprecipitación del Hierro como hidróxido.

Los ensayos realizados en ese sentido son los siguientes;

	V Agregado	V dosado
Agua conteniendo 0,5 mg/litro Fe +	0,2 mg/litro 1 "	0,2 mg/litro 1 "
Agua conteniendo 1 mg/litro de Fe+	0,2 " 1 "	0,2 " 1 "
Agua conteniendo 2 mg/litro de Fe+	0,2 " 1 "	0,2 " 0,8 "

b) Reprecipitando el Fe:

Agua conteniendo 2 mg/litro de Fe + 1 "

Es decir, reprecipitando el Fe se encontró el V total agregado.-

Conclusión.-

Como resultado de los ensayos realizados se ha llegado a la conclusión de que; El método Bach-Trelles se cumple perfectamente bien. Presenta la ventaja de su mayor sensibilidad, su menor error. Además se aplica directamente a la muestra, tal cual, sin previa concentración por evaporación, por lo cual se lo ha elegido para la determinación del Vanadio.

Los datos estadísticos correspondientes a las diferentes muestras van en la parte final.

DETERMINACION DE IODUROS.

Técnica de los métodos ensayados para su determinación.

1) Procedimiento según Scott-Standard Methods Of Chemical Analysis Fourth Edition-Volume one-Pág:237-242.

Técnica.

La muestra de agua evaporada alrededor de un cuarto de su volumen y hecha fuertemente alcalina con CO_2Na_2 . El precipitado de los carbonatos de Ca y Mg es filtrado y lavado. El filtrado conteniendo los halógenos es evaporado hasta que las sales comiencen a cristalizar. La solución concentrada caliente es derramada en tres veces su volumen de alcohol absoluto y la solución resultante nuevamente filtrada. El residuo es lavado 3-4 veces con alcohol de 95%. Todo el Br_2 y I_2 pasan en solución mientras que una gran parte del Cl_2 , como ClNa , queda insoluble y es filtrado. Se añade alrededor de la mitad en ml. de solución de KOH al 50% y la mayor parte del alcohol destilado en corriente de aire. El residuo es concentrado hasta cristalización y nuevamente derramado en 3 veces su volumen de alcohol absoluto y filtrada, como arriba. Esta vez solo se añade 1 ó 2 gotas de KOH y el procedimiento se repite varias veces. El filtrado final es liberado de alcohol por evaporación; la solución se lleva a sequedad y dulcemente incinerada. Entonces se toma con una pequeña cantidad de agua y es filtrada.

El I₂ es determinado en el filtrado con NO₂H (Fresenius) así:



Como ni el HCl ni HBr son atacados por el NO₂H el método es aplicable a determinar I₂ en presencia de Cl₂ y Br₂; por esto es útil para determinar pequeñas cantidades de I₂ en presencia de comparativamente grandes cantidades de otros halógenos, en aguas minerales.

La solución neutra o muy poco alcalina del ioduro es colocada en un embudo separador de vidrio, tapado y acidificado con poco SO₄H₂ diluido. Una pequeña cantidad de CS₂ en cloroformo, destilada, es añadida y entonces se agregan las gotas de NO₂H reactivo.

La mezcla es bien agitada; el CS₂ llevado a reposar y se decanta el CS₂ coloreado. El líquido del embudo es nuevamente extractado con una nueva porción de CS₂ y si es coloreado se agrega al primer extracto y así siguiendo si los extractos con coloreados. Los extractos combinados son lavados con 3 ó 4 porciones de agua; entonces transferidos al filtro y nuevamente lavados hasta que quede libre de ácido. Un agujero es hecho en el filtro y el CS₂ llevado a correr en un Erlenmeyer pequeño y el filtro lavado con alrededor de 5 ml. de agua. Se agrega 3 ml. de solución de CO₃HNa al 5% y el I₂ titulado con solución N/50 o sea 0,02 N de S₂O₃Na₂, 5 H₂O hasta que el violeta del CS₂ quede decolorado.

Reactivo. El NO₂H es preparado pasando gas en ácido sulfúrico fuerte hasta saturación.

Procedimiento de Ernst Muller y Walter Stumpft.

Especialmente indicado para la determinación de ioduros en presencia de grandes cantidades de cloruros (relación 100.000:1)

La determinación de ioduros en aguas minerales que contienen muchos cloruros, no da resultados concordantes empleando los métodos de dosajes con NO₂Na y HCl, debidos a inconvenientes producidos por: I°) la gran concentración de sales extrañas II°) por la gran concentración de nitrito y ácido y por el grado de dilución, y proponen, sus autores, un método de determinación de ioduros en presencia de bromuros y grandes cantidades de cloruros, basado en lo siguiente:

Si se oxida con poco nitrito y también poco ácido, se obtienen datos comparables. Con esto no se obtiene todo el Iodo, pero se puede encontrar un factor que multiplicado por la cantidad encontrada de Iodo nos dé la cantidad real con suficiente exactitud, teniendo cuidado de emplear la menor cantidad posible de nitrito y de ácido y de trabajar rápida y uniformemente, y tapando con una capa de agua el CS₂ para evitar pérdida de Iodo; es decir que: I°) se determina la cantidad de Iodo en la muestra empleando poco nitrito y poco ácido, II°) con la cantidad encontrada de Iodo hacer una solución tipo, que responda en lo que se refiere a cloruros, a la composición del agua a analizar. Como aquí molestan los cloruros, al hacer los dosajes de Iodo se encontrará una cantidad menor que la teórica o real; por lo tanto dividiendo el número de mililitros de solución de tiosulfato de sodio gastados en un caso, por otro, obtendremos el factor y III°) con la ayuda del factor encontrado, determinamos el Iodo en el agua a analizar, es decir, multiplicamos por el factor el número de mililitros de solución de tiosulfato de sodio gastados y nos dará la cantidad real. El método dá excelentes resultados, como se verá luego, donde se indican las cantidades de reactivos empleadas.

Discusión de los métodos-

1) A los efectos de apreciar la sensibilidad y el error del método citado primero, se realizaron estos ensayos:

Se aplicó el procedimiento a cada uno de estos casos:

- a) A 1 litro agua bidestilada + 1 mg. de I₂ como IK.
- b) " " " " " + 0,5" " " " " .
- c) " " " " " + 0,1" " " " " .
- d) " " " " " + 0,05" " " " " .
- e) " " " " " + 0,01" " " " " .

En los casos (a) y (b) se dosó con solución N/50 de S₂O₃Na₂,5 H₂O y en los (c) y (d) con N/200.

Gastado de soluciones de S₂O₃Na₂,5H₂O:

- a) 0,4 ml. equivalentes a 1,005 mg I₂. Error : 0,5%.
 - b) 0,2 " " " 0,5025 " " " : 0,5%.
 - c) 0,14" " " 0,099 " " " : 1 %.
 - d) 0,04" " " 0,049 " " " : 2 %.
- como muestra el Gráfico (4). Pagina de Graficos II y el Gráfico (5) Idem.
Por otra parte la sensibilidad del procedimiento es de 0,05 mg/litro
pues en el último caso los extractos no se colorearon.

2) Interferencias-

A los efectos de estudiar las posibles interferencias de sales frecuentes en las aguas, se hizo lo siguiente:

A 500 ml. agua bidestilada, se agregaron:

0,1 mg de CO₃H⁻ , CO₃⁼ , SO₄⁼ , y 0,2 mg. de I₂. Se dosó: 0,2 mg/I₂.

A 500 ml. agua bidestilada, se agregaron:

0,1 mg. de Br⁻ , Cl⁻ , F⁻ + 0,5 mg. I₂. Se dosó: 0,49 mg/I₂

A 500 ml. agua bidestilada, se agregaron:

3 mg. de Fe⁺⁺⁺ + 0,5 mg. de I₂. Se dosó : 0,45 mg I₂.

A 500 ml. agua bidestilada, se agregaron:

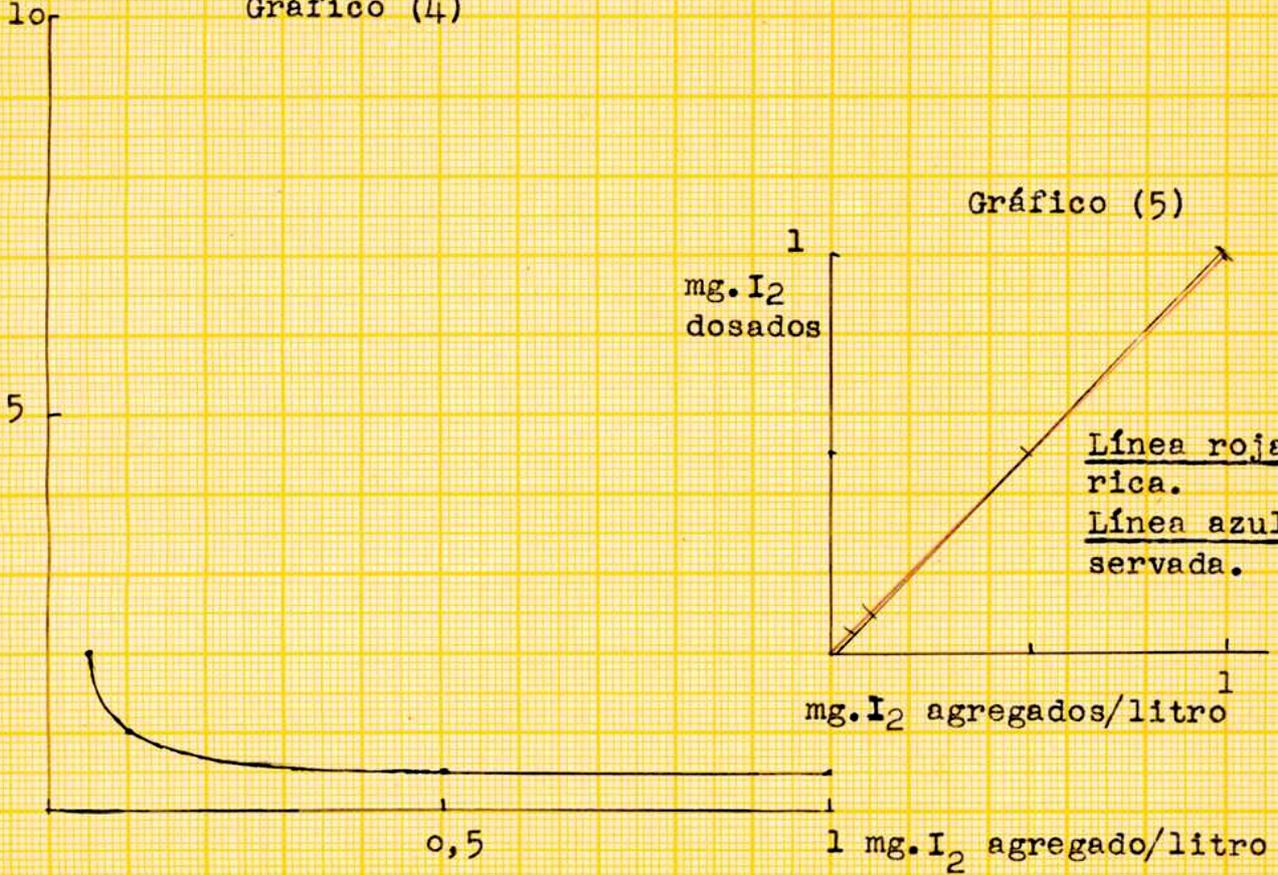
0,4 mg. de Fe⁺⁺⁺ + 0,5 mg. de I₂ . Se dosó: 0,49 mg. I₂.

Es decir en concentraciones elevadas, molesta el Fe⁺⁺⁺.

Consideraciones sobre el método de Stumpft y Muller.

Error %

Gráfico (4)



Error %

Gráfico (6)



El método, como ya se dijo, es aplicable especialmente para cuando existen grandes cantidades de cloruros, en orden de 100.000:1, con relación al Iodo.

Se ha verificado que, efectivamente, la mejor manera para obtener datos comparables, con muestras conteniendo como digo, cantidades grandes de sales extrañas, es la de emplear poco nitrito y poco ácido.

Con el objeto de probar las interferencias debidas a la alta concentración de sales extrañas, de nitrito y de ácido, se han realizado los siguientes ensayos, donde también se ha empleado H₂O₂ en lugar de nitritos.

- 1) A 10 ml. de solución concentrada de ClNa se agregan 10 gotas de solución de IK al 0,0052 % , 2 gotas de HCl concentrado y 2 gotas de H₂O₂ al 30% y se agitó con 0,5 ml. de CS₂.

Empleando agua bidestilada en lugar de la solución salina y con cantidades de reactivos exactamente iguales, aplicando el mismo procedimiento, se encontró:

En el primer caso, apenas se coloreó el CS₂, para decolorarse luego de algunas horas; en cambio en el segundo caso, tomó coloración violeta neta. Es decir, un exceso de ClNa molesta.

- 2) Operando con una solución de nitrito de sodio a media saturación y con otra solución de nitrito saturada, se observó lo siguiente:

10 ml. agua bidestilada, a la que se agregó 1 ml. solución IK al 0,0052% , y 0,5 ml. HCl concentrado y 0,5 ml. NO₂Na (media saturación) y luego 1 ml. de CS₂, seguida de extracción: No se observó coloración violeta.

10 ml. agua bidestilada, a la que se agregó 1 ml. solución IK al 0,0052% , 0,5 ml. HCl concentrado, 0,5 ml. solución saturada NO₂Na y luego extracción con 1 ml. de CS₂ : Se observó coloración parda.

10 ml. agua bidestilada a la que se agregó 1 ml. solución IK al 0,0052 % , 0,5 HCl, 0,5 ml. solución NO₂Na 5% y extracción con 1 ml. CS₂ : Se observó un color menos intenso.

- 3) Operando ahora con exceso de sales y oxidando con nitrito, para lo cual : A 10 ml. solución saturada ClNa, a la que se agregó 10 gotas de solución de IK al 0,0052 % , 2 gotas de HCl concentrado, 2 gotas de solución de NO₂Na al 5% y extracción con 0,5 ml. CS₂.

Identico procedimiento aplicado, pero sobre 10 ml. agua bidestilada. Se observó: En el primer caso apenas se coloreó el CS₂; en el segundo en cambio se coloreó netamente de violeta.

Por conclusión tenemos:

- a) un exceso de sales (Cl⁻) molesta, tanto en la oxidación con H₂O₂ como con NO₂Na;
- b) una concentración alta de nitrito también molesta.

Verificación del método empleando poco nitrito y poco ácido.

Un agua artificial que contiene una cierta cantidad de cloruros (la cual es desconocida) se le ha agregado 0,05 mg. de I₂. La cantidad de agua tomada es de 100 ml. Se agregó luego 0,1 ml. HCl concentrado y 0,1 ml. solución NO₂Na al 1%. Luego se extrajo dos veces con 1 ml. de CS₂, cada vez. El CS₂ no se coloró, es decir, la sensibilidad del método, no llega a este límite.

Se procedió de igual manera con 100 ml. de agua que contenía una cantidad desconocida de cloruros, pero dentro del orden (100.000:1). Se agregó 0,15 mg. de I₂, 0,5 ml. HCl, 0,5 ml. solución NO₂Na al 1%, seguido de extracción con CS₂ y titulación con solución N/200 de S₂O₃Na₂, 5 H₂O, de la cual se gastó 0,15 ml.

Entonces se preparó con la correspondiente cantidad de I₂ (0,19 mg. como IK) y la cantidad de cloruros dosada (4,5 g /100 ml.), una solución que al titularla luego con solución de tiosulfato de sodio, se gastó de ésta (cuya normalidad es N/200) : 0,1 ml.

El factor es pues: $0,15/0,1 = 1,5$. Por lo tanto, $0,15 \cdot 1,5 = 0,22$ ml solución N/200 tiosulfato de sodio, que equivalen a 0,13 mg. I₂.

El error es pues de: 13,3 %.

Se procedió de igual manera sobre 100 ml. de agua (conteniendo cantidad desconocida de cloruros, pero dentro del orden citado) a la que se agregó 0,40 mg. de I₂, 1 ml. HCl, 1 ml. solución de NO₂Na y luego extracción con CS₂ y titulación con solución tiosulfato de sodio N/200 de la cual se gastaron: 0,35 ml.

Entonces se preparó con la cantidad correspondiente de I₂ (0,27 mg. como IK) y la cantidad de cloruros dosada (13,6 g/100 ml), una solución que se tituló con la de tiosulfato de sodio, gastándose en la titulación: 0,20 ml.

El factor será pues el cociente de dividir 0,35 por 0,20 o sea 1,7. Por lo tanto: $0,35 \cdot 1,7 = 0,60$ ml. solución tiosulfato de sodio N/200 que equivalen a 0,37 mg. I₂.

El error es pues de : 7,5%.

Se procedió de idéntica manera sobre 100 ml. de agua (conteniendo también cantidad desconocida de cloruros, pero dentro del orden citado) a la que se agregó: 0,80 mg. de I₂, 2 ml. HCl, 2 ml. solución NO₂Na y luego extracción con CS₂ y titulación con solución N/200 tiosulfato de sodio, de la que se gastó: 0,80 ml.

Entonces se preparó con la cantidad correspondiente de I₂ (0,62 mg como IK) y la cantidad de cloruros dosada (15,7 g/100 ml), una solución, la cual se tituló con la de tiosulfato de sodio, gastándose de ésta: 0,5 ml. El factor es pues: $0,8/0,5 = 1,6$. Por lo tanto: $0,8 \cdot 1,6 = 1,25$ ml solución N/200 de tiosulfato de sodio, que equivalen a 0,762 mg. de I₂.

El error es pues de: 4,75 %.

Idem Idem, pero agregando 1,4 mg. de I₂, 2,5 ml. HCl, 2,5 ml. solución NO₂Na, extracción con CS₂ y titulación con tiosulfato de sodio, de la cual se gastó: 1,45 ml.

Entonces se preparó la solución con la cantidad correspondiente de I₂ (1,14 mg. como IK) y la cantidad de cloruros dosada (20,7 g/100 ml), titulándose con tiosulfato de sodio N/200, de la que se gastó: 0,95 ml.

El factor es pues: $1,45/0,95 = 1,5$. Por lo tanto: $1,45 \cdot 1,5 = 2,2$ ml solución tiosulfato de sodio, equivalentes a 1,35 mg. I₂.

El error es pues de 3,57 %.

En los gráficos (6) y (7) de la Página de Gráficos II, estos datos están expresados graficamente.

El método se cumple satisfactoriamente, aplicándolo a la determinación de ioduros, en presencia de grandes cantidades de cloruros.

Conclusión.

El menor error, la mayor sensibilidad y el hecho de no haberse encontrado en ninguna muestra una concentración de cloruros de la magnitud, para la cual es especialmente indicado, hace preferible el método de Scott, el cual ha sido elegido para el trabajo estadístico realizado, quedando para la parte final los valores hallados en cada una de las muestras estudiadas.

DETERMINACION DEL ARSENICO.

Consideraciones sobre los métodos ensayados para su determinación.

Método de Gutzeit.

Este método está basado en lo siguiente: La arsenamina, formada al reducir los arseniatos con Zn, HCl, y SnCl₂, en presencia de IK, produce una mancha sobre una tira de papel de filtro embebida en solución alcohólica de HgBr₂ ó HgCl₂, cuya extensión y color es proporcional a la cantidad de Arsenamina desprendida; dicha mancha se compara luego con manchas standards obtenidas siguiendo el mismo procedimiento que con las muestras, pero con cantidades conocidas de As.

Técnica.

Se evapora de 0,5-2 litros de la muestra a sequedad, después de la adición de pequeñas cantidades de CO₃Na₂. Se hierve el residuo así obtenido con agua, se filtra y se lava con agua caliente. El filtrado alcalino se diluye a definido volumen. Se toma una porción del filtrado alcalino anterior que no contenga más de 0,03 mg. de As y que no exceda de 30 ml., y se coloca en los generadores de Gutzeit, que luego se describen. Si la parte alícuota tomada contiene sólo HCl, se añade HCl para hacer un volumen de ácido de 5 ml; si contiene SO₄H₂ se añade suficiente cantidad de solución de KOH al 25%, exenta de As, para neutralizar exactamente, agregando entonces 5 ml. de HCl; ó también se añade suficiente HCl al SO₄H₂, en la parte alícuota, para hacer un volumen de ácido de 5 ml. Se enfría cuando es necesario; se agrega después 5 ml. de IK al 15%, y 4 gotas de SnCl₂, solución concentrada; por último se agrega de 1-2 g. de Zn en granallas (libre de As, p. análisis); se cierra el generador inmediatamente. La cantidad de Zn agregada a la muestra y a los standards debe ser la misma, trabajando de tal manera que la superficie de ataque sea lo más igual posible.

Se sumerge el aparato en un baño de agua, el cual es guardado a temperatura constante entre 20° y 25°C y llevado luego a ebullición durante 1 hora a 1½ hora. Entonces se remueve la tira de papel (ver generadores de Gutzeit) y se toma un promedio de la longitud de la mancha, sobre ambos lados y se compara con las tiras standards tratadas de igual manera.

Generadores de Gutzeit.

Se usan como generadores, frascos de boca ancha, de capacidad uniforme (100 ml.) y equipados cada uno de ellos por un tapón perforado por un tubo de vidrio de 1 cm. de diámetro y de 6-7 cm. de longitud, con un final angostado, para facilitar la conexión. En este tubo se coloca: en un extremo, algodón embebido en solución de acetato de plomo al 5%; hacia el otro, una tira de papel de filtro, también embebido en la misma solución. También puede usarse arena de mar y lana de vidrio.

Luego se conecta este tubo por medio de un tapón de goma, con un tubo de vidrio angosto, de diámetro menor, alrededor de 3 mm. (2,6-2,7 mm), de diámetro interno y de 10-12 cms. de longitud, en donde se introduce la tira impregnada en HgBr₂ ó HgCl₂, cuidando de que el tubo esté seco limpio y de que la tira quede plana.

Como baño de agua se puede utilizar una vasija con agua a temperatura constante o cualquier recipiente de fondo plano, de conveniente profundidad y capacidad. Conviene que sea profundo para asegurar condiciones uniformes, durante el desprendimiento y absorción de la arsenamina.

Soluciones standards de Arsénico.

Se disuelve 1 g. de As₂O₃ en 25 ml. de NaOH al 20 % . Se satura la so-

lución de CO₂ y se diluye a 1 litro con agua recientemente hervida. Se diluye 40 ml. de ésta solución en 1 litro. A partir de las soluciones tipos se prepararán, por dilución, soluciones que contienen 0,03 mg. de As 0,01 mg. de As -0,005 mg. de As etc.

Estas soluciones se tratan de la misma manera que la muestra para preparar las standards.

Reactivos.

a) Solución de IK. Se disuelve 15 g. de IK en agua y se lleva a 100 ml.

b) Solución concentrada de SnCl₂. Se disuelve Sn p. análisis en HCl concentrado.

c) Papel al HgBr₂. Se elige papel similar al Whatman No. 40, en trozos de 2-2,5 mm. de ancho (exactos) y de una longitud exactamente igual, también, (12 cms). Es de gran importancia la uniformidad de la anchura y textura del papel, pues pequeñas variaciones pueden originar anomalías en las manchas. Las tiras se dejan 1 hora en solución alcohólica de HgBr₂ al 5 %, suspendidas. La solución de HgBr₂ debe ser fresca, y se obtiene precipitando una solución de (NO₃)₂Hg con otra de BrK, filtrando y lavando. Luego se seca cada tira por separado, pasándole una varilla de vidrio y terminando de secarlas entre pliegues de papel de filtro. El más deseable tipo de manchas resulta del uso de tiras, que no hayan sido impregnadas, desde hace más de dos días.

d) Zinc. Se usó Zn granulado, libre de As, p. análisis, el cual no precisa un tratamiento previo, al contrario del Zn en varillas, que se activa con HCl (1:3), al cual se le agrega 0,02 ml. de SnCl₂, durante 15 minutos, enjuagando con agua destilada caliente.

Consideraciones sobre el método.

1) Ensayo en blanco. Se practicó el correspondiente ensayo en blanco, para verificar la pureza de los reactivos:

A 30 ml. agua bidestilada, se agregó: 5 ml. HCl concentrado, 5 ml. de solución de IK al 15%, 4 gotas de solución concentrada de SnCl₂ y 1,5 g de Zn. Operando según la técnica indicada, no se obtuvo mancha alguna.

2) Sensibilidad. La sensibilidad del método es de 0,005 mg. de As/litro. En efecto, operando con cantidades menores a esa concentración, no se obtuvo mancha alguna.

3) Error. Se aplicó el procedimiento a cada uno de estos casos:

- a) 1 litro agua bidestilada ± 0,005 mg. de As/litro.
- b) Idem + 0,01 Idem
- c) Idem + 0,02 Idem
- d) Idem + 0,05 Idem

En cada uno de estos casos, se dosó la cantidad agregada, es decir, las manchas eran iguales.

En la Página de Gráficos III, Gráfico (8), se puede ver el Gráfico correspondiente.

4) Interferencias. Se ha aplicado el método para observar las posibles interferencias, habiéndose efectuado estos ensayos, en cada uno de los cuales, se agregó: 0,01 mg. de As:

Sobre 30 ml. agua bidestilada	+	0,5 mg. de CO ₃ H ⁻
Idem	+	0,5 Idem SO ₄ ⁻
Idem	+	0,1 Idem Cl ⁻

Sobre 30 ml. agua bidestilada	+	0,1 mg. de I^-
Idem	+	0,1 Idem F^-
Idem	+	0,1 Idem Fe^{+++}
Idem	+	0,1 Idem NO_3^-
Idem	+	0,1 Idem Br^-

En la totalidad de estos ensayos, el As dosado es igual al As agregado.

Se han estudiado los aniones y cationes más frecuentemente presentes en las aguas.

El método dá pues, excelentes resultados.

Método de Marsh.

Con respecto a éste método, que también fué ensayado, y para el cual se aplicó la técnica corriente, se verificó que:

1) La sensibilidad del método es de 0,001 mg/litro.

2) Aplicando el procedimiento a estos casos:

a) 1 litro agua bidestilada	+	0,001 mg. de As
b) Idem	+	0,002 Idem
c) Idem	+	0,003 Idem
d) Idem	+	0,004 Idem

Las cantidades de As dosadas, concuerdan con los standards preparados siendo la longitud de las manchas standards, iguales en cada caso, a las muestras. En la Página de Gráficos (III), Gráfico (9), están expresados estos datos.

3) Interferencias. Con el fin de probar las interferencias de aniones y cationes presentes en las aguas, se han realizado estos ensayos, en cada uno de los cuales, se agregó : 0,002 mg. de As.

Sobre 50 ml. agua bidestilada	+	1 mg. de Cl^-
Idem	+	1 Idem CO_3H^-
Idem	+	0,2 Idem I^-
Idem	+	1 Idem NO_3^-
Idem	+	0,1 Idem F^-
Idem	+	1 Idem SO_4^{--}
Idem	+	0,1 Idem Br^-
Idem	+	0,1 Idem Fe^{+++}

En todos los casos, la cantidad de Arsénico dosada, correspondió enteramente a la agregada.

Por lo tanto:

1) Por su mayor sensibilidad, éste método está especialmente indicado para aquellos casos de dosajes de muy pequeñas cantidades de Arsénico, que no son del orden precisamente de las encontradas en las aguas estudiadas.

2) Tiene el inconveniente éste método de Marsh de exigir aparato y técnica especiales y cuidadosas; en cambio el de Gutzeit, es de aparataje y técnica sumamente simplificadas y menos engorrosa la preparación de los standards.

3) Por todo esto, se ha adoptado el procedimiento de Gutzeit, reservando la aplicación del método de Marsh, para aquellos casos, en que no se encontró As por el procedimiento de Gutzeit. Los datos estadísticos quedan para la parte final.

mg.As dosados

0,05

Gráfico (8)

0,04

0,03

0,02

0,01

Línea roja: Teórica.
" azul: Observada, que se confunde con la anterior.

0,01

0,02

0,03

0,04

0,05 mg.As agregados/litro

mg.As dosados

0,005

Gráfico (9)

0,004

0,003

0,002

0,001

Línea roja: Teórica.
" azul: Observada, que se confunde con la anterior.

0,001

0,002

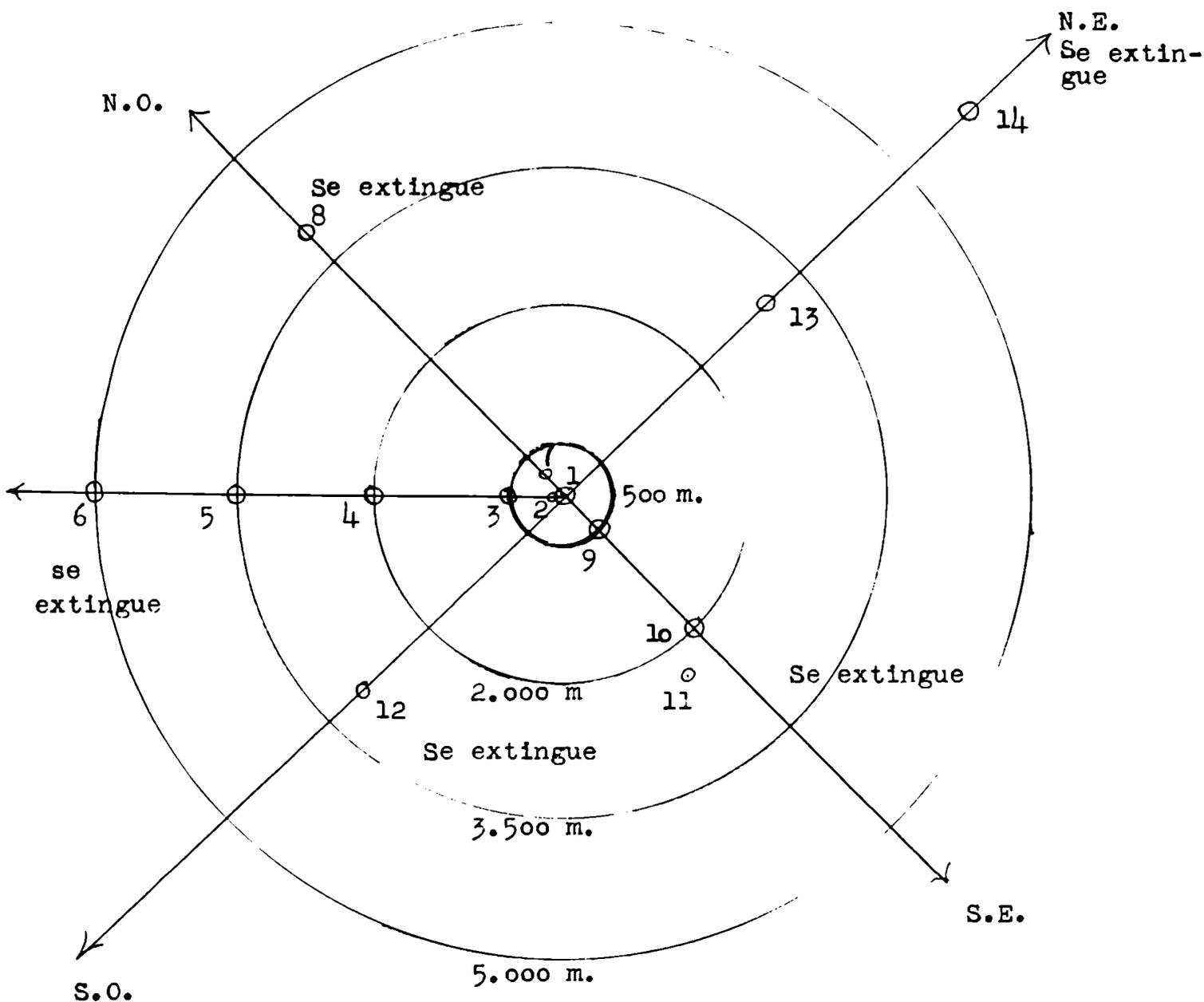
0,003

0,004

0,005 mg.As agregados/l.

Consideraciones sobre la presencia de Vanadio.

Se ha tratado de explicar la presencia de Vanadio, en concentración apreciable, solamente en determinada región, haciendo un estudio de las aguas próximas al lugar en que fué observada su presencia por primera vez. A tal efecto se han extraído muestras a partir de los 100 m. de distancia hasta algunos kilómetros del punto tomado como origen (1) hasta encontrar reacción negativa, todo lo cual se indica a continuación, incluyendo un gráfico ilustrativo al respecto y terminando con las conclusiones a las cuales se ha llegado.



Pozo tomado como origen (1): Propiedad Juan E. Lacava. Situado 5 km. Oeste C. del Uruguay-. Profundidad: 45 m. Tiempo de explotación: 10 años. Muestra extraída: 17/8/41
Contenido en V : 0,4 mg/litro.
Las demás muestras procedían de los siguientes pozos:

En dirección Oeste del anterior:	V contenido en mg/litro
2. Pozo propiedad José Belbey, situado a 100 m. del (1). Profundidad: 28 m. Tiempo de explotación: 11 años. Muestra extraída: 17/11/41	0,4
3. Pozo propiedad Isabel Ridolfo, situado a 500 m. del (1). Profundidad 45 m. Tiempo de explotación: 15 años. Muestra extraída: 5/12/41	0,3
4. Pozo propiedad Manuel Elola, situado a 2.000 m. del (1). Profundidad: 40 m. Tiempo de explotación: 25 años. Muestra extraída: 5/12/41	0,3
5. Pozo propiedad Antonio Bartet, situado a la distancia de 3.500 m. del (1). Profundidad: 24 m. Tiempo de explotación: 70 años. Muestra extraída 5/12/41	0,1
6. Pozo propiedad F. Camiñaga, situado a 5.000 m. del (1). Profundidad: 25 m. Tiempo de explotación: 30 años. Muestra extraída: 5/12/41	0,05
En dirección N. Oeste del (1):	
7. Pozo propiedad Amado Ash, situado a 300 m. del (1). Profundidad: 30 m. Tiempo de explotación: 15 años. Muestra extraída: 6/12/41	0,2
8. Pozo propiedad de Tello Ansa, situado a 4.000 m. del (1). Profundidad: 36 m. Tiempo de explotación: 40 años. Muestra extraída: 6/12/41	No contiene
En dirección Sud Este del (1):	
9. Pozo propiedad de Amado Felis, situado a 500 m. del (1). Profundidad: 53 m. Tiempo de explotación: 10 años. Muestra extraída: 6/12/41	0,1
10. Pozo propiedad de Gregorio Goñi, situado a 2.000 m. del (1). Profundidad: 18 m. Tiempo de explotación: 40 años. Muestra extraída: 6/12/41	0,05
11. Pozo propiedad A. Zanninetti, situado a 500 m. del anterior. Profundidad: 51 m. Tiempo de explotación: 2 años. Muestra extraída: 6/12/41	0,1
En dirección Sud Oeste del (1):	
12. Pozo propiedad Silva Hnos, situado a 3.000 m. del (1). Profundidad: 8m. Tiempo de explotación: 11 años. Muestra extraída: 6/12/41.	No contiene
En dirección N.E. del (1):	
13. Pozo propiedad Exposición Rural, situado a 3 km. del (1). Profundidad: 40 m. Tiempo de explotación: 18 años. Muestra extraída: 6/12/41	0,1

V contenido en mg/litro

14. Pozo propiedad A. Velazquez, situado a 6 km. del (1). Profundidad: 25 m. Tiempo de explotación: 14 años. Muestra extraída: 6/12/41

No contiene

Es decir: Hay una cierta extensión en la cual está presente el Vanadio, encontrándose éste de preferencia en las napas profundas (alrededor de 40 m.), aunque también se lo halló a una profundidad de 24 metros. Es pues característico de la zona y de napas más profundas, como se puede apreciar comparando las muestras (10) y (11). En efecto la muestra obtenida del pozo de menor profundidad contiene una cantidad de Vanadio que está en el límite de sensibilidad de la reacción; en cambio en la otra muestra (obtenida de un pozo de 51 m. de profundidad) contiene 0,1 mg. Litro, siendo la separación de ambos pozos de 500 m.

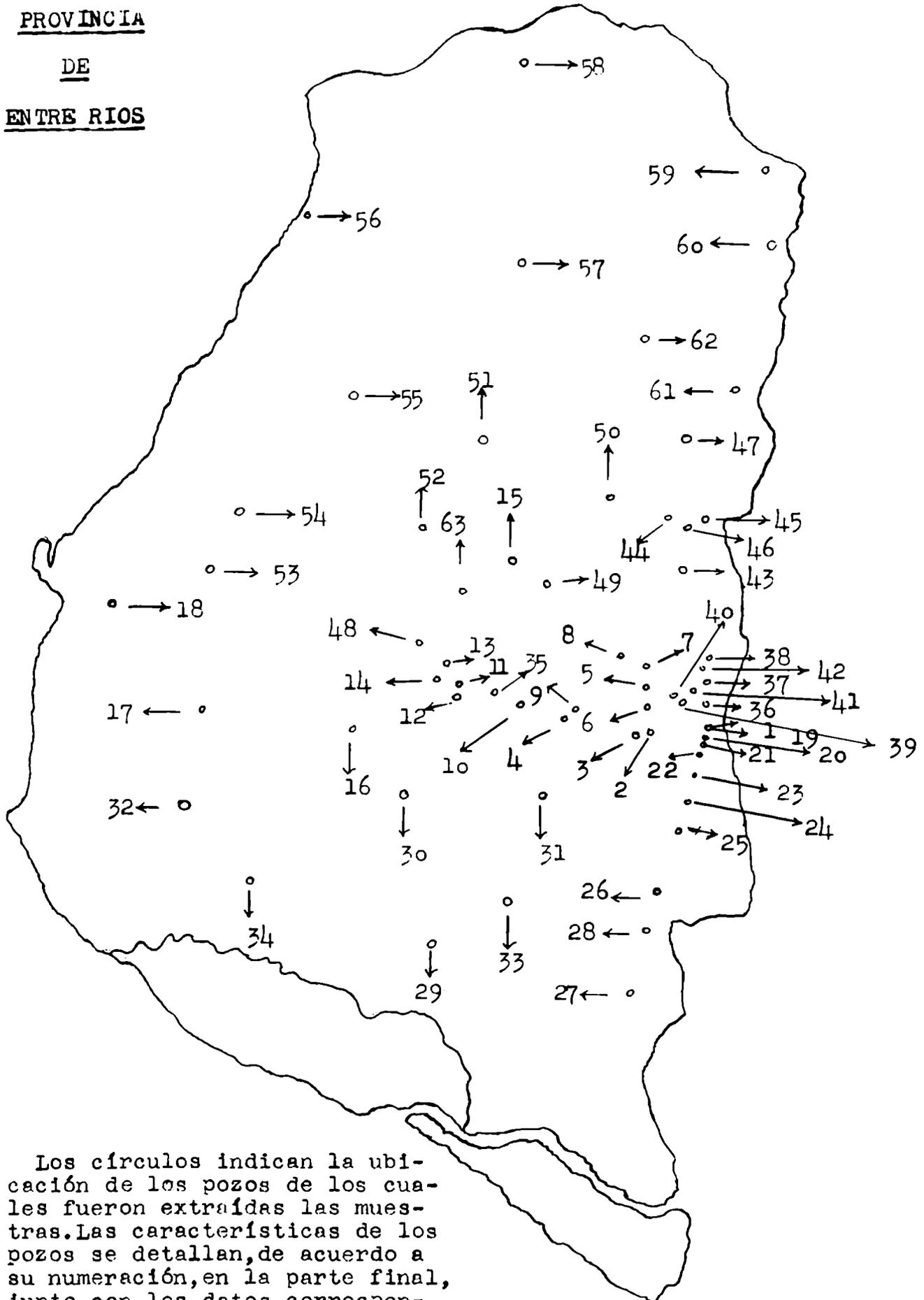
En lo que respecta a los otros elementos que se estudian, los datos hallados son los siguientes, a los cuales los expreso aparte del Vanadio por no tener ninguna significación, por sus valores constantes:

	Cloruros	Ioduros	Hierro	Arsénico
Muestra 1.	2,4 cg.	0,2 mg	0,5 mg	0,01 mg
" 2.	1 "	0,2 "	0,4 "	0,01 "
" 3.	2 "	0,1 "	0,3 "	0,01 "
" 4.	0,8 "	0,2 "	0,3 "	0,02 "
" 5.	1 "	0,1 "	0,4 "	0,02 "
" 6.	3,2 "	0,1 "	0,3 "	0,01 "
" 7.	2 "	0,2 "	0,4 "	0,01 "
" 8.	2,5 "	0,2 "	0,5 "	0,02 "
" 9.	1,5 "	0,1 "	0,3 "	0,01 "
" 10.	1,4 "	0,1 "	0,3 "	0,01 "
" 11.	2, "	0,1 "	0,5 "	0,02 "
" 12.	2,5 "	0,2 "	0,5 "	0,01 "
" 13.	0,8 "	0,1 "	0,3 "	0,03 "
" 14.	1 "	0,2 "	0,4 "	0,03 "

El círculo indica la zona donde se ha realizado las presentes determinaciones



PROVINCIA
DE
ENTRE RIOS



Los círculos indican la ubicación de los pozos de los cuales fueron extraídas las muestras. Las características de los pozos se detallan, de acuerdo a su numeración, en la parte final, junto con los datos correspondientes de cada una de las muestras analizadas.

Muestra extraída del pozo:	Cloruros	Ioduros	Hierro	Vanadio	Arsénico
1. Propiedad: Juan E. Lacava. Ubicación: 5 km. O. Uruguay. Pf: 45 m. Exp: 10 años. Extraída: 15/8/41	24 (°)	0,2	0,5	0,4	0,01
2. Propiedad: Fco. Giovanetti. Ubicación: 25 km. O. Uruguay. Pf: 11 m. Exp: 10 años. Extraída: 31/8/41	20	-	0,8	-	0,05
3. Propiedad: Juan Silva. Ubicación: 7 km. E. Est. Caseros Pf: 6 m. Exp: 12 años. Extraída: 31/8/41	5	0,1	0,4	-	0,01
4. Propiedad: Pedro Ublich. Ubicación: Villa Mantero. Pf: 22 m. Exp: 45 años. Extraída: 10/9/41.	3	0,1	0,8	-	0,01
5. Propiedad: F. Bourlot. Ubicación: Pronunciamento. Pf: 20 m. Exp: 15 años. Extraída: 26/9/41.	10	0,05	0,4	-	0,01
6. Propiedad: Escuela No. 6. Ubicación: Camino Uruguay-Pro- nunciamento. Pf: 15 m. Exp: 10 años. Extraída: 26/9/41.	3	0,2	1,7	-	0,02
7. Propiedad: C. Alió. Ubicación: I° de Mayo. Pf: 15 m. Exp: 12 años. Extraída: 26/9/41	6	0,2	1	-	0,02
8. Propiedad: J. Sigó. Ubicación: Camino I° de Mayo- Villaguay. Pf: 22 m. Exp: 10 a- ños. Extraída: 26/9/41.	3	0,1	1	-	0,05
9. Propiedad: A. Bonifus. Ubicación: Proximidad Villa Mantero. Pf: 22 m. Exp: 20 años Extraída: 15/11/41.	3	0,1	0,8	-	0,01
10. Propiedad: Friednan Hnos Ubicación: Basavilbaso. Pf: 25 m. Exp: 11 años. Extraída: 19/11/41.	6	-	0,4	-	0,02
11. Propiedad: A. Marchese. Ubicación: Rosario Tala. Pf: 18 m. Exp: 25 años. Extraída: 18/11/41.	60	0,05	0,6	-	0,01
12. Propiedad: Pedro Perotti Ubicación: Camino Rosario Ta- la-Gueleguay. Prof: 20 m. Exp: 40 años. Extraída: 18/11/41	6	0,1	0,3	-	0,01
13. Propiedad: Juan C. Morelli Ubicación: Camino Rosario Ta- la-Maciá, Prof: 12 m. Exp: 28 a- ños. Extraída: 19/11/41	30	0,05	0,3	-	0,01

(°) Concentraciones expresadas en mg/Litro. - Pf: significa: Profundidad
Exp: Tiempo de explotación.

Muestra extraída del pozo:	Cloruros	Ioduros	Hierro	Vanadio	Arsénico
14. Propiedad: Vda Carlos Barbiero. Ubicación: Camiño Rosario Tala-Sola. Pf: 27 m. Exp: 2 meses. Extraída: 19/11/41	10	0,2	0,1	-	0,005
15. Propiedad: A Robledo. Ubicación: Villaguay. Pf: 15 m. Exp: 20 años. Extraída: 20/11/41.	7	0,1	1	-	0,02
16. Propiedad: Bono Pasta Ubicación: Lucas Gonzalez Pf: 14 m. Exp: 30 años. Extraída 5/12/41	60	0,2	0,4	-	0,01
17. Propiedad: A. Medvescigh. Ubicación: Hernández. Pf: 15 m. Exp: 2 años. Extraída: 5/1/42	7	0,05	0,2	-	0,03
18. Propiedad: P. Dorato. Ubicación: Crespo. Pf: 66 m. Exp: 16 años. Extraída: 7/1/42.	18	0,2	0,6	0,05	0,02
19. Propiedad: José Belbey. Ubicación: 5 km. Oeste Uruguay. Pf: 28 m. Exp: 11 años. Extraída: 17/11/41	10	0,2	0,4	0,4	0,01
20. Propiedad: Juan P. Scatena Ubicación: 8 km. S Uruguay. Pf: 25 m. Exp: 8 años. Extraída: 17/11/41	60	0,05	0,3	-	0,01
21. Propiedad: Pedro Cazzulino Ubicación: 11 km. S. Uruguay. Pf: 16 m. Exp: 2 años. Extraída: 17/8/41	50	0,1	0,6	-	-
22. Propiedad: Estancia Santa Cándida. Ubicación: 23 km. S. Uruguay. Pf: 16 m. Exp: 8 años. Extraída: 24/8/41.	20	0,1	0,9	-	0,03
23. Propiedad: Estancia Centella. Ubicación: 35 km. S. Uruguay Pf: 18 m. Exp: 2 años. Extraída: 24/8/41	20	0,1	0,5	-	-
24. Propiedad: Pedro Quiroga. Ubicación: 47 km. S Uruguay. Pf: 15 m. Exp: 3 años. Extraída: 24/8/41	24	0,17	0,9	0,05	0,05
25. Propiedad: F. Blanc. Ubicación: 59 km. S Uruguay. Pf: 12 m. Exp: 10 años. Extraída 24/8/41	7	-	0,6	-	0,02
26. Propiedad: Alberto Mergaría. Ubicación: Gualaguaychú. Pf: 15 m. Exp: 10 años. Extraída: 25/1/42	10	0,2	0,5	-	0,01

Muestra extraída del pozo:	Cloruros	Ioduros	Hierro	Vanadio	Arsénico
27. Propiedad: F. Cuadra. Ubicación: Perdices. Pf: 20 m. Exp: 5 años. Extraída: 31/8/41.	1	0,05	0,6	-	0,01
28. Propiedad: Ramón Lado. Ubicación: Camino Gualeguaychú Puerto Constanza. Pf: 22 m. Exp: 6 años. Extraída: 31/8/41	3	0,1	0,5	-	0,02
29. Propiedad: Municipalidad. Ubicación: Gualeguay. Pf: 18 m. Exp: 8 años. Extraída: 8/12/41 a 10 años .	5	0,1	0,6	-	0,02
30. Propiedad: Jacobo Ajemlat Ubicación: Galarza. Pf: 25 m. Exp: 10 años. Extraída: 5/1/42.	5	0,1	0,4	-	0,03
31. Propiedad: Juan Fara. Ubicación: Urdinarrain. Pf: 25 m. Exp: 25 años. Extraída: 10/1/42.	8	0,1	0,4	-	0,02
32. Propiedad: E. Irigoyen. Ubicación: Victoria. Pf: 22 m. Exp: 15 años. Extraída: 5/1/42.	15	0,1	0,5	-	0,02
33. Propiedad: Salvador Carbano Ubicación: Larroque. Pf: 15 m. Exp: 6 años. Extraída: 16/1/42.	5	0,1	1	-	0,01
34. Propiedad: Menotti Achinelli Ubicación: Rincón. Pf: 31 m. Exp: 20 años. Extraída: 5/1/42	10	0,1	0,4	-	0,01
35. Propiedad: E. A. de Etchegorry Ubicación Rocamora. Pf: 26 m. Exp: 31 años. Extraída: 10/1/42	12	0,1	0,2	-	0,02
36. Propiedad: L. Gianera. Ubicación: 12 km. N. Uruguay. Pf: 15 m. Exp: 13 años. Extraída: 31/8/41.	50	0,1	0,3	0,05	0,01
37. Propiedad: Adolfo Wazer. Ubicación: 22 km. N. Uruguay. Pf: 8 m. Exp: 5 años. Extraída: 31/8/41.	9	0,1	0,2	-	-
38. Propiedad: José Allois. Ubicación: 33 km. N. Uruguay. Pf: 8 m. Exp: 12 años. Extraída: 31/8/41.	9	0,1	2,5	-	-
39. Propiedad: José Merelle Ubicación: 18 km. N. O. Uruguay Pf: 20 m. Exp: 10 años. Extraída: 31/8/41	6	0,1	0,6	-	0,01

Muestra extraída del pozo:	Cloruros	Ioduros	Hierro	Vanadio	Arsénico
40. Propiedad: V. Ansa. Ubicación: 25 km. N.O. Uruguay Pf: 12 m. Exp: 7 años. Extraída: 22/8/41.	20	0,05	0,8	-	0,02
41. Propiedad: José M. Pascal Ubicación: Desviación Camino Uruguay-Colón, a 5 km. de la (40) Pf: 6 m. Exp: 5 años. Ext: 26/9/41	3	0,05	0,8	-	0,02
42. Propiedad: J. Dodera Ubicación: Camino Uruguay-San Salvador. Pf: 15 m. Exp: 12 años Extraída: 26/9/41	6	0,05	0,2	-	0,005
43. Propiedad: J. Deymonaz. Ubicación: Estación Clarita. Pf: 40 m. Exp: 25 años. Extraída: 15/9/41	3	-	3	-	0,01
44. Propiedad: A. Casanovas. Ubicación: Arroyo Barú. Pf: 28 m. Exp: 18 años. Extraída 15/9/41.	12	0,2	4	-	0,01
45. Propiedad: Bañadero Oficial San Ignacio a 15 km. N. Ubajay 2° Napa. Pf: 38 m. Exp: 12 años Extraída: 15/8/41.	3	0,15	1	-	-
46. Propiedad: Bañadero Oficial Ubajay, 10 km. O. Ubajay. 2° Napa Pf: 25 m. Exp: 2 años. Extraída: 25/8/41.	3	0,1	0,6	-	0,005
47. Propiedad: M. Mancinelli. Ubicación: General Campos. Pf: 34 m. Exp: 6 años. Extraída 14/1/42.	10	0,1	0,5	-	0,01
48. Propiedad: R. Cerolini. Ubicación: Estación Maciá. Pf: 10 m. Exp: 40 años. Extraída: 31/12/41.	14	0,1	0,2	-	0,01
49. Propiedad: Piana Hnos. Ubicación: Domínguez. Pf: 22 m. Exp: 10 años. Extraída: 27/12/41.	9	0,2	0,6	-	0,04
50. Propiedad: Isaias Rivelis. Ubicación: Jubileo. Pf: 15 m. Exp: 15 años. Extraída: 1/2/42	20	0,2	0,5	-	0,02
51. Propiedad: E. Bellera. Ubicación: Lucas Norte. Pf: 32 m. Exp: 22 años. Extraída: 15/1/42.	10	0,1	0,6	-	0,03
52. Propiedad: López y Cía. Ubicación: Mojones. Pf: 40 m. Exp: 25 años. Extraída: 14/1/42.	15	0,2	0,8	-	0,02

Muestra extraída del pozo:	Cloruros	Ioduros	Hierro	Vanadio	Arsénico
53. Propiedad: Carlos Gallo. Ubicación: Viale. Pf: 25 m. Exp: 15 años. Extraída: 5/2/42.	16	0,2	0,8	0,05	0,03
54. Propiedad: A. Rochi. Ubicación: María Grande. Pf: 20 m. Exp: 10 años. Extraída: 31/1/42.	10	0,2	0,5	-	0,01
55. Propiedad: Juan Leishman Ubicación: Bovril. Pf: 32 m. Exp: 15-20 años. Extraída: 6/2/42.	10	0,1	0,6	-	0,04
56. Propiedad: Simón Rodríguez Ubicación: La Paz. Pf: 18 m. Exp: 16 años. Extraída: 3/2/42.	5	-	1,0	-	0,02
57. Propiedad: Luis Barrios. Ubicación: Federal. Pf: 14 m. Exp: 31 años. Extraída: 8/12/41.	20	0,1	0,3	-	0,04
58. Propiedad: José Cuello. Ubicación: San José de Feliciano. Pf: 25 m. Exp: 30 años. Extraída: 30/1/42.	15	0,1	0,6	-	0,02
59. Propiedad: Darío Méndez. Ubicación: Chajarí. Pf: 21 m. Exp: 15 años. Extraída: 1/2/42.	6	0,1	0,7	-	0,01
60. Propiedad: Raúl Reinanti. Ubicación: Federación. Pf: 25 m. Exp: 30 años. Extraída: 10/1/42.	6	0,2	1,2	-	0,03
61. Propiedad: E. Katz. Ubicación: Yerúa. Pf: 18 m. Exp: 15 años. Extraída: 25/1/42.	5	-	0,6	-	0,01
62. Propiedad: Estancias Margaritas. Ubicación: Buena Vista. Pf: 15 m. Exp: 10 años. Extraída: 2/2/42.	8	0,1	0,5	-	0,02
63. Propiedad: José Cerolini Ubicación: Durazno. Pf: 20 m. Exp: 15 años. Extraída: 20/1/42.	12	0,1	0,8	0,05	0,02

Conclusiones.

De acuerdo a los datos obtenidos, puede decirse, respecto de los diferentes elementos en estudio, lo siguiente:

En lo que respecta al Iodo y al Arsénico, se puede decir que se presentan de un modo constante, en concentraciones que varían entre límites bastantes estrechos. En efecto, para el Iodo esos límites son: 0,05-0,2 mg/litro, predominando 0,1 mg/litro.

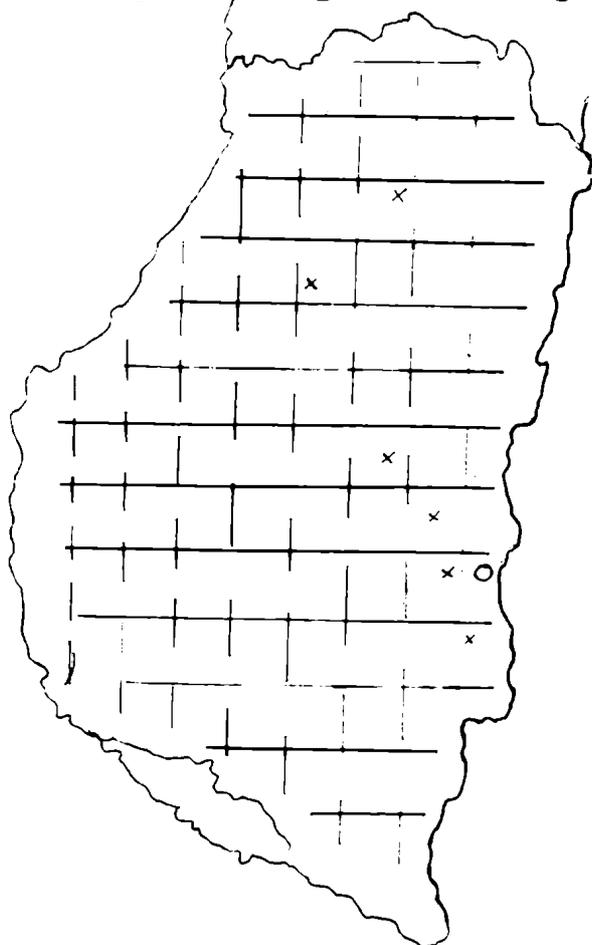
Para el Arsénico los datos obtenidos varían generalmente entre 0,01-0,02 mg/litro, habiéndose dosado también 0,03 mg/litro y hasta 0,05 mg/litro, como límite máximo; en otras muestras, muy escasas, ha dado reacción negativa y en algunas se dosó 0,005 mg/litro.

En cambio, El Vanadio no se presenta de un modo constante en las aguas y es así como sólo se lo ha hallado en determinada región y especialmente en aguas más profundas, como oportunamente se indicó. En algún caso aislado se lo ha dosado en mínima cantidad, en el límite mismo de sensibilidad de la reacción. Por lo tanto, no es el Vanadio un elemento de presencia constante en las aguas subterráneas analizadas.

Por lo que se refiere al Cloro y al Hierro, si bien son de presencia constante en las aguas, sus concentraciones en las mismas varían entre límites bastantes amplios, de 3-120 mg/litro para el Cloro y entre 0,1-4 mg/litro para el Hierro, siendo más frecuente 0,3-0,5 mg/litro.

Cabe agregar, referente al Cloro que su concentración varía apreciablemente aún en aguas de pozos cercanos en los cuales la concentración de los otros elementos se mantiene extremadamente constante, como se puede apreciar en las muestras 40 y 41, extraídas de pozos distantes 5 km. y en las otras muestras vistas en el estudio de la presencia del Vanadio.

El mapa que sigue traduce graficamente estas conclusiones:



Línea azul: Presencia de Iodo en concentraciones entre 0,1-0,2 mg/litro.

" roja: Presencia de Arsénico en concentraciones que varían entre: 0,01-0,02 mg/litro.

Cruz roja: Puntos de máximas concentraciones de Arsénico: 0,04-0,05 mg/litro.

Círculo rojo: Presencia de Vanadio. Concentración: 0,4-mg/l.

Bibliografía.

Anales Asociación Química Argentina. Julio 1940. Página 108.

Boletín O.S.N. Año 4. Agosto 1940. No. 38. Página 135.

Zeitschrift Fur Analytische Chemie. Tomo 118. Año 1939. Pagina 90.

O.S.N. Métodos de análisis de agua. II° Edición 1929. Página 10-30-50

Scott. Standards Methods of Chemical Analysis-Fourth Edition-Volume One-Pagina 237.

Official and Tentative Methods of Analysis of the Association of official Agricultural Chemists. A.O.A.C. Fourth Edition. 1935. Pag 522

I.M. Kolthoff and E.B. Sandell-Textbook of Quantitative Inorganics Analysis 1937. Pagina 635 -593 -299 -159.

F.P. Treadwell. Tratado de Química Analítica Cualitativa. Pag: 242. Segunda Edición Española.

Autógrafos
