

sulfato, 14.5 g del cloruro, o 17.5 g del nitrato —todas éstas en la forma del compuesto hexahidratado), y se añade una solución constituida por 7 g de cianuro de potasio puro en 100 ml de agua, efectuando la adición lentamente, gota a gota y agitando. El líquido, así como el precipitado verde-grisáceo del cianuro de níquel hidratado, se sujetan a digestión durante una hora en baño María (opcional) con objeto de que el sólido se transforme en un material que pueda filtrarse fácilmente. El precipitado se recoge en un embudo Buchner, se lava con tres porciones de 20 ml de agua caliente, y se comprime bien.

La pasta húmeda de residuo y el papel filtro se transfieren hacia una cápsula pequeña, en donde el papel se separa cuidadosamente del material sólido, el cual se vuelve a humedecer con un volumen aproximado de 10 ml de agua. Mediante la adición de una mezcla que contenga 7 g de cianuro de potasio en 15 ml de agua, el cianuro de níquel se disuelve formándose una solución de color rojo-anaranjado. El líquido transparente se evapora en baño María hasta lograr la cristalización, se enfría en hielo, se filtra por succión y se deseca en aire.

Rendimiento = 12-13 g

La adición de cianuro de potasio a la solución acuosa de la sal da lugar a un oscurecimiento notable del color, lo cual probablemente se deba a la formación del ion hexacianoniquelato (II) inestable. Los ácidos minerales descomponen a la sal compleja para formar el cianuro de níquel; los oxidantes alcalinos destruyen el material con la producción del óxido de níquel (III) hidratado negro.

Referencias

1. I, Vol. 2:227; P:558.
2. Corbet, *J. Chem. Soc.*, 1926:3190.

67. Tetrayodomercuriato (II) de potasio bihidratado*



Una solución que contenga 13.5 g de cloruro mercúrico en 200 ml de agua, se mezcla con otra formada por 16.6 de yoduro de potasio en 150 ml de agua, y el precipitado rojo de yoduro mer-

cúrico se separa por filtración, se lava con agua en porciones de 25 ml, y se drena hasta eliminar la mayor cantidad de agua. A continuación, se disuelve en una mezcla caliente que contenga 16 g más de yoduro de potasio en 10 ml de agua, se decanta el líquido amarillo que sobrenada del pequeño residuo de yoduro mercúrico que quedó sin disolver, y se permite que cristalice *al vacío* en presencia de ácido sulfúrico concentrado. Las costras cristalinas que se forman en la superficie del líquido deberán romperse periódicamente. La pasta final de cristales, de coloración amarillo claro, se deshidrata totalmente en un desecador ordinario. Con base en el cloruro mercúrico que se utilice, el rendimiento es casi cuantitativo. El producto es delicuescente, y deberá guardarse en recipientes herméticamente cerrados para evitar la absorción de la humedad del aire.

El reactivo de Nessler, cuya aplicación en la determinación del amoniaco es bien conocida, es una mezcla de óxido mercúrico disuelto en una solución acuosa de yoduro de potasio.



Las sales de cobre (I) y de plata derivadas del ácido tetrayodomercúrico (II) manifiestan cambios de color al variar la temperatura, las cuales son del tipo reversible.

PREPARACIONES ANALOGAS

67a. Tetrayodomercuriato de cobre (

Preparació de compostos inorgànics
Sig: CC 4
Registre: 60143
CRP del Segrià

El yoduro mercúrico se precipita mezclando las soluciones formadas por 6.8 g de cloruro mercúrico y 8.3 g de yoduro de potasio. El material lavado se disuelve en 50 ml de agua conteniendo una cantidad semejante de yoduro de potasio, y se mezcla con una solución acuosa saturada constituida por 12 g de sulfato de cobre pentahidratado. A través de la mezcla se hace pasar una corriente de bióxido de azufre hasta que la precipitación sea completa y el líquido residual tenga una coloración muy débil.



La sal, de color rojo oscuro, se separa por filtración, se lava con agua, y se irriga con 50 ml de acetona para facilitar secado con aire caliente. El rendimiento es cercano a 20 g.

Por medio de un baño María, y de un tubo capilar para la determinación de la temperatura de fusión, se puede observar fácilmente el punto de transición del material rojo al negro. El procedimiento puede acelerarse mediante el calentamiento previo del baño a una temperatura aproximada de 65°C.

67b. Tetrayodomercuriato (II) de plata*

Se prepara la solución de la sal de potasio en 50 ml de agua (aplicando las observaciones indicadas para el caso del compuesto de cobre), y se mezcla con 8.5 g de nitrato de plata disueltos en 150 ml de agua. El precipitado, de color amarillo brillante, se separa igual que en el procedimiento anterior. El rendimiento es cuantitativo.

La determinación del intervalo de temperaturas en el que se presenta el punto de transición correspondiente a esta sal es igual a la indicada anteriormente. El color cambia del amarillo al rojo pasando a través del anaranjado.

Tanto la sal de cobre (I) como la de plata, pueden prepararse con mayor facilidad sometiendo simplemente a ebullición, durante 30 minutos, las suspensiones acuosas conteniendo las cantidades estequiométricas requeridas de los yoduros.



Referencias

1. B:37, 145; J:377; P:191.
2. Steger, *Z. physikal. Chem.*, 43:595 (1903).
3. Koch y Wagner, *Ibid.*, [B], 34:317 (1936).
4. Tamman y Veszi, *Z. anorg. Chem.*, 168:46 (1927).
5. Pernot, *Ann. Chim.*, [10], 15:1 (1931).
6. Meusel, *Ber.*, 3:123 (1870).

68. Tetrasulfocianatocobaltato (II) de potasio*



Una mezcla formada por 0.05 moles de una sal de cobalto (14.5 g del nitrato o 12 g del cloruro —ambas hexahidratadas), y 21 g de sulfocianato de potasio, se calienta en 30 ml de agua hasta que el material se haya disuelto totalmente. El líquido, de color azul intenso, se enfría en hielo hasta que la cristalización del nitrato o del cloruro de potasio sea completa, y luego se filtra por succión. El residuo se lava sucesivamente con acetato de etilo utilizando porciones de 10 ml hasta que dicho

residuo sea casi incoloro. El filtrado acuoso se junta con el disolvente, se transfiere a un embudo de separación, y luego se agita vigorosamente. Para distinguir la interfase líquida se tendrá que hacer uso de una luz de transmisión intensa, ya que las dos fases tendrán una coloración notable. La fase inferior (acuosa) se trata dos veces más con porciones de 25 ml del éster, después de lo cual tendrá que ser virtualmente incolora. En los extractos orgánicos combinados, se eliminan mecánicamente las gotas residuales de la solución acuosa, para lo cual se vierten cuidadosamente en una cápsula que se encuentre limpia y seca. El disolvente se suprime totalmente mediante un baño María, y el producto residual de color azul y de aspecto pegajoso se deseca *al vacío*. Tomando como base la cantidad de sal de cobalto que se utiliza, el rendimiento será casi cuantitativo.

Las soluciones acuosas concentradas del producto tienen un color azul que se transforma en rosado, cuando se efectúa la dilución, a causa de la disociación del complejo; el proceso es reversible si se añade sulfocianato de potasio sólido.



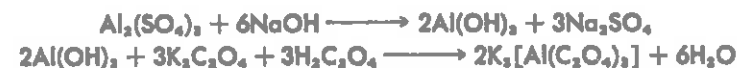
En este aspecto la sal de potasio reacciona exactamente igual que el compuesto de cobalto (véase la preparación No. 36).

Referencia

B:147.

69. Trioxalatoaluminato (III) de potasio trihidratado*

(I)



Una solución caliente conteniendo 67 g de sulfato de aluminio (18 moléculas de hidratación) en 300 ml de agua, se trata con 24 g de hidróxido de sodio en 300 ml de agua, y la mezcla resultante se somete a digestión durante 1 hora en un baño María. El material gelatinoso de hidróxido de aluminio se filtra por succión utilizando un embudo amplio, se lava tres veces con 50 ml de agua caliente, y luego se comprime bien.

[116(2)]