

## Trabajos de colaboración

CATEDRA DE QUIMICA ANALITICA DE LA FACULTAD DE CIENCIAS  
Y ESTACION EXPERIMENTAL DEL ZAJIDIN DEL C. S. I. C.

Prof. Dr. F. Capitán

### Estequiometría del complejo Carmín · Boro

F. Capitán García y M. Lachica Garrido

#### Introducción

Uno de los métodos más ampliamente utilizados para la determinación de Boro es el que hace uso de Carmín como reactivo. Este método fue propuesto por Hatcher y Wilcox en 1950 (1).

El Carmín reacciona con el Boro en medio sulfúrico concentrado dando lugar a un complejo de color azul que cumple la ley de Beer en el intervalo de concentraciones comprendido entre 0 y 20 microgramos de Boro, lo que permite la determinación espectrofotométrica de este elemento. Se conocen las condiciones óptimas de formación de este complejo y los factores que la afectan, pero hasta el momento se desconocía su estequiometría.

#### Parte experimental y discusión

##### Reactivos:

- 1.—Acido sulfúrico concentrado Probus R. A.

- 2.— Ácido carmínico ( $C_{22}H_{20}O_{13}$ ). Se preparó una disolución  $10^{-3}M$  pesando 0,1231 g. del producto Merck R.A., que se disolvió en una pequeña cantidad de  $SO_4H_2$  conc., completando finalmente a un volumen de 250 c. c. con el mismo ácido.
- 3.— Ácido bórico. Se obtuvo una disolución  $10^{-2}M$  por pesada de 0,1546 g. de  $BO_3H_3$  Schuchardt R. A., completando a un volumen de 250 c.c. con  $SO_4H_2$  conc. De esta disolución se preparó, por conveniente dilución, una solución  $10^{-3}M$ , que es la que utilizamos a lo largo del trabajo.

#### Aparatos:

Espectrofotómetro Beckman mod. DU; se utilizaron cubetas de 1 cm. Corex.

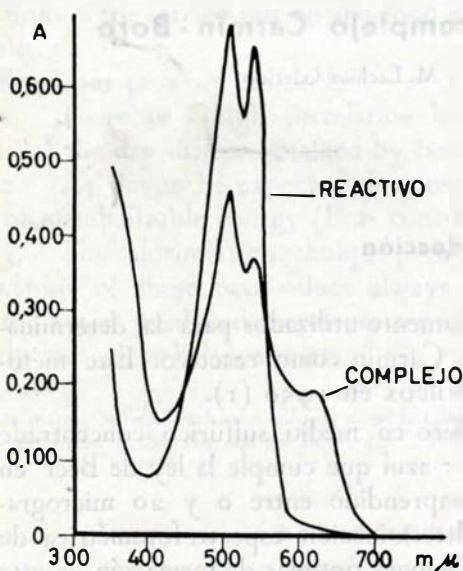


FIGURA - 1 -

en reposo para que la reacción tuviera lugar, transcurrida la cual se enrasó con  $SO_4H_2$  conc.

La figura 1 muestra que aparece un nuevo máximo a  $615m\mu$ , el cual es debido a la formación del complejo.

En ambos casos las absorbancias fueron medidas frente a un blanco de ácido sulfúrico.

#### Curva espectral del reactivo:

Se obtuvo tomando 2 c. c. de la solución de ácido carmínico y llevando a 50 c. c. con  $SO_4H_2$  conc. La figura 1 muestra dos acusados picos a 510 y  $540m\mu$  en que la absorción del reactivo es máxima.

#### Curva espectral del complejo carmín-boro:

Fue obtenida poniendo en un matraz aforado de 50 c. c., 5 c. c. de la solución de ácido bórico y 2 c. c. de la de ácido carmínico. Después de mezclar bien ambas, se dejó una hora

*Naturaleza del Complejo:*

Se han utilizado tres métodos para la determinación del mismo: El de las variaciones continuas de Job (2) modificado por Vosburgh y Cooper (3), el de la razón molar de Yoe y Jones (4) y el de la razón de pendientes de Harvey y Manning (5) modificado por Venkateswarlu y Raghava Rao (6).

I.—Para la realización del método de las variaciones continuas las soluciones se prepararon poniendo  $x$  c.c. de la solución de ácido carmínico y  $(6-x)$  c.c. de la solución de ácido bórico. Se dejaron una hora en reposo, después de bien mezcladas, y se enrasaron a 25 c.c. con  $SO_4H_2$  conc.

Los valores de la absorbancia de estas soluciones frente a un blanco de ácido sulfúrico conc. se midieron a longitudes de onda de 570, 615,

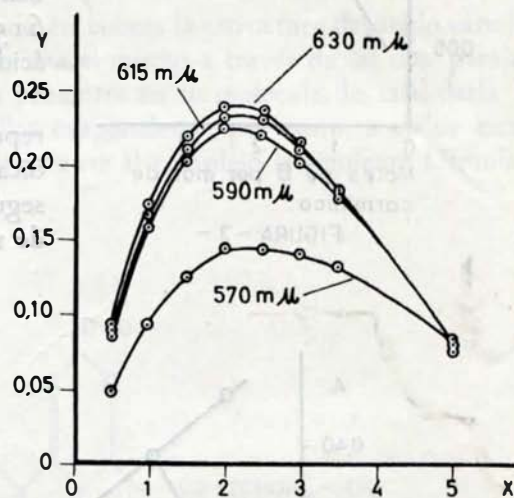


FIGURA - 2 -

590 y 630 mμ. Los valores de la función Y ( $Y = A_{obs.} - A_{calc.}$ ) se dedujeron de los valores de  $A_{obs.}$  y  $A_{calc.}$  hallados experimentalmente.

De los resultados obtenidos, representados en la Figura 2, se deduce que  $n = 1/2$  y, por tanto, la razón carmínico: bórico es 1:2.

II.—Al aplicar el método de la razón molar, las soluciones se prepararon de forma que se mantuvo constante la concentración de reactivo, mientras que la de boro se fue incrementando. Para ello se pusieron en matraces de 25 c. c., 1 c. c. de la solución de ácido carmínico y cantidades crecientes de ácido bórico; después de bien mezcladas dichas soluciones, se dejaron una hora en reposo, se enrasaron con  $SO_4H_2$  conc. y se midieron los correspondientes valores de la absorbancia a 615

$m\mu$  frente a un blanco de ácido sulfúrico. Los resultados, representados en la figura 3, indican, aproximadamente, una razón carmínico: bórico de 1:2.

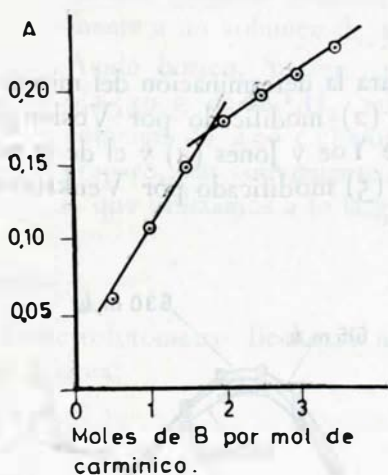


FIGURA - 3 -

III.—Se operó en condiciones similares a las ya descritas para los anteriores métodos, midiéndose los valores de la absorbancia a una longitud de onda de  $615 m\mu$  frente a un blanco de ácido sulfúrico.

Los resultados obtenidos se representan en la figura 4, indicando que el complejo se forma según una razón carmínico: bórico de 1:2.

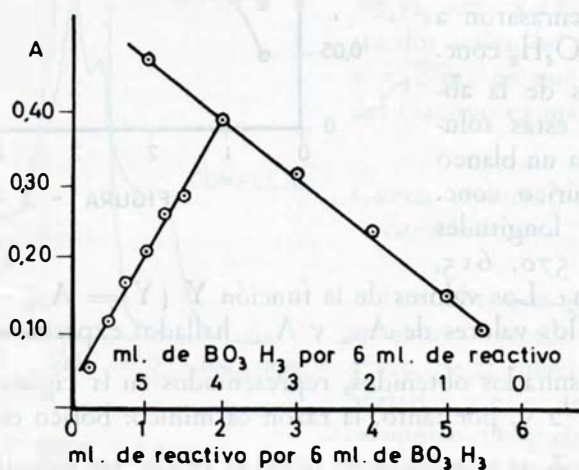
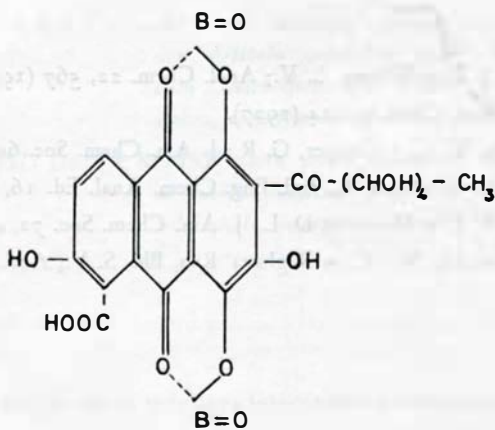


FIGURA - 4 -

### Conclusión

Los resultados obtenidos por los métodos anteriormente citados permiten afirmar que la estequiometría del complejo azul que se forma, al reaccionar en las condiciones indicadas el ácido carmínico con el bórico, es de 1:2.

Por otra parte, teniendo en cuenta la estructura del ácido carmínico, es probable que el boro se una al mismo a través de las dos parejas de grupos reactivos idénticos presentes en su molécula, lo cual daría lugar a la formación de dos anillos exagonales y, por tanto, a ciclos estables. Según esto, parece posible asignar al complejo la siguiente fórmula:





### SUMMARY

The nature of the boron-carmine complex in solution is established by three methods. These were the method of continuous variations by Job and modified by Vosburgh and Cooper, the mole ratio method proposed by Yoe and Jones, and the slope ratio method of Harvey and Manning and modified by Venkateswarlu and Raghava Rao.

The results obtained by the three methods indicate that the empirical formula of the boron complex is two atoms of boron to one molecule of the reagent.

### BIBLIOGRAFIA

- (1) Hatcher, J. T. y Wilcox, L. V.; *Anal. Chem.* 22, 567 (1950).
- (2) Job, P.; *Ann. Chim.* 9, 114 (1927).
- (3) Vosburgh, W. C. y Cooper, G. R.; *J. Am. Chem. Soc.* 63, 437 (1941).
- (4) Yoe, J. H. y Jones, A. L.; *Ind. Eng. Chem. Anal. Ed.* 16, 111 (1944).
- (5) Harvey, A. E. y Manning, D. L.; *J. Am. Chem. Soc.* 72, 4488 (1950).
- (6) Venkateswarlu, W. C. y Raghava Rao, Bh., S. V.; *Anal. Chim. Acta* 13, 79 (1955).