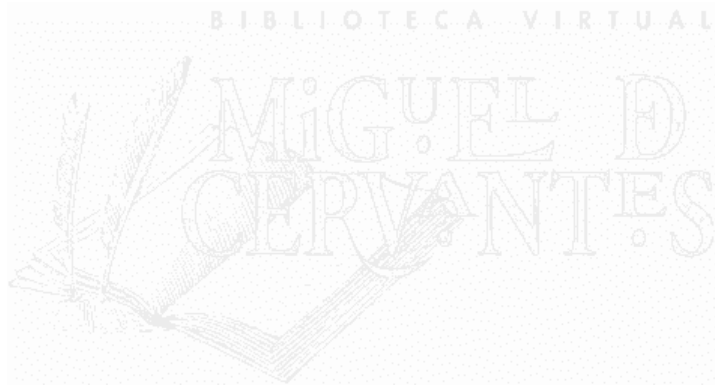




**5) INSTRUMENTOS, MATERIAL Y
REACTIVOS**



I. Instrumentos

Aparte de otro instrumental más común en un laboratorio (balanza, pHmetro, mufla, ...), se utilizó el que se describe a continuación.

Espectrofotómetro de absorción atómica Perkin-Elmer modelo 1100B, con corrector de fondo de deuterio y equipado con una cámara de grafito HGA-700 y un muestreador automático AS-70 (Perkin-Elmer GmbH, Überlingen, RFA), usado en los trabajos tratados en los capítulos I, II y parte del III de la Parte Experimental.

Espectrofotómetro de absorción atómica Perkin-Elmer modelo 1100B, con corrector de fondo de deuterio y equipado con una cámara de grafito HGA-400 y un muestreador automático AS-40 (Perkin-Elmer), usado en los trabajos tratados en el resto del capítulo III y en el IV de la Parte Experimental.

Lámpara de mercurio de descarga sin electrodos, operada a 4W, conectada a su fuente de energía; lámpara de cátodo hueco de plata (todo de Perkin-Elmer).

Tubos de grafito pirolítico equipados con plataforma de L'vov (Perkin Elmer).

Espectrofotómetro UV-VIS Hitachi U-2010 (San José, California, EEUU), equipado con un compartimento termostatzable para la cubeta.

Horno de microondas doméstico Moulinex Micro-Chef 700 (París, Francia), con una frecuencia de microondas de 2450 MHz y una potencia máxima de salida de 700 W.

Para las destilaciones con energía de microondas, se utilizó un reactor o bomba de PTFE (fabricado según el diseño del Departamento de Química Analítica de la Universidad de Valencia), con un volumen interno de 120 cm³, 10 mm de grosor en las paredes y tapa hermética de rosca. En el interior del reactor, y en su parte superior, se colocó un disco de PTFE perforado, para evitar la eyección de la muestra durante la destilación. Por último, un tubo de PTFE (diámetro interno: 1,57 mm) se pasó a través de los agujeros de ventilación del horno de microondas y se conectó por su extremo en el exterior del horno a un difusor de gases, que se sumergió a su vez en la disolución receptora. El otro extremo del tubo se introdujo en la bomba de PTFE a través de un agujero practicado en su tapa (en las figuras 3.III.10 y 3.III.11 se muestra el montaje de destilación completo).

Horno de microondas doméstico Portland DMR-140 (CEE), con una frecuencia de microondas de 2450 MHz y una potencia máxima de salida de 1000 W.

II. Material

Aparte del material de vidrio, plástico o porcelana utilizado habitualmente en un laboratorio hay que señalar los siguientes útiles: cubiletes de PE y de PTFE (Perkin-Elmer) para el muestreador automático; botellas de boca ancha de HDPE de 250 cm³ (Bibby Sterilin Ltd Stone, Staffs, Reino Unido) para el estudio de la distribución de las microondas dentro del horno.

III. Limpieza del material

Todo el material (de vidrio, de plástico, de porcelana o de PTFE) se lavó con agua y jabón y se mantuvo durante 48 h en HNO₃ 10 % (m/v), y después se enjuagó varias veces con agua ultrapura antes de su uso. En ocasiones, se hicieron lavados más rápidos utilizando HNO_{3(c)} en lugar de la disolución citada.

Para la limpieza del tubo de salida de la destilación, fue suficiente con colocar 50 ml de agua ultrapura en la bomba y 25 ml de agua de carga adicional en el horno y hacer funcionar el horno durante 3 min a máxima potencia (700 W), dejando que el vapor de agua generado se difundiera en el aire a través del difusor de gases.

IV. Reactivos

Los reactivos utilizados eran, al menos, de calidad “reactivo”, y entre ellos cabe destacar los que se indican a continuación, agrupados por fabricante:

a) *Aldrich Chemical, Milwaukee, WI, EEUU*: NaCN, reactivo ACS; Na₂S.H₂O, reactivo ACS; Pd en polvo, 99.999 %.

b) *BCR, Bruselas, Bélgica*: CRM BCR n° 150, *leche en polvo desnatada enriquecida*, con un contenido certificado en yodo de 1,29 ± 0,09 µg/g; CRM BCR n° 151, *leche en polvo desnatada enriquecida*, con un contenido certificado en yodo de 5,350 ± 0,014 µg/g.

c) *BDH Chemicals, Poole, Reino Unido*: Disolución patrón de AgNO₃, preparada en HNO₃ 1 N, para AAS, con un contenido en Ag de 1 mg/ml; Et₂N.CS.SNa.3H₂O (NaDDC), AnalaR; HNO₃, 69,0-70,5 %, AristaR; H₂NOH.HCl, Spectrosol bajo en Hg; IBMK, AnalaR; NH₄H₂PO₄, AnalaR; Mg(NO₃)₂.6H₂O, AristaR.

ch) *Carburos Metálicos, Barcelona, España*: Aire sintético, C45; O₂, C45.

d) *Carlo Erba, Milán, Italia*: H₂SO₄, 96 %, RPE-ACS; NaOH, RPE-ACS;

e) *Merck, Darmstadt, RFA*: AcONa.3H₂O, p.a.; As₂O₃ resublimado, p.a.; CCl₄, 99 %, reactivo ACS; (C₆H₁₀O₅)_n (Almidón soluble), p.a.; 2,2'-dipiridilo, p.a.; MeOH, grado gradiente; Na₂CO₃ anhidro, p.a.; NaNO₂ en barritas, p.a.; Na₂HAsO₄.7H₂O, p.a.

f) *Panreac-Montplet & Esteban, Barcelona, España*: Disolución patrón de Hg(NO₃)₂, preparada en HNO₃ 1 N, AA para espectrofotometría, con un contenido en Hg de 1,000 ± 0,002 g/l; KOH en lentejas, 85 %, p.a.

g) *Scharlau, Barcelona, España*: AcOH glacial, 99,8 %, grado HPLC; Monohidrato de 1,10-fenantrolina, p.a.; (NH₄)₂HPO₄, p.a.; HCl, 37 %, r.g.

h) *Otros fabricantes*: Agua ultrapura, resistividad 18 MΩ·cm, Milli-Q water purification system, Millipore, Bedford, MA, EEUU; Ar N50, pureza 99,999 %, SEO, Madrid, España; Ce(NO₃)₃, purísimo, FEROSA, Barcelona, España; KI, ACS reagent, Sigma Chemical, St. Louis, MO, EEUU; (NH₄)₂Ce(NO₃)₆, reactivo, Probus, Badalona, España.

V. Preparación del modificador de paladio

La *disolución acuosa de paladio* se preparó como sigue, basándose en lo propuesto en la bibliografía (Welz y cols. 1988): se disuelven 300 mg de polvo de paladio en 1 ml de HNO_{3(c)} (normalmente se deja en un recipiente herméticamente cerrado hasta el día siguiente) y luego se diluye a 100 ml con agua ultrapura (lo cual da una disolución de 3000 µg/ml de paladio). Si la disolución del polvo fuera incompleta (ya antes de enrasar a 100 ml), se añaden 10 µl de HCl_(c) a la disolución fría y se calienta hasta ebullición suave, para eliminar el Cl⁻ en exceso.

La *disolución de paladio en IBMK*, de acuerdo con lo indicado en el capítulo III de la Introducción de esta memoria, se preparó de la forma siguiente: 1 ml de la disolución acuosa de 3000 µg/ml de paladio se colocó en un embudo de decantación junto con 1 ml de una disolución 2 % (m/v) de NaDDC y 5 ml de agua ultrapura. Se añaden 10 ml de IBMK y se agita durante 1 min, con lo cual el Pd(DDC)₂ formado se extrae cuantitativamente. De este modo, el extracto tiene una concentración de 300 µg/ml. Se puede variar el volumen y/o la concentración de la disolución acuosa de paladio de partida, así como el volumen de extractante, según la concentración de paladio que se desee obtener en el extracto.

VI. Residuos

Los residuos peligrosos generados por el trabajo experimental desarrollado (disoluciones de Hg(II), disoluciones en IBMK, disoluciones en otros disolventes no acuosos, etc.) se recogieron en recipientes adecuados y fueron retirados por el Servicio de Recogida de Residuos Tóxicos y Peligrosos de la Universidad de Santiago de Compostela.

