



# UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

## QUIMICA ANALITICA DEL CALCIO

**T E S I S**  
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:  
QUIMICO FARMACEUTICO BIOLOGO  
P R E S E N T A  
**María de Lourdes Pineda Vázquez**  
MEXICO, D. F. 1979



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

TESIS 1980  
M.T. ~~289~~ 281  
FECHA \_\_\_\_\_  
PROG. \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_



JURADO ASIGNADO OFICIALMENTE SEGUN EL TEMA:

PRESIDENTE:	PROF. CARLOS KOBEH HEREDE
VOCAL:	PROF. ALICIA BENITEZ ROMANDIA
SECRETARIO:	PROF. ALBERTO OBREGON PEREZ
1er. SUPLENTE	PROF. CIRA PIÑA PEREZ
2o. SUPLENTE	PROF. MARTHA RODRIGUEZ PEREZ

SITIO DONDE SE DESARROLLO EL TEMA:

BIBLIOTECA DE LA FACULTAD DE QUIMICA. UNAM  
BIBLIOTECA DEL INSTITUTO DE QUIMICA. UNAM

NOMBRE COMPLETO Y FIRMA DEL SUSTENTANTE:

María de Lourdes Pineda Vázquez

NOMBRE COMPLETO Y FIRMA DEL ASESOR DEL TEMA:

Ing. Alberto Obregón Pérez

A mis Padres:

Con éstas líneas quiero expresar mi gratitud, por el cariño, comprensión y apoyo que me han dado siempre.

A mi hermano José:  
Que me impulsó en todo mo  
mento para seguir adelante.

Al Prof. Alberto Obregón Pérez,  
por su ayuda, mi más sincero agra  
decimiento.

## I.- INTRODUCCION

El presente trabajo pertenece a una serie de tesis, sobre el tema de Química Analítica de los elementos de la tabla periódica, y en particular de sus métodos de análisis.

En ésta monografía QUIMICA ANALITICA DEL CALCIO, se proporciona una información general del mencionado elemento.

Además, se hace una revisión de los métodos de análisis reportados en el Analytical Abstracts del año 1972 a --- 1976, y en base a ésto, se elaboran los Indices cruzados, que son tablas en las que se agrupan los materiales por año y volumen, que incluyen la referencia con el correspondiente método de análisis. Se seleccionan los extractos de acuerdo a su im--portancia y aplicación en nuestro país.

## II.- GENERALIDADES

El calcio se encuentra en el grupo IIA de la tabla periódica, éstos elementos son comúnmente llamados metales alcalino térreos.

La palabra calcio se deriva del latín calx que significa cal (óxido de calcio), fue conocido por griegos y egipcios en la preparación de mortero.

En 1774, Scheele diferenció la barita (óxido de bario) del óxido de calcio.

En 1808, el calcio fue obtenido en forma metálica por Sir Humphry Davy, e independientemente, casi al mismo tiempo por Berzelius y Pontin. Davy preparó el metal por electrólisis del cloruro de calcio, mientras que los otros investigadores prepararon una amalgama de calcio electrolíticamente, extrayendo el mercurio por destilación.

El calcio es el quinto elemento en orden de abundancia en la corteza terrestre constituyendo el 3.64% de ella.

No existe libre en la naturaleza, combinado se encuentra como: carbonatos, sulfatos, silicatos, fosfatos y fluoruros.

Se encuentra principalmente en rocas, en las aguas de los ríos, en las llamadas minerales y en las marinas, como carbonato, bicarbonato y sulfato. Es un constituyente normal de la leche. En los huesos y dientes es importante para su formación, se encuentra también en pequeñas cantidades en la sangre, es esencial en la coagulación sanguínea.

## ESTADO NATURAL. MINERALES

El estado natural del calcio es en forma de minerales, entre los principales se pueden mencionar: carbonato de calcio, como piedra caliza, calcita; aragonita, creta y mármol; sulfato de calcio, como el yeso (sulfato de calcio dihidratado) y anhidrita (sulfato de calcio anhidro); silicato de calcio, como la wollastonita o metasilicato de calcio  $\text{CaSiO}_3$ , numerosos silicatos de calcio y otros metales, como anortita  $\text{CaAl}_2(\text{SiO}_4)_2$  y zeolitas; fluoruro de calcio, fluorita o espato flúor  $\text{CaF}_2$ , apatita  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot \text{CaF}_2$ .

### PIEDRA CALIZA

La piedra caliza es una roca de origen sedimentario, compuesta por un mínimo de 50% de carbonato de calcio, con porcentajes variables de impurezas. Está constituida por calcita ( $\text{CaCO}_3$ ) y de la doble sal de carbonato de calcio y magnesio ( $\text{CaCO}_3 \cdot \text{MgCO}_3$ ), la calcita es la más abundante.

Los colores más comunes de la piedra caliza van del blanco argentino, gris, azul-grisáceo y casi a negro, causado muchas veces por materiales orgánicos carbonados. El color amarillo a café rojizo se debe a compuestos de fierro, y de gris a verde-negro oscuro por la presencia de glauconita y serpentina.

La solubilidad de piedra caliza pura es 0.015 g se disuelven en un litro de agua a 25°C muy lentamente.

Densidad 2.6 a 2.9 g/cm<sup>3</sup> y una resistencia a la compresión de 1000 a 2000 kg/cm<sup>2</sup>.

La dureza de piedra caliza pura es de 2 a 3 en la escala de Mohs.

La piedra caliza es estable al calor y se descompone sin fundir.

A una temperatura de  $900^{\circ}\text{C}$  la piedra caliza se descompone a óxido de calcio y dióxido de carbono. Esta es la -- reacción base para la producción de cal.

De minas y canteras se obtiene la piedra caliza en forma de bloques.

Formas comerciales importantes:

Piedra caliza pura, contiene 95% o más de carbonato de calcio.

Piedra caliza con magnesio, contiene de 5 a 10% de carbonato de magnesio.

Piedra caliza dolomítica, contiene cerca de 10 a - 20% de carbonato de magnesio.

La piedra caliza está ampliamente distribuida en - depósitos de varios tamaños y grados de pureza.

De las rocas, la erosión a través de largos períodos de tiempo remueve el calcio llevándolo hacia el mar

En el agua de mar, especialmente las aguas profundas, el calcio ha sido precipitado por dos caminos: a) Precipitación química de carbonato de calcio, con cantidad suficiente de dióxido de carbono presente. b) Precipitación por - organismos marinos, diversas algas secretan carbonato de calcio, como es insoluble sedimenta en el fondo del mar.

Pequeñas cantidades de piedra caliza han sido depositadas en regiones volcánicas, en la formación de estalactitas y estalagmitas en cavernas.

Usos

La piedra caliza se usa en la industria de la cons

trucción en forma de bloques y losas.

Grandes cantidades de piedra caliza con contenido bajo de magnesio son usadas para la producción de cemento.

En la agricultura, para el tratamiento del suelo y para neutralizar suelos ácidos.

Se emplea para la fabricación de fierro y acero, - en la refinación de bauxita para la producción de aluminio, - en la fundición y purificación de cobre, plomo, manganeso y zinc.

La piedra caliza pura es la más importante materia prima para la producción de cal, carbonato de sodio, también en la industria del vidrio y papel.

#### . CALCITA

Generalmente la calcita se presenta en cristales o en agregados granulados finos o gruesos. Es de forma hexagonal.

Brillo vítreo a terroso. Color generalmente blanco a incoloro, pero pueden tener diversos tonos de grisáceo, rojizo, verdoso, azulado y amarillento. Si es impura, de pardo a negro. La variedad químicamente pura y ópticamente limpia e incolora, se conoce con el nombre de espato de Islandia.

Índice de refracción  $\omega = 1.486$ ,  $\epsilon = 1.658$ ; densidad  $2.75 \text{ g/cm}^3$ .

Un fragmento de mineral humedecido con HCl y calentado da una llama color rojo anaranjado. La solución concentrada da un precipitado de sulfato de calcio al añadirle unas gotas de ácido sulfúrico; no se formará ningún precipitado si la solución está diluída.

La calcita es uno de los minerales más ampliamente distribuidos, aparece como enormes y extensas masas de rocas sedimentarias, en las cuales la calcita es el mineral más importante.

#### Usos

La calcita se emplea para la fabricación de cementos y cal para la producción de morteros. El espato de Islandia tiene gran valor en la fabricación de diversos instrumentos ópticos, su empleo más conocido es en forma de prisma de Nicol.

#### ARAGONITA

La aragonita es una forma polimorfa inestable de la calcita a la temperatura y presión ordinaria. Es de forma ortorrómbica. Incolora, blanquecina, amarillenta pálida. Índice de refracción  $\alpha = 1.530$ ,  $\beta = 1.680$ ,  $\gamma = 1.685$ ; densidad -  $2.95 \text{ g/cm}^3$ .

La aragonita es menos común que la calcita. Se ha demostrado experimentalmente que las aguas que contienen carbonato de calcio depositan aragonita en caliente y calcita en frío.

El nácar de muchas conchas es aragonita. Se encuentra asociada a capas de yeso y depósitos de hierro, en donde adquiere formas parecidas al coral, denominadas flos ferri -- (flor del hierro). También formando cortezas fibrosas en la serpentina.

#### MARMOL

El mármol es una roca metamórfica. Es blanco y tie

ne diversos colores causados por impurezas. El color amarillo, café y rojo se debe a minerales de fierro, el verde a glauconita y serpentina, el gris o negro a la presencia de carbono. Estos colores pueden ser homogéneos o estar en forma de dibujos, vetas, bandas onduladas, manchas, del mismo o diferentes colores.

Superficies quebradizas del mármol muestran gran número de granos brillantes. Además, es translúcido y contiene fragmentos transparentes.

La formación de mármol depende de la metamorfosis de los depósitos de piedra caliza.

La explotación de mármol se hace de canteras.

En Carrara, Italia se encuentra la fuente más importante de mármol blanco. El de Florencia es de color amarillo, a veces verdusco, realzado por un dibujo oscuro. El de Grecia es de color verde. El mármol de Bélgica muestra un color rojo, azul, azul-gris, gris o negro. El de Francia es de color rojo, amarillo, beige, azul-gris, y el mármol negro puede tener vetas de varios colores.

#### Usos

El mármol se usa en la industria de la construcción, en esculturas y como ornamento.

#### DOLOMITA

La dolomita es una roca sedimentaria, constituida por la doble sal de carbonato de calcio y magnesio  $\text{CaCO}_3 \cdot \text{MgCO}_3$ . Sus características las dió a conocer Frenchman D. Dolomieu.

< Tiene brillo vítreo, perlado en algunas variedades. Generalmente con tonalidades rosadas; puede ser incolora, ---

blanquecina, verdosa, parda. Superficies frescas muestran un color gris pálido, y las que tienen más tiempo poseen color - café, debido a la oxidación de fierro ferroso, que es una impureza común de la dolomita. Densidad  $2.85 \text{ g/cm}^3$ ; índice de refracción  $\omega = 1.681$ ,  $\epsilon = 1.500$ ; dureza 3.5 a 4 en la escala de Mohs.

En ácido clorhídrico diluido y frío, los grandes fragmentos solamente son atacados lentamente, pero en polvo se disuelve rápidamente desprendiendo dióxido de carbono.

La dolomita es extraída de canteras y subsecuentemente es pulverizada.

Aparece principalmente en masas rocosas extensas formando la piedra caliza dolomítica, y su equivalente cristalino, el mármol dolomítico. Cerca de los depósitos de piedra caliza. La dolomita como roca, se cree que es de origen secundario, por transformación de la piedra caliza por reemplazamiento del magnesio por el calcio.

#### Usos

Como piedra de edificación y ornamentación. Para la fabricación de magnesia, que se emplea en la preparación de revestimientos refractarios.

#### YESO

El yeso es una forma mineral natural de sulfato de calcio dihidratado,  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ .

Sulfato de calcio dihidratado, forma cristales incoloros. Densidad  $2.3 \text{ g/cm}^3$ ; dureza 1.5 a 2 en la escala de Mohs. Solubilidad 2 g se disuelven en un litro de agua a  $20^\circ\text{C}$ . Es relativamente inerte con ácidos, álcalis y agentes oxidan-

tes.

Calentando a 120-130°C el dihidrato  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  elimina agua y es convertido a hemihidrato  $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$  (yeso calcinado, yeso mate), éste producto es enfriado y pulverizado. Cuando se calienta entre 190 y 220°C se obtiene sulfato de calcio anhidro (anhidrita soluble). La solubilidad de ambos es de 8 g/litro a 20°C.

La más importante propiedad del yeso calcinado es el endurecimiento, que consiste en la combinación con agua para formar el sulfato de calcio dihidratado y su precipitación en forma de finos cristales fibrosos, que son responsables de la masa sólida que se forma. Anhidrita soluble presenta la misma propiedad, pero ésta ocurre lentamente.

A temperaturas arriba de 500°C la anhidrita soluble es convertida a sulfato de calcio anhidro menos soluble, que es conocido como anhidrita insoluble, 2 g se disuelven en un litro de agua a 20°C. No forma fácilmente hidratos con agua.

El sulfato de calcio dihidratado, a una temperatura entre 900 y 1200°C se descompone a óxido de calcio y trióxido de azufre.

El yeso es extraído de canteras y minas, después se pulveriza y tamiza, sin un tratamiento especial es vendido o es calcinado.

El yeso está ampliamente distribuido, los depósitos se encuentran en la superficie o en el fondo del mar. Los depósitos comerciales han sido formados por evaporización de agua de mar, se encuentra cerca de los depósitos de piedra caliza, de azufre.

Roca de yeso. Consiste en una masa cristalina, se encuentra también en forma granular, es la principal forma comercial.

Alabastro. Es una variedad traslúcida de yeso, de textura suave de diferentes colores, debido en algunos casos al efecto óptico de la masa cristalina y en otros casos a la presencia de impurezas.

Selenita. Es una forma pura de yeso cristalizado - en forma de lámina. Se encuentra en diversos tamaños.

Espato satinado. Es una fibra sedosa que se encuentra en vetas, suturas o cerca de los depósitos de yeso.

Anhidrita. Es un mineral natural de sulfato de calcio anhidro, tiene una densidad de 2.8 a 2.9 g/cm<sup>3</sup>, dureza de 3.0 a 3.5 en la escala de Mohs. Es una masa densa de color azul-rosa.

Gypsita. Son cristales finos de yeso mezclado con arena, arcilla, humus y piedra caliza. Contiene de 60 a 90% de yeso.

Yeso sand. Es un yeso puro en forma de arena blanca y fina.

#### Usos

El yeso se emplea en el tratamiento del suelo. Pequeñas cantidades se usan para la producción de sulfato de amonio y sulfato de calcio, en la industria química. El yeso pulverizado se usa en la industria farmacéutica, del papel y de pinturas.

El yeso calcinado se usa en la industria de la construcción, del vidrio y cerámica; mezclado con arena, fibras de madera, se emplea en los concretos.

La anhidrita soluble en forma de polvo, gránulos y cuerpos cilíndricos se usa como agente secante para sólidos, líquidos orgánicos y gases, y especialmente para el secado de refrigerantes tal como el cloruro de metilo y compuestos de freón.

El alabastro es usado en objetos de arte, como jarrones y figuras.

#### FLUORITA O ESPATO FLUOR

La fluorita  $\text{CaF}_2$ , forma masas granuladas. Pura es un octaedro perfecto; es transparente e incoloro o traslúcido y blanco, puede exhibir un amplio rango de colores azul, púrpura, verde o amarillo, por la presencia de impurezas. Dureza 4 en la escala de Mohs; densidad  $3.18 \text{ g/cm}^3$ ; punto de fusión  $1400^\circ\text{C}$ ; solubilidad  $0.017 \text{ g}$  se disuelven en un litro de agua a  $25^\circ\text{C}$ .

La fluorita se extrae de minas. Se encuentra en vetas, asociada con otros materiales como piedra caliza, bari--ta, cuarzo y pirita.

La fluorita posee tres grados para diferentes usos:

Grado metalúrgico, contiene 80% de fluoruro de calcio, el contenido de cuarzo y sulfuro es bajo; es un sólido -- en forma de polvo o terrón; se usa en la producción de acero, y en la fundición de cobre y plomo.

Grado de cerámica, contiene de 85 a 97% de fluoruro de calcio, el resto es cuarzo y carbonato de calcio, el -- contenido de óxido de fierro es bajo. Es un polvo fino, se -- usa en la producción de vidrio y esmaltes.

Grado ácido, puede contener más de 97% de fluoruro

de calcio. Es un polvo, se usa principalmente en la producción de ácido fluorhídrico.

El fluoruro de calcio puro es un constituyente de materiales luminiscentes. Cristales puros e incoloros son usados en instrumentos ópticos.

### SILICATOS

Los compuestos de silicio pueden ser agrupados de acuerdo a la nomenclatura de Strunz y Fleischer, que los clasifica en seis grupos.

1.- Nesosilicatos. De nesos que significa isla.

a) Grupo olivino, son compuestos de ortosilicatos de magnesio, calcio, fierro y manganeso. En éste subgrupo se encuentra:

Monticelita  $MgCaSiO_4$ , densidad  $3.75 \text{ g/cm}^3$ ; dureza 5.3; índice de refracción  $(-)$   $\alpha = 1.651$ ,  $\beta = 1.662$ ,  $\gamma = 1.668$ .

b) Grupo garnet.

Grossularita  $Ca_3Al_2(SiO_4)_3$ , índice de refracción  $\eta = 1.735$ ; dureza 6; densidad  $3.53 \text{ g/cm}^3$ .

Andradita  $Ca_3Fe_2(SiO_4)_3$ , índice de refracción  $\eta = 1.895$ ; dureza 7; densidad  $3.75 \text{ g/cm}^3$ .

2.- Inosilicatos. De ino que significa fibra, los tetraedros  $SiO_4$  pueden estar enlazados formando cadenas al compartir oxígenos con los tetraedros adyacentes. Estas cadenas sencillas pueden unirse después lateralmente, compartien-

do más oxígenos algunos de los tetraedros para formar bandas o cadenas dobles. Hay tres grupos minerales importantes:

a) Grupo piroxena, se caracterizan por cadenas -- sencillas de  $\text{SiO}_4$ .

Diopsida  $\text{Ca}(\text{Mg}, \text{Fe})\text{Si}_2\text{O}_6$ , índice de refracción (+)  $\alpha = 1.664$ ,  $\beta = 1.671$ ,  $\gamma = 1.674$ ; dureza 5-6; densidad --  $3.28 \text{ g/cm}^3$ ; color blanco a verde claro.

Augita  $(\text{Ca}, \text{Mg}, \text{Fe}, \text{Al})_2(\text{Si}, \text{Al})_2\text{O}_6$ , índice de refracción  $\alpha = 1.700$ ,  $\beta = 1.706$ ,  $\gamma = 1.724$ ; dureza 6; densidad  $3.4 \text{ g/cm}^3$ .

b) Grupo anfibole, se caracterizan por la presencia de grupos oxhidrilos, algunas veces reemplazado por flúor. Todos tienen como estructura básica la doble cadena  $\text{Si}_4\text{O}_{11}$ .

Tremolita  $\text{Ca}_2\text{Mg}_5(\text{Si}_8\text{O}_{22})(\text{OH}, \text{F})_2$ , índice de refracción  $\alpha = 1.600$ ,  $\beta = 1.616$ ,  $\gamma = 1.627$ ; dureza 6; densidad  $2.98 \text{ g/cm}^3$ ; color blanco a gris oscuro.

c) Grupo epidota.

Epidota  $\text{Ca}_2(\text{Al}, \text{Fe}, \text{Mn})_3(\text{OH})\text{Si}_3\text{O}_{12}$ , índice de refracción  $\alpha = 1.716$ ,  $\beta = 1.719$ ,  $\gamma = 1.723$ ; dureza 7; densidad  $3.36 \text{ g/cm}^3$ ; color amarillo verdoso a negro.

Zoisita  $\text{Ca}_2\text{Al}_3(\text{OH})\text{Si}_3\text{O}_{12}$ , índice de refracción (+)  $\alpha = 1.700$ ,  $\beta = 1.702$ ,  $\gamma = 1.706$ ; dureza 6; densidad  $3.3 \text{ g/cm}^3$ .

3.- Filosilicatos. De phyllon que significa hoja. Los minerales como micas, arcillas y talco, son hojas extendidas, enlazadas por cationes metálicos puestos entre ellos.

a) Grupo pyrophyllite y talco.

Prehnita  $\text{Ca}_2\text{Al}_2\text{Si}_3(\text{OH})_2\text{O}_{10}$ . Es un mineral ortorrómbico, se encuentra en cavidades basálticas asociada con calcita y zeolita; índice de refracción (+)  $\alpha = 1.616$ ,  $\beta = 1.626$ ,  $\gamma = 1.649$ ; dureza 6; densidad  $2.9 \text{ g/cm}^3$ ; color verde claro, blanco y gris.

b) Grupo de las micas.

Margarita  $\text{CaAl}_2(\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_{10})(\text{OH})_2$ , brillo vítreo a perlado; color rosado, blanco y gris; dureza 4; índice de refracción  $\alpha = 1.632$ ,  $\beta = 1.643$ ,  $\gamma = 1.645$ ; densidad  $3 \text{ g/cm}^3$ .

4.- Tectosilicatos. De tectum que significa armazón. Están caracterizados por una continua estructura de enlace  $\text{SiO}_4$ .

a) Grupo feldespato, es un constituyente común en las rocas, se puede considerar como un sistema de tres componentes: ortoclase  $\text{KAlSi}_3\text{O}_8$ , albita  $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$  y anortita, las dos últimas forman la serie feldespato plagioclase.

Anortita  $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$ , índice de refracción (-)  $\gamma = 1.576$ ,  $\beta = 1.584$ ,  $\alpha = 1.588$ ; dureza 6; densidad  $2.765 \text{ g/cm}^3$

b) Grupo zeolita. Constituye un grupo de silicatos de Al, Na y Ca. Se divide en tres grupos.

Zeolita fibrosa.

Thomsonita  $\text{NaCa}_2(\text{Al}_5\text{Si}_5\text{O}_{20}) \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , índice de refracción (+)  $\alpha = 1.520$ ,  $\beta = 1.525$ ,  $\gamma = 1.540$ ; dureza 5; densidad  $2.36 \text{ g/cm}^3$ .

Zeolita laminar.

Stilbita  $(Ca, Na_2, K_2)(Al_2Si_7O_{18}) \cdot 7H_2O$ , índice de refracción (-)  $\alpha = 1.494$ ,  $\beta = 1.498$ ,  $\gamma = 1.500$ ; dureza 4; densidad  $2.2 \text{ g/cm}^3$ .

Chabazitas.

Chabazita  $(Ca, Na_2)Al_2Si_4O_{12} \cdot 6H_2O$ , índice de refracción (-)  $\omega = 1.482$ ,  $\epsilon = 1.480$ ; dureza 4.5; densidad  $2.1 \text{ g/cm}^3$ ; color blanco, rojo, rosa, amarillo.

5.- Sorosilicatos. De soros que significa grupo. - Contiene dos tetraedros  $SiO_4$ , formando grupos  $Si_2O_7$ .

Melilita  $Ca_2(Mg, Al)(Si, Al)_2O_7$ , índice de refracción (-)  $\alpha = 1.626$ ,  $\beta = 1.632$ ; dureza 5; densidad  $2.98 \text{ g/cm}^3$ ; color blanco, amarillo pálido, verdoso.

6.- Ciclosilicatos. De cyclo que significa anillo. Están formados por anillos en forma de un tetraedro.

Grupo de anillos  $Si_3O_9$ .

Wollastonita  $CaSiO_3$ , anteriormente fue considerado del grupo piroxena, Warren y Biscoe demostraron que es una estructura cíclica. Es incolora, blanca o grisácea; índice de refracción (-)  $\alpha = 1.620$ ,  $\beta = 1.632$ ,  $\gamma = 1.634$ ; dureza 5; densidad  $2.9 \text{ g/cm}^3$ .

Una solución filtrada con hidróxido de amonio y oxalato de amonio dá un precipitado blanco de oxalato de calcio.

PROPIEDADES FISICAS

El calcio es de color blanco argentino. Es maleable y dúctil. La forma cristalina a temperatura ambiente es una superficie central cúbica y a altas temperaturas es un cuerpo central cúbico.

Número atómico	20
Peso atómico	40.08
Densidad, 20 °C g/cm <sup>3</sup>	1.55
Punto de fusión, °C	845
Punto de ebullición, °C	1420
Calor específico, cal/g	0.157
Calor de fusión, cal/g	52
Calor de vaporización, cal/g	1000
Calor de combustión, cal/g	3783
Temperatura de transformación, °C	464
Valencia	2
Coefficiente de expansión termal,	
26-370 °C	$22.3 \times 10^{-6}$
465-600 °C	$33.6 \times 10^{-6}$
Volumen atómico, cm <sup>3</sup> /g-atom.	25.9
Dureza	
Mohs	1.5
Brinell	16-18
Rockwell B	36-40
Electronegatividad (Escala de Pauling)	1
Potencial de reducción, volts	
$\text{Ca} \rightleftharpoons \text{Ca}^{2+} + 2e$	-2.87

Potencial de ionización, volts

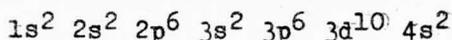
I	6.111
II	11.87
III	51.21
IV	66.7
V	84.39
Radio atómico, A	1.96
Radio iónico, A	
Goldschmidt	1.06
Pauling	0.99
Límite de elasticidad, p.s.i.	1470
Resistencia eléctrica, microhms/cm <sup>3</sup>	3.43
Isótopos estables, % de abundancia	
40	96.97
42	0.64
43	0.145
44	2.06
46	0.0033
48	0.185

Espectros de línea más sensibles.

	Longitud de onda A	Potencial de excitación
Resonancia de línea	4226.728	2.9
Líneas atómicas (arco)	4454.781	4.7
	4434.960	4.7
	4425.441	4.7

	Longitud de onda A	Potencial de excitación
Líneas iónicas (chispa)	3968.468	9.2
	3933.666	9.2
	3179.332	13.1
	3158.869	13.1

#### Estructura electrónica



### PROPIEDADES QUIMICAS

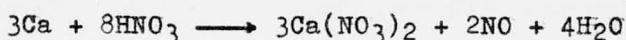
El calcio es un elemento muy poco electronegativo.  
Una superficie fresca es de color blanco argentino, se mancha al exponerse al aire, debido a la formación de una capa de hidróxido de calcio.

Es relativamente inerte con oxígeno y nitrógeno a temperatura ambiente, reacciona rápidamente con oxígeno a 300°C y con nitrógeno a 900°C para formar el nitruro de calcio Ca<sub>3</sub>N<sub>2</sub>, al reaccionar con agua produce amoníaco:



El flúor reacciona violentamente con calcio a temperatura ambiente. A 400°C reacciona con cloro, yodo y bromo. Con amoníaco forma el hexamoniato de calcio Ca(NH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>. Con hidrógeno a 400-500°C forma el hidruro de calcio CaH<sub>2</sub>, se disocia en calcio e hidrógeno entre 750 y 900°C. Con dióxido de carbono forma carburo de calcio CaC<sub>2</sub> y óxido de calcio CaO.

Con el ácido clorhídrico reacciona violentamente formando cloruro de calcio con liberación de hidrógeno. Con ácido nítrico forma:



Reacciona con el agua desprendiendo hidrógeno:



Cuando se funde con fósforo en una atmósfera inerte, se forma el fosfuro de calcio  $\text{Ca}_3\text{P}_2$ , al reaccionar con -- agua produce fosfamina:



Con oxalato de amonio, en medio neutro o alcalino origina precipitado blanco de oxalato de calcio  $\text{CaC}_2\text{O}_4$ .

Con ácido sulfúrico forma el sulfato de calcio con liberación de hidrógeno.

\* Las sales de calcio, humedecidas con ácido clorhídrico dan color rojo ladrillo a la llama.

El calcio es soluble en sodio fundido. Con el magnesio forma una aleación que descompone el agua en frío. Con zinc y níquel forma aleaciones quebradizas y con estaño es -- cristalina. Con plomo y aluminio también forma aleaciones.

#### OBTENCION

Los métodos investigados experimentalmente son: descomposición de carburo de calcio o hidruro de calcio, reducción de cloruro de calcio con sodio, y reducción de sales

de calcio con silicio, titanio o berilio. La mayoría de éstos métodos dan un bajo rendimiento.

En 1958, se patentó el proceso de descomposición -  
térmica de carburo de calcio, éste se disocia a una temperatu  
ra de 1720-1770 °C y una presión de 0.5-1.0 mm, el metal se ob  
tiene con una pureza de 95-98% con un rendimiento de 80%. H

Dos métodos básicos se emplean para la producción del metal calcio:

a) Electrólisis de cloruro de calcio

b) Reducción aluminotérmica de óxido de calcio

Ambos procesos producen un producto relativamente puro, en el segundo método el material se obtiene libre de --  
cloruros y níquel, aunque puede ser purificado por destila---  
ción a vacío.

Materias primas

Cloruro de calcio, es obtenido como un subproducto del proceso Solvay.

Una fuente de piedra caliza pura es esencial para el método de reducción con aluminio, ésta es calcinada a óxi-  
do de calcio a 1900 °F para dar un producto con las siguientes especificaciones: 0.5% de pérdida a la ignición, 97.5% de CaO , 0.65% de MgO, 1.1% de SiO<sub>2</sub>, 0.2% de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

#### METODO ELECTROLITICO

En un aparato como se muestra en la figura 1 se --  
lleva a una temperatura de 780-800 °C, justamente arriba del -  
punto de fusión del cloruro de calcio. El aparato consiste en una línea de grafito que cubre la caja de acero, en donde se funde el cloruro de calcio. Una capa no fundida de cloruro de

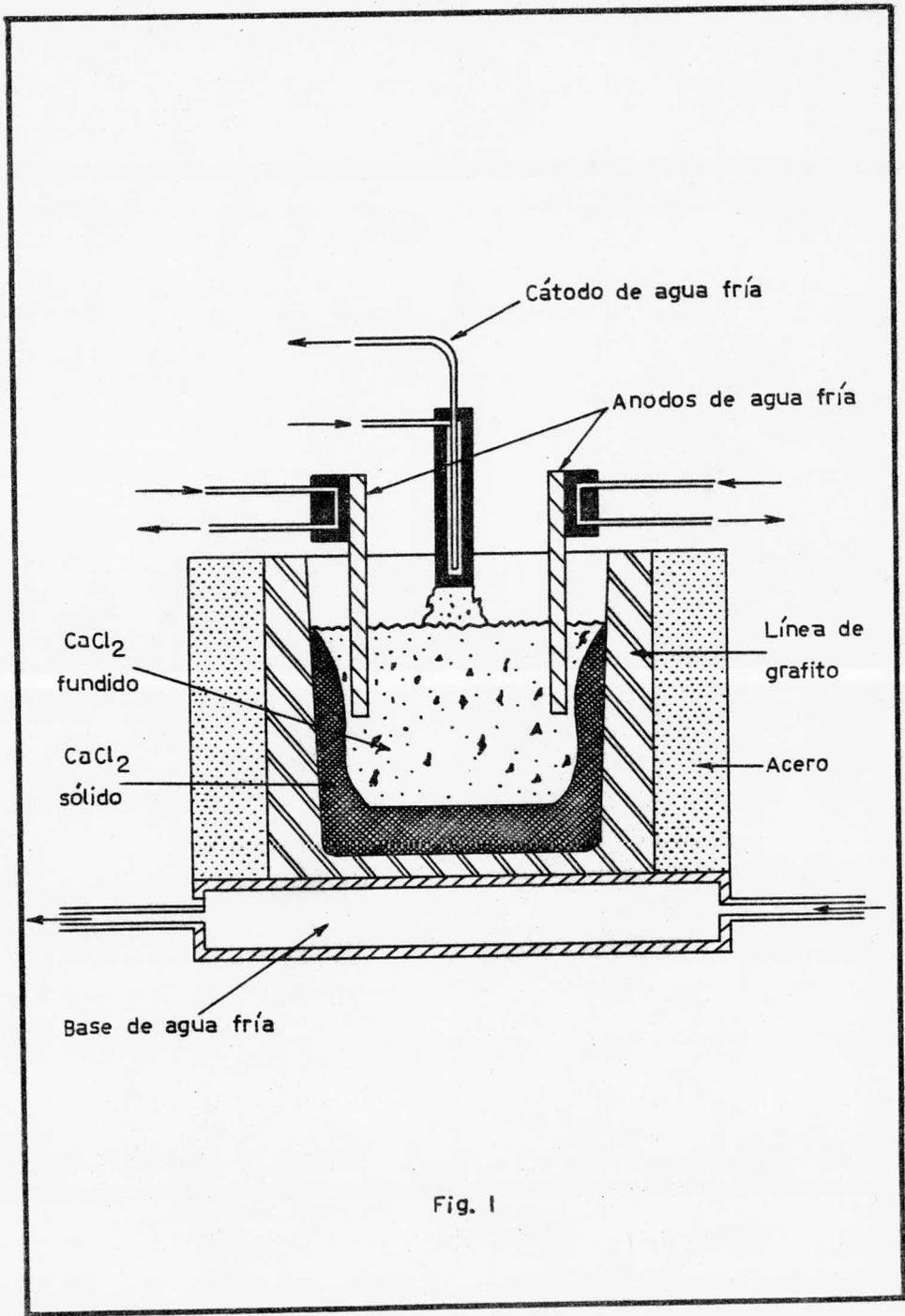


Fig. 1

calcio se adhiere a la pared linear y la base, así minimiza la interacción de la sal con la línea de grafito. El calcio es colectado en el cátodo que contiene agua fría, de grafito o de fierro. El funcionamiento de la temperatura de la celda, se hace pasando alternativamente una corriente a través de la sal de calcio.

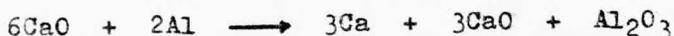
Desde 1940 el metal calcio ha sido producido por éste método. #

Depósitos de calcio metálico contienen 15-25% de sales, éstos contienen cantidades considerables de cloruros, óxido, nitrato, carbono y tierras alcalinas como impurezas. Se funde nuevamente para extraer las impurezas, pero más de 0.5% de cloruros y cantidades apreciables de nitrógeno se retienen en el producto final.

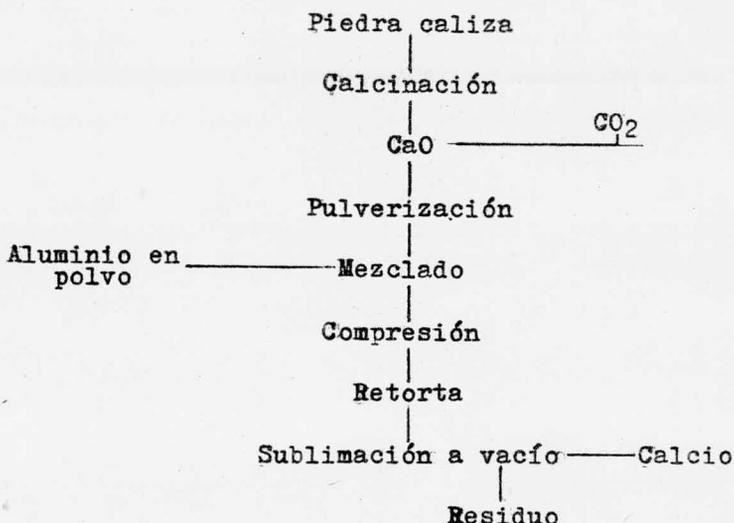
#### METODO ALUMINOTERMICO

La reducción de óxido de calcio con aluminio fue llevado a cabo por Biltz en 1920, lo hizo en el laboratorio a escala pequeña, obteniendo bajo rendimiento. El método fue desarrollado por New England Company durante la segunda guerra mundial.

Reacción que se lleva a cabo:



El proceso consta de las siguientes etapas:



El óxido de calcio pulverizado se mezcla con aluminio en polvo malla 20 y se comprime. Se lleva a una retorta - de acero inoxidable y se calienta a 1200°C a vacío con una -- presión de 20 micras, el calcio se colecta en un condensador con agua fría en forma de una masa cilíndrica. El análisis tí-- pico de éste material es:

Magnesio	0.3-0.6%	Nitrógeno	0.02-0.1%
Aluminio	0.1-0.2%	Manganeso	0.01-0.02%
Fierro	0.01%	Silicio	0.02%

#### REDESTILACION

El aparato de la figura 2 es empleado para produ-- cir calcio purificado, aproximadamente 200 lb de metal pueden ser destilados. El destilado es colectado en un condensador, la temperatura de éste es 300± 50°C durante la destilación --

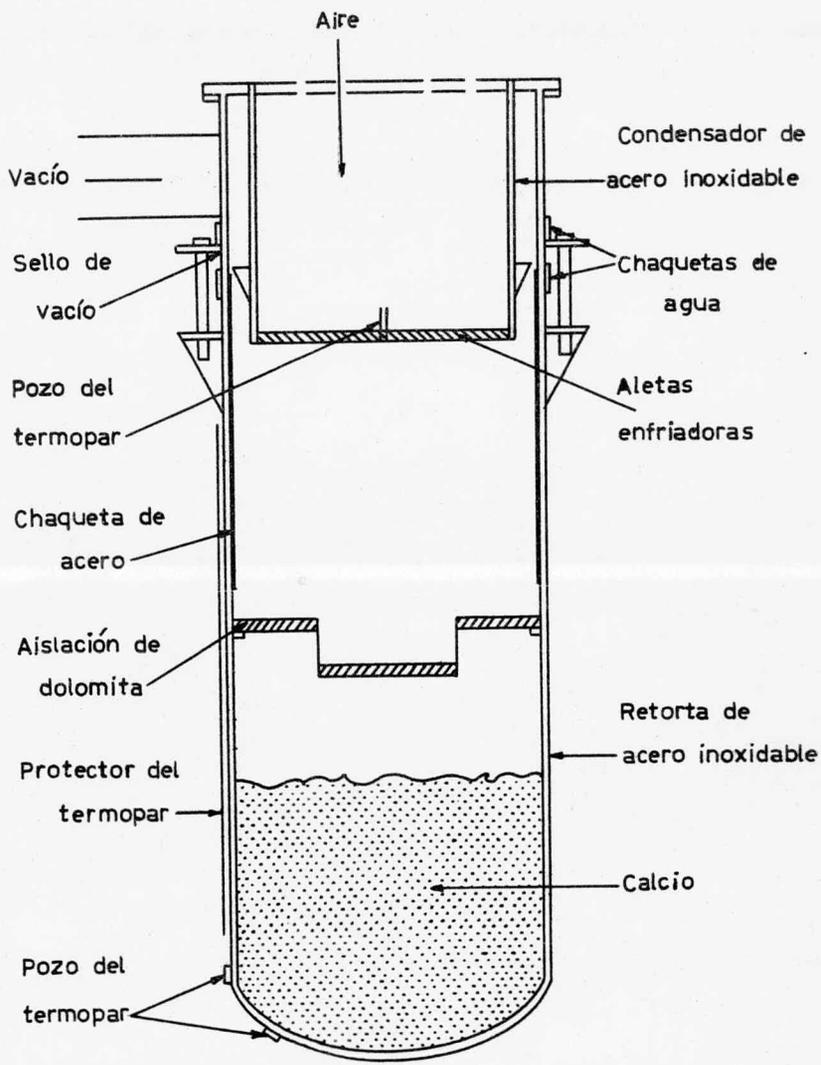


Fig. 2

con un flujo de aire sobre la superficie externa, el vacío es de 5 micras de presión. La retorta es calentada a 900-925°C - para dar un rango de destilación de 25 lb de calcio por hora. El condensador se quita rápidamente, el producto se pulveriza y tamiza, se guarda en una área seca.

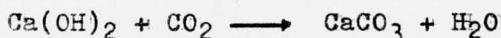
### COMPUESTOS ✓

#### CARBONATO DE CALCIO

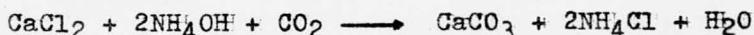
El carbonato de calcio  $\text{CaCO}_3$ , peso molecular 100.09 es el principal constituyente de la piedra caliza, en la naturaleza se encuentra en dos formas cristalinas, aragonita de forma ortorrómbica y calcita de forma hexagonal.

El carbonato de calcio es insoluble en agua. Es soluble en ácido acético y en cualquier ácido mineral con desprendimiento de dióxido de carbono.

Se forma a partir de una suspensión en agua de hidróxido de calcio al pasar dióxido de carbono:



También con cloruro de calcio en presencia de hidróxido de amonio y dióxido de carbono:



Bicarbonato de calcio  $\text{Ca(HCO}_3)_2$ , sólo existe en solución. Se forma por acción del dióxido de carbono sobre una suspensión en agua de carbonato de calcio, éste se disuelve por formación del bicarbonato:



Considerando en sentido inverso la reacción, al desprender el bicarbonato por ebullición dióxido de carbono, regenera el carbonato de calcio insoluble, causa de las incrustaciones en calderas y tuberías.

La dureza de las aguas debido a bicarbonatos y sulfatos de calcio y magnesio, se corrige tratándolas con hidróxido de sodio, óxido de calcio; que los convierten en carbonatos o hidróxidos insolubles que son separados:



También se emplean zeolitas o resinas de intercambio, con las que se sustituyen los iones calcio y magnesio por el de sodio, formándose sales de sodio que quedan disueltas en el agua.

#### Usos

El carbonato de calcio se usa en la fabricación de pinturas y papel. En la industria farmacéutica. En dentríficos. Como materia prima en el proceso Solvay. En la preparación de carburo y cianamida de calcio. En cosméticos.

#### CARBURO DE CALCIO

Carburo de calcio  $\text{CaC}_2$ . Presenta cristales en agujas rómbicas, blancas. Densidad  $2.22 \text{ g/cm}^3$ .

Con el agua se hidroliza y se desprende acetileno:



El carburo de calcio, se produce comercialmente al hacer reaccionar óxido de calcio y cok en un horno eléctrico a 3000°C:



Usos

En la fabricación de cianamida de calcio.

#### CIANAMIDA DE CALCIO

Cianamida de calcio  $\text{CaCN}_2$ , pura es un polvo blanco.

Reacciona con agua y dióxido de carbono para producir carbonato de calcio y urea:



Con vapor de agua desprende amoníaco:



Industrialmente se obtiene al hacer reaccionar carburo de calcio y nitrógeno a 1000°C:



Usos

En la fabricación de amoníaco y como fertilizante.

#### CIANURO DE CALCIO

Cianuro de calcio  $\text{Ca(CN)}_2$ , peso molecular 92.12, es de color blanco café. Densidad 1.8-1.9 g/cm<sup>3</sup>.

Sufre hidrólisis con agua, ácidos y cuando se encuentra en contacto con aire húmedo:



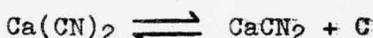
Con sales ferrosas, se forma el ferrocianuro de calcio:



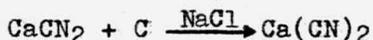
Reacciona con azufre en medio acuoso para dar tiocianato de calcio:



Cuando se calienta a 350°C, el cianuro de calcio en parte retrocede dentro de la fusión a cianamida de calcio y carbono:



El proceso comercial de obtención es a partir de cianamida de calcio cruda con carbón en presencia de una sal:



a una temperatura de 1000°C, ya obtenido el cianuro de calcio se enfría rápidamente para evitar que se invierta a cianamida de calcio. Se guardan en recipientes bien cerrados, en condiciones anhidras.

#### Usos

Para la extracción de oro y plata. En la producción de ácido cianhídrico.

#### CLORURO DE CALCIO

Cloruro de calcio anhidro  $\text{CaCl}_2$ , peso molecular 110.00, es un sólido incoloro delicuescente, forma cristales cúbicos. Punto de fusión 772°C; punto de ebullición 1600°C;

índice de refracción 1.52; densidad  $2.512 \text{ g/cm}^3$ ; con amoníaco, alcohol metílico y etílico forma  $\text{CaCl}_2 \cdot 8\text{NH}_3$ ,  $\text{CaCl}_2 \cdot 4\text{CH}_3\text{OH}$  y  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$  respectivamente.

Existe también mono-, di-, tetra- y hexahidratos.

La hidratación del cloruro de calcio anhidro es -- exotérmica,  $21.7 \text{ cal/mol}$  para formar el hexahidrato.

El hexahidrato  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , es el más estable a temperatura ambiente, cristaliza en forma hexagonal. Punto de fusión  $30^\circ\text{C}$ ; densidad  $1.58 \text{ g/cm}^3$ .

Industrialmente se obtiene el cloruro de calcio anhidro, de las aguas residuales de la fabricación del hidróxido de sodio por el método Solvay.

Usos

Se usa como agente secante, la adición al cemento aumenta su dureza.

### FLUORURO DE CALCIO

Fluoruro de calcio  $\text{CaF}_2$ , peso molecular 78.08, son cristales cúbicos incoloros, aunque pueden tener color violeta, rosa, amarillo, verde, azul, por impurezas de óxidos metálicos. Punto de fusión  $1360^\circ\text{C}$ ; punto de ebullición  $2407^\circ\text{C}$ ; -- densidad  $3.18 \text{ g/cm}^3$ ; índice de refracción 1.433; solubilidad a  $18^\circ\text{C}$   $0.0025 \text{ g}$  en  $100 \text{ g}$  de agua, es ligeramente soluble en ácidos fuertes fríos y bastante soluble en sales de aluminio.

No es atacado por soluciones calientes de hidróxido de sodio o potasio, pero se descompone al calentarlo con ácido sulfúrico formando ácido fluorhídrico y sulfato de calcio.

Usos

Es materia prima para la preparación de ácido ---- fluorhídrico.

#### HIDROXIDO DE CALCIO

Hidróxido de calcio  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , peso molecular 74.08, es un sólido blanco pulvarento con apariencia amorfa. Tiene - una solubilidad de 0.15 g en 100 g de agua a 25°C; densidad - 2.34 g/cm<sup>3</sup>.

Se descompone a 580°C:



Reacciona con dióxido de azufre:



Desplaza al amoníaco de sus sales:



El hidróxido de calcio se obtiene al hacer reaccionar el óxido de calcio y agua.

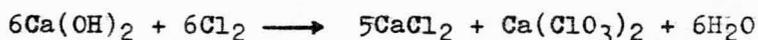
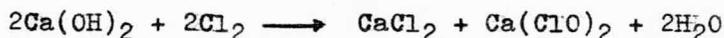
La suspensión de hidróxido de calcio en agua es conocida como leche de cal, el filtrado de ésta solución es llamada agua de cal, que al reaccionar con dióxido de carbono, - se cubre de un precipitado de carbonato de calcio:



A ésta reacción se debe el endurecimiento o fraguado del hidróxido de calcio o de mortero que es una mezcla del hidróxido con arena, ésta se añade para hacer la masa más ---suelta y favorecer la acción del dióxido de carbono. Se endurece el hidróxido de calcio por la evaporación de agua, des--

pués de la absorción de dióxido de carbono para formar el car  
bonato de calcio.

En solución el hidróxido de calcio reacciona con -  
cloro en frío, formando hipoclorito de calcio, al calentarlo  
produce clorato de calcio:



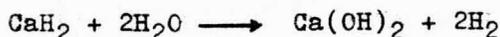
#### Usos

En la fabricación de mortero e hidróxido de sodio.  
En la fundición y purificación de cobre, zinc, plomo y manga-  
neso.

#### HIDRURO DE CALCIO

Hidruro de calcio  $\text{CaH}_2$ , peso molecular 42.10, tam-  
bién es conocido como hidrolita. Polvo cristalino, blanco gri  
sáceo. Punto de fusión  $816^\circ\text{C}$  en atmósfera de hidrógeno; densi-  
dad  $1.7 \text{ g/cm}^3$ ; calor específico  $0.056 \text{ cal/g}$ ; dureza 2-4 en -  
la escala de Mohs. Se descompone a  $600^\circ\text{C}$  dando calcio e hidró  
geno.

Reacciona rápidamente con agua:



el calor de reacción es aproximadamente de  $49 \text{ Kcal/mol}$ .

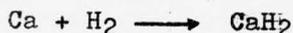
Reacciona con etilen glicol, glicerol y fenol.

Con ácido acético glacial y en caliente con ácido  
sulfúrico reacciona lentamente el hidruro de calcio.

A  $500^\circ\text{C}$  reduce muchos óxidos metálicos, fluoruros

y cloruros, el fluoruro de potasio, por ejemplo, es reducido a potasio metálico.

La fabricación de hidruro de calcio se hace por la combinación directa de los elementos, la reacción empieza a  $-350^{\circ}\text{C}$ , es exotérmica:

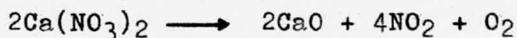


Usos

En la producción de los metales: cromo, titanio y zirconio por reducción de sus respectivos óxidos. En la obtención de hidrógeno. Como agente secante.

#### NITRATO DE CALCIO

Nitrato de calcio  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ , peso molecular 164.10. Punto de fusión  $561^{\circ}\text{C}$ ; densidad  $2.36 \text{ g/cm}^3$ . Es soluble en alcohol etílico, metílico, isopropílico y amílico, en acetona, es insoluble en éter. Se descompone al calentarlo:



El tetrahidrato se obtiene de sus soluciones a  $-42.7^{\circ}\text{C}$ , en forma de cristales monoclinicos, incoloros. Densidad  $1.82 \text{ g/cm}^3$ .

El nitrato de calcio es preparado por neutralización de carbonato o hidróxido de calcio con ácido nítrico:



Usos

Como fertilizante.

### ORTOFOSFATO DE CALCIO

Ortofosfato de calcio  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ , es comúnmente llamado fosfato de calcio, es un polvo blanco de aspecto amorfo. Densidad  $3.14 \text{ g/cm}^3$ ; punto de fusión  $1670^\circ\text{C}$ . Prácticamente in soluble en agua.

Reacciona con ácido sulfúrico para formar el fosfato monocálcico y sulfato de calcio, mezcla a la que se denomina superfosfato de cal:



El ortofosfato de calcio forma parte de rocas fosfatadas y apatitas.

Usos

En la fabricación de fertilizantes.

### OXIDO DE CALCIO

Oxido de calcio  $\text{CaO}$ , peso molecular 56.08, polvo blanco de aspecto amorfo, forma cristales cúbicos. Punto de fusión  $2572^\circ\text{C}$ ; densidad  $3.4 \text{ g/cm}^3$ .

Reacciona con el agua, desprendiendo 15.54 Kcal:



Calentando el óxido de calcio y cloro se obtiene cloruro de calcio y oxígeno.

Se obtiene por calcinación de piedra caliza a  $900^\circ\text{C}$ :



Usos

Para secar amoníaco y algunas veces alcoholes. En la fabricación de vidrio y papel. En el tratamiento de aguas.

duras. Para la obtención de hidróxido de calcio. Para absorber gases ácidos. En la fabricación de insecticidas como arsenato de calcio.

### SULFATO DE CALCIO

Sulfato de calcio dihidratado (yeso)  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , - peso molecular 172.18, es un polvo blanco si es puro.

Empieza a perder agua a  $97^\circ\text{C}$  para formar el hemihidrato, que constituye el yeso calcinado, calentándolo a  $400^\circ\text{C}$  se deshidrata completamente formando el sulfato de calcio anhidro, a  $960^\circ\text{C}$  se descompone:



El sulfato de calcio anhidro forma compuestos de adición con ácido sulfúrico,  $\text{CaSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$  y  $\text{CaSO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{SO}_4$ .

Reacciona con dióxido de silicio a  $870^\circ\text{C}$  para formar el metasilicato de calcio:



#### Usos

El sulfato de calcio dihidratado se usa en la industria de pinturas, farmacéutica, papel. En el tratamiento de aguas. El hemihidrato se usa en la industria de la construcción.

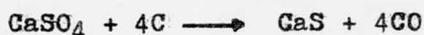
### SULFURO DE CALCIO

Sulfuro de calcio  $\text{CaS}$ , peso molecular 72.14, es un polvo blanco cuando se encuentra puro, forma cristales cúbicos.

cos. Es ligeramente soluble en agua 0.212 g/litro a 20 °C. Punto de fusión 2400 °C; densidad 2.18 g/cm<sup>3</sup>. Se hidroliza fácilmente:



Se obtiene por reducción, calcinando sulfato de calcio anhidro mezclado con carbón:



#### Usos

Como depilatorio en el curtido de pieles. Para la fabricación de pinturas luminiscentes.

#### USOS

La importancia industrial del calcio se basa en la abundancia extraordinaria de sus minerales, el uso del calcio metálico es limitado.

En aleaciones de aluminio, la adición de pequeñas cantidades de calcio mejora sus propiedades eléctricas y mecánicas. De cerio para piedras de encendedores. De plomo para endurecerlo en el revestimiento de cables. De calcio y litio como catalizadores de la polimerización de diolefinas conjugadas. Con plomo y antimonio en placas de acumuladores.

Como reductor en la obtención de titanio, vanadio, uranio, torio y zirconio.

### III.- METODOS DE ANALISIS

#### I.- CROMATOGRAFICOS

- 1.- Capa fina
- 2.- Columna
- 3.- Intercambio de ion
- 4.- Papel

#### II.- ELECTROQUIMICOS

- 1.- Amperométricos
- 2.- Conductimétricos
- 3.- Coulométricos
- 4.- Electrolíticos
  - a) Electrodialisis
- 5.- Polarográficos
- 6.- Potenciométricos

#### III.- EXTRACCION

#### IV.- GRAVIMETRICOS

#### V.- MAGNETICOS

- 1.- Espectroscopía de masas

#### VI.- OPTICOS

- 1.- Espectroscopía de Emisión y Espectrografía
- 2.- Espectroscopía Ultravioleta y Visible
  - a) Titulación Espectrofotométrica

- b) Titulación Fotométrica
- 3.- Fluorimetría
  - a) Espectroscopía de Fluorescencia Atómica
  - b) Titulación Fluorimétrica
- 4.- Fotometría de Flama
  - a) Espectroscopía de Absorción Atómica
  - b) Espectroscopía de Emisión Atómica
- 5.- Rayos X
  - a) Absorción de Rayos X
  - b) Espectrografía de Rayos X
  - c) Fluorescencia de Rayos X
  - d) Microsonda de barrido de Rayos X

#### VII.- RADIOQUIMICOS

- 1.- Activación de Fotones o Rayos Gamma
- 2.- Activación de Neutrones
- 3.- Activación de Protones
- 4.- Dilución Isotópica

#### VIII.- TERMOQUIMICOS

#### IX.- VOLUMETRICOS

- 1.- Acido-Base
- 2.- Complejometría
- 3.- Precipitación
- 4.- Redox

IV.- INDICES CRUZADOS





ANALYTICAL ABSTRACTS AÑO 1976                      VOL. 30		METODOS DE ANALISIS																
		II			V	VI						VII		VIII	IX			
MATERIAL		1	4	6	1	1	3	4	4a	4b	5b	5c	5d	2	4		2	4
I.- AGUA																		
Agua		6H33										2H19		2H16				
Agua de mar				6H48														
II.- BIOLOGICOS																		
Fluidos de infusión multielec trolítica																	4E1	
Materiales biológicos									3D8					2D7 4D5				
Orina														4D6				
Pelo									6D4									
Plantas							2D5											
Plasma sanguíneo				4A1C														
Sangre				4A1C														
Suero sanguíneo				4A1C 5D8			1D6		2D6									
Tejido cerebral									6D6									
III.- METALURGICOS																		
Acero			2B4D				1B46		2B4D									
Aleación AMS																	1B18	
Aleación ferrosilicon									4B46									
Estaño							6B131											
Inclusiones en fierro			5B191				5B191											
Sodio									5B31									
IV.- MINERALES																		
Carbono											4B42							
Dolomita												5B218						
Feldspato							4J44											
Hornblenda													3J57					
Magnesita							5B63					5B218						





ANALYTICAL ABSTRACTS AÑO 1975 VOL. 29	METODOS DE ANALISIS																			
	I		II				V	VI							VII			IX		
MATERIAL	1	3	1	4a	5	6	1	1	2	2a	3	3b	4	4a	4b	5b	1	2	4	2
Cemento										2B236				3A4C						
Escorias								3B115												
En presencia de Co y Ga						2B15														
*En presencia de La y Sc			3B66																	
En presencia de Mg					5B63															5B61 5B64
Fertilizantes																				5G7
Fosfatos								3B115												5G7
Haluros de metales <u>al</u> calinos								1B24		3A26										
Hidróxido de neodimio		5B108		5B108																
Materiales refracta- rios de croma																				4B192
Neodimio				1B75				1B75												
Oxidos														4B1						
Oxido de titanio								2B133												
Películas de boro																5B290				
Petróleo o productos del petróleo								6C34												
Poli(etilen tereftala to)	1F13																			
Polvos del aire									3H2					3H3						
Preparaciones farma- céuticas														6E4						
Rodio																			6B133	
Suelos																			2B192	
Sulfuros														1B205						



ANALYTICAL ABSTRACTS AÑO 1975                      VOL. 28	METODOS DE ANALISIS																	
	I		II	IV	V	VI						VII		IX				
MATERIAL	3	4	6		1	1	2	2b	3	4	4a	4b	5b	5d	2	4	2	4
Catalizadores																		26132
Cemento																		26185
Gloruro de arsénico (III)						18111												
Compuestos de aluminio											4857							
Compuestos organocálcicos				6C12														6C12
Compuestos de tungsteno													18138					
En presencia de Al, Fe, Mg y Mn																		6B47
En presencia de Ba, Mg y Sr			2B48															
En presencia de Fe, Mg y PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>																		4B43
En presencia de Mg y Sr		1839							1839									
En presencia de cationes bivalentes																		5B9
Mezclas de óxidos													2816					
Mezclas de óxidos (en presencia de tierras raras)			6B49															
Petróleo o productos del petróleo											4C39							
Polvos del aire															5H4			
Trióxido de boro						6B67												
Vino											5F5							

ANALYTICAL ABSTRACTS AÑO 1974 VOL. 27		METODOS DE ANALISIS																	
		I	II			V	VI								VII		IX		
MATERIAL		3	3	6	1	1	2	2b	3	4	4a	4b	5b	5c	5d	1	2	2	4
I.- AGUA																			
Agua				2282															
Agua ( <sup>3</sup> H)						626													
Agua de mar														3693					
II.- BIOLOGICOS																			
Cerveza											1018								
Concentrado de proteínas											3613								
Hojas de tabaco																	1484		
Manzanas												2879							
Leche												2891							
Plantas						1482	2692					3423							
Suero sanguíneo										1487		804							
Tejidos de pescado														3693					
2693																			
III.- METALURGICOS																			
Estaño					1893														
Germanio						1892													
Itrio u óxido de itrio						650													
Oro												2455							
Tungsteno						1925													
Uranio						1277													
IV.- MINERALES																			
Feldspato						1891													
Menas de fierro														3275					
Minerales, menas o rocas													127		126				
Salmueras de suelos petro- líferos												3376							







ANALYTICAL ABSTRACTS AÑO 1973 VOL. 25		METODOS DE ANALISIS																	
		I	II	III	IV	V	VI							VII		IX			
MATERIAL		3	6			1	1	2	3	3a	3b	4	4a	4b	5b		2	4	2
<b>II.- BIOLÓGICOS</b>																			
Alimentos													1182						
Flúidos biológicos								997											
Leche														2615					
Materiales biológicos								302											
Orina													1376						
Plantas				1949									2393						
Plasma sanguíneo					3797											3898			
Sangre			1716																
Suero sanguíneo			3667C			997	1714	999	3213					3213	3896			998	
Tejidos biológicos																3797			
<b>III.- METALÚRGICOS</b>																			
Aleaciones de fierro															3796				
Aluminio																	2992		
Cobre o aleaciones de cobre						1458													
Ferritas de Zn-Mn															3090				
Fierro												3097							
Plata													705						
<b>IV.- MINERALES</b>																			
Carbono													2298						
Carbono (cenizas o piedra caliza)						1597													
Carbono (residuos)																			218
Minerales, menas o rocas						1591							216						
Silicatos		3757				3757									3028				
<b>V.- VARIOS</b>																			
Cemento													1600		1600				

ANALYTICAL ABSTRACTS AÑO 1973                    VOL. 25 MATERIAL	METODOS DE ANALISIS																	
	I	II	III	IV	V	VI								VII		IX		
	3	6			1	1	2	3	3a	3b	4	4a	4b	5b		2	4	2
Cemento (mezcla cruda)														3819				
En presencia de Mg y Mn																		830
En presencia de Sr															37			
Escorias														3796				
Fluoruro de bario						1472					1472							
Fluoruro de estroncio						1472					1472							
Licores												4127						
Oxidos														3086				
Oxido de cerio (IV)						3009												
Oxido de itrio						3734												
Oxido de lantano									1500			1500						
Petróleo o productos del petróleo													3171					
Polímeros									966									
Pelvos del aire													4163					

ANALYTICAL ABSTRACTS AÑO 1973 VOL. 24 MATERIAL	METODOS DE ANALISIS																	
	I			II		V	VI								VII			IX
	1	2	3	2	6	1	1	2	2a	4	4a	4b	5b	5c	5d	2	3	2
I.- AGUA									2533		3143 3825	1250						
II.- BIOLÓGICOS																		
Brandy											461							
Fluidos biológicos												955						
Heces fecales											954							
Levadura											1186							
Materiales biológicos															2277	956		
Orina											954							
Suero sanguíneo						2183 2274					954							
Tejidos biológicos											2280							
Tejidos de pescado																1164		
III.- METALÚRGICOS																		
Aleaciones de aluminio			1482						1482									
Aleaciones de zinc								50										
Itrio u óxido de itrio								3376										
Molibdeno											1552							
Tungsteno											1552							
Tungsteno o compuestos de tungsteno																		783
IV.- MINERALES																		
Aluminosilicatos													1600 3498					
Menas de cromo o refractarios																		2771
Menas de fierro													1570					
Minerales, menas o rocas			686			686												
Silicatos													1505					
Silúmina											2113							











V.- EXTRACTOS SELECTOS

"DETERMINACION CUANTITATIVA DE LOS PRINCIPALES COMPONENTES EN MUESTRAS DE CARBURO DE CALCIO"

1976

VOL. 31

1B46

Hellmold, Peter; Geilhufe, Christian; and Steudte, Hans-Juergen (Tech. Hochsch. 'Carl Schorlemmer', Leuna-Merseburg, E. Germany). Chem. Tech., Lpz., - 27 (12), 752-755, 1975 (en alemán).

Métodos para la determinación de  $\text{CaC}_2$  son revisados. El método seleccionado es el de Landt, -- que implica el tratamiento de la muestra con soln. de  $\text{AgNO}_3$  amoniacal y una subsecuente titulación de  $\text{Ag}^+$  por el método de Volhard contenido en una soln. (en  $\text{HNO}_3$ ) de el precipitado  $\text{Ag}_2\text{C}_2$ . Para determinar los otros componentes, la muestra es destruída al hervirla con  $\text{HCl}-\text{H}_2\text{O}_2$ . En la solución filtrada, el silicio soluble es determinado gravimétricamente -- por deshidratación con  $\text{HCl}$  y una subsecuente volatili zación con  $\text{HF}$ ;  $\text{Ca}$ ,  $\text{Mg}$ ,  $\text{Fe}$  y  $\text{Al}$  son determinados por titulación complejométrica convencional, y el  $\text{SiO}_2$  insoluble en  $\text{HCl}$  y  $\text{SiC}$  son determinados des-- componiendo el residuo por calentamiento con  $\text{HF}$  y pesando el material residual ( $\text{SiO}_2$  es descompuesto pero  $\text{SiC}$  queda igual por éste tratamiento). Para -- determinar  $\text{CaO}$  libre, la muestra es agitada con -- etanodiol anhidro a 65-75 por 3 horas, el  $\text{Ca}$  en -- la solución es determinado complejométricamente y, de los resultados el contenido de  $\text{CaC}_2$  y de  $\text{CaO}$  li bre pueden ser calculados. Carbono libre en el eta nodiol tratado es determinado, calentando el resi-

duo en oxígeno a 650° y midiendo el volumen de CO<sub>2</sub> producido (38 referencias).

R. L. Jordan

- 1976 "ANALISIS DE CROMITA POR INTERCAMBIO DE CATIONES --  
USANDO ACIDO ETILENDIAMINOTETRACETICO"  
VOL. 31 Jawaid, Mohammad; and Ingman, Folke (Dept. Analyt.  
1B205 Chem., Roy. Inst. of Technol., Stockholm, Sweden).  
Talanta, 22 (12), 1037-1040, 1975.

La muestra 0.1 g es fundida con Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>-Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub> y el residuo es disuelto en una mínima cantidad de HCl. Después de la evaporación con metanol y una pequeña cantidad de ácido acético para reducir -- Cr<sup>VI</sup> y eliminar boro, adicionar EDTA 0.1 M para -- dar 0.01 M en exceso; el pH es ajustado a 1.8 ± 0.3 y la solución se hierve por 20 a 25 min, enfriar, se transfiere a una columna de resina Dowex 50W-X8 (forma Na<sup>+</sup>). Fierro y cromo son pasados a través de la columna con EDTA 0.01 M, el EDTA es destruído por tratamiento con HCl y KClO<sub>3</sub>, y fierro y cromo son determinados por titulación con EDTA bajo diferentes condiciones. Aluminio, calcio y magnesio se pasan también por la columna con HCl 4 a 5 M el EDTA es destruído como se hizo anteriormente, - alícuotas de la solución son tituladas con EDTA para la determinación de Al, Ca y Ca más Mg, el Mg -

se determina por diferencia. Procedimientos detallados son dados para todas las titulaciones. Análisis repetidos de la muestra B.C.S. No. 308, cromita de Grecia, indican errores relativos entre 0.5 y 1% para Cr, Fe, Al y Mg.

R. Waspe

- 1976  
VOL. 31  
3B36
- "DETERMINACION DE CALCIO Y MAGNESIO EN ROCAS CON CARBONATO Y VIDRIO POR TITULACION ESPECTROFOTOMETRICA AUTOMATIZADA"
- Abramov, V. V.; Chesnokova, S. M.; and Andreev, P. A. (Vladimir Polytech. Inst., USSR). Zh. analit. - Khim., 30 (11), 2255-2258, 1975 (en ruso).

El MgO (0.96 a 20.0%) y CaO (6.38 a 53%) en dolomita, piedra caliza y vidrio, fueron determinados con un titulador fotométrico automático. Las rocas fueron disueltas en HCl al 20%, y el vidrio fue tratado con HClO<sub>4</sub>-HF. En una alícuota de la solución para analizar, Ca fue titulado con la sal disódica de EDTA a pH 14 (para la precipitación de Mg(OH)<sub>2</sub>), en la presencia de trietanolamina y sacarosa, con azul de cromo (C.I. Mordant Azul 13) como indicador; en otra alícuota para determinar Ca más Mg fue titulada similarmente, pero a pH 10 -- (soln. reguladora de NH<sub>3</sub>-NH<sub>4</sub>Cl) sin agregar sacarosa. El coeficiente de variación fue <0.63% para =

CaO y  $<5.2\%$  para MgO (6 a 21 resultados).

M. Polasek

"DETERMINACION COMPLEJOMETRICA DE CALCIO EN PRESEN-  
CIA DE COBALTO"

1976

VOL. 31

3B37

Leikovskaya, G. P.; Yakovleva, P. F.; Kon'kova, S. I.; and Kutepova, A. I. (Novomoskova Filial, State Sci. Res. and Dev. Inst. of Nitrate Ind. and Products of Org. Synth., USSR). *Zav. Lab.*, 42 (2), -- 150, 1976 (en ruso).

La muestra (1 g de material catalítico) es disuelta en 30 ml de HCl, 5 a 10 ml de HNO<sub>3</sub> para oxidar Fe<sup>II</sup>, la solución es evaporada a 10 ml y aforada a 250 ml con agua, una alícuota de 25 ml es neutralizada con NaOH al 10% y HCl, se adiciona 30 ml de soln. reguladora de acetato pH 4.5, se agrega - 0.8 a 1.5 g de dietilditiocarbamato de sodio, y el precipitado que contiene fierro y cobalto es extraído con acetato de etilo (30 a 40 ml, y 20 ml). La fase orgánica es lavada con agua, y los lavados son combinados con la fase acuosa a la que se le adiciona 15 ml de NaOH al 30% y es titulada con EDTA 0.05 M como indicador se usa murexida, para la determinación de calcio. El error relativo es <+6%.

G. S. Smith

- 1976  
VOL. 31  
3B188
- "RESULTADOS DE ANALISIS DE REFRACTARIOS DE CROMO-MAGNESIA Y PROCEDIMIENTO RECOMENDADO"
- Mizuno, Kouichi; Suzuki, Takashi; Itakura, Masakatsu; and Kodama, Kazunobu (Municipal Ind. Res. Inst., Nagoya, Japan). Bunseki Kagaku (Japan Analyst), 25 (2), 128-131, 1976 (en japonés).

El siguiente procedimiento es recomendado como un resultado de análisis colaborados. Fundir -- 0.5 g de muestra (malla  $\approx$ 200) con 2 g de  $H_3BO_3$  y 3 g de  $Na_2CO_3$  en un crisol de platino. Enfriar y disolver el residuo con agua caliente, adicionar 40 ml de  $HClO_4$  y evaporar hasta observar vapores blancos. Hervir la solución lentamente, adicionando varias gotas de  $HCl$  y  $NaCl$  (2 veces 0.1 g), hasta que el supernadante líquido esté claro (precipitación completa de Cr). Diluir la solución fría -- con agua caliente y filtrar. Evaporar el filtrado para exhalar vapores y recuperar el  $SiO_2$ , y aforar a 250 ml con agua. A una alícuota de 25 ml adicionar un ligero exceso de EDTA 0.1 M, ajustar el pH a 3.5, hervir por unos cuantos minutos y titular el EDTA no consumido con solución estándar de  $Cu^{II}$  usando como indicador 1-(2-piridilazo)-2-naftol para determinar óxido de Al y  $Fe^{III}$ . Determinar el  $Fe^{III}$  en otra alícuota por el método de Zimmermann-

Reinhardt después de la adición de una pequeña cantidad de HCl. Para determinar los óxidos de Ca y Mg, a 100 ml de el filtrado adicionar  $\text{NH}_3$  acuoso, filtrar, evaporar a  $\approx 70$  ml y ajustar el pH a 12.3-12.5 con solución de NaOH. Adicionar 5 g de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  y 10 ml de etanol, aforar a 100 ml. Después filtrar, disolver el precipitado en HCl diluído y aforar a 250 ml. Determinar Ca por espectroscopía de absorción atómica o por titulación con EDTA, y el Ca más Mg por titulación con EDTA. Determinar Cr en otra porción de la muestra por titulación convencional redox.

From Authors' Summary

- 1976  
VOL. 31  
608
- "TITULACION AMPEROMETRICA POR EL METODO RESIDUAL. - (ANALISIS DE CALCIO EN SUELO)"  
Skobets, V. D.; Pechak, E. E.; and Skobets, E. M.  
(Agric. Acad., Ukr. SSR). Ukr. khim. Zh., 42 (6),  
640-644, 1976 (en ruso).

Un gramo de tierra secada al aire es tamizada en malla de 1 mm y agitada con 20 a 25 ml de HCl - 0.05 N. La mezcla es filtrada, 10 ml de oxalato de amonio 0.01 N se adicionan a 10 ml del filtrado, y la solución es neutralizada gota a gota con solución acuosa concentrada de  $\text{NH}_3$ ; oxalato de calcio es precipitado. Para prevenir la formación de  $\text{PbCl}_2$

y  $\text{Pb}(\text{OH})_2$  la solución es tratada, después de 5 a 10 min, con ácido acético frío. Finalmente el oxalato de amonio no consumido es titulado con 0.1 N  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ , usando un electrodo de goteo de mercurio (con un rango de gota de  $5 \text{ mg s}^{-1}$ ).

M. R. Maner

1976  
VOL. 30  
4E1  
"DETERMINACION COMPLEJOMETRICA DE CALCIO Y MAGNESIO EN UNA INFUSION DE FLUIDOS MULTIELECTROLITICA"  
Olech, Adam; and Usiekiewicz, Kazimierz (Dept. - Pharm. Chem., Inst. Drug Res. and Control, Warsaw, Poland). *Farmacja pol.*, 31 (9), 761-766, 1975 (en polaco).

Diversos procedimientos, en que EDTA es usado como titulante, son descritos para determinar Ca, Mg y Ca más Mg; Eriocromo azul negro B (C.I. Mordant Negro 3), calmagita o Eriocromo negro T (C.I. Mordant Negro 11) es usado como indicador para el total de Mg y Ca, y Cal-Rojo(3-hidroxi-4-(2-hidroxi-4-sulfo-1-naftilazo)-2-ácido naftoico) y glioxal bis-(2-hidroxianil) para Ca. Los resultados obtenidos para diversas preparaciones son tabulados y comparados con los de espectrofotometría de absorción atómica.

B. K.

1976  
VOL. 30  
6H48

"ADAPTACION DE VARIOS ELECTRODOS DE CALCIO BASADOS EN UNA SAL DE METAL DE BIS-(4-OCTILFENIL)FOSFATO - DIBASICO Y ALGUNOS DERIVADOS PARA DETERMINAR CALCIO EN AGUA DE MAR"

Jagner, Daniel; and Oestergaard-Jensen, J. P. ( -- Dept. Inorg. Chem., Aarhus Univ., Denmark). *Analytica chim. Acta*, 80 (1), 9-16, 1975.

Los electrodos fueron preparados con la sal - de calcio de bis-(4-octilfenil)fosfato dibásico co mo sustancia electro-activa y con dioctil fenilfos fonato como solvente; el sistema 'selectrodo' (Ru zicka et al., *Analyt. Abstr.*, 25, 1402, 1973) fue usado para montar las membranas. Los electrodos -- fueron usados en la titulación potenciométrica de calcio en agua de mar con 1,2-bis-(2-aminoetoxi)-- etano-NNN'N'-ácido tetracético, pero, para análi-- sis rutinarios, el proceso de titulación fotométri ca de Jagner (*Ibid.*, 27, 2294, 1974) fue preferido. Las membranas fueron también preparadas con las sa les de magnesio y zinc de bis-(4-octilfenil) fosfa to dibásico, y con las sales de calcio de bis-(2-bromo-4-octilfenil) fosfato dibásico y bis-(2-ni tro-4-octilfenil) fosfato dibásico, pero el funcio namiento de cada uno de ellos fue inferior al del electrodo citado primero.

W. C. Johnson

- 1975 "ANALISIS DE CROMITA Y CROMO MAGNESITA POR TITULA---  
VOL. 29 CION POTENCIOMETRICA CON EDTA"  
1B153 Khalifa, H.; Ghonaim, A. K.; and Ismail I. A. ( --  
Chem. Dept., Min. Ind., Cairo, Egypt) Z. analyt. -  
Chem., 272 (5), 367, 1974.

La muestra es digerida con  $\text{HClO}_4$  al 70%, el residuo es fundido con  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , el  $\text{SiO}_2$  es eliminado con  $\text{HF-H}_2\text{SO}_4$  y las impurezas son fundidas con  $\text{KHSO}_4$ . De ésta solución se toman alícuotas para -- analizar Cr, Fe y Al, para Cr y Fe, para Fe y Al, para Ca y Mg, y para Ca por titulación potenciométrica, el procedimiento involucra un exceso de --- EDTA y se titula por retroceso, el reactivo no con sumido con solución de Bi (solución de Hg para Ca y Mg); calcio es determinado por titulación directa con EDTA. Detalles completos son dados para cada determinación.

R. Waspe

- 1975 "DETERMINACION DE CALCIO EN CEMENTO POR TITULACION  
VOL. 29 CON EGTA (1,2-BIS-(2-AMINOETOXI)ETANO-NNN'N'-ACIDO  
2B236 TETRACETICO)"  
Armannsson, Halldor; and Magnusson, Helgi F. (Ind. Res. and Dev. Inst., Keldnaholt, Reykjavik, Iceland). Analytica chim. Acta, 74 (1), 208-211, 1975.

La muestra es destruida con HCl (1:2), SiO<sub>2</sub> y Fe son eliminados con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-HF y NH<sub>3</sub> acuoso, respectivamente. A una alícuota de la solución se adiciona soln. reguladora de Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>.10H<sub>2</sub>O-NH<sub>4</sub>Cl-NaOH (25 g l<sup>-1</sup>, 3.5 g l<sup>-1</sup> y 5.7 g l<sup>-1</sup>, respectivamente), solución de Zn-EGTA y solución de zincon como indicador, el Ca es determinado por titulación espectrofotométrica con EGTA 0.01 M. El método es más preciso que el gravimétrico (precipitación de oxalato de calcio), también se examina espectrofotometría de absorción atómica.

W. C. Johnson

- 1975 "DETERMINACION DE CALCIO, MAGNESIO Y FIERRO EN RO--  
VOL. 29 CAS CON CARBONATO POR TITULACION POTENCIOMETRICA -  
3B95 AUTOMATIZADA EN SOLUCION NO-ACUOSA"  
Issam Kalak Suleiman; Kreshkov, A. P.; and Komarova K. A. Trudy mosk. khim.-tekhnol. Inst., (76), -  
159-160, 1973; Referat. Zh., Khim., 19GD, 1974, -  
(13), Abstr. No. 13G114 (en ruso).

El método consiste en una titulación de las sales de los elementos mencionados con KOH butanólico en un medio de butanol-acetona (1:4); un electrodo indicador de carbono y un electrodo de referencia de plata-AgCl son usados. La curva de titulación para cada sal exhibe dos puntos de infle---

xi3n; para mezclas binarias de las sales exhiben tres puntos de inflexi3n, y para mezclas ternarias exhiben cuatro puntos de inflexi3n. El primer punto de inflexi3n corresponde a la neutralizaci3n de  $\text{HNO}_3$  o  $\text{HCl}$ . En mezclas ternarias el segundo, tercero y cuarto punto de inflexi3n corresponden a la neutralizaci3n de Fe, Mg y Ca, respectivamente. El error determinado para cada componente en las mezclas ternarias preparadas fue  $<2.6\%$ .

N. Standen

- 1975 "DETERMINACION COLORIMETRICA DE CALCIO EN SUERO CON  
O-CRESOLFTALEINA (METALFTALEINA)"  
VOL. 28 Morin, Leo G. (Chem. Dept., Res. Sect., Kiess Instruments Inc., Miami, Fla., U.S.A.). Am. J. clin. Path., 61 (1), 114-117, 1974.  
1D15

Para preparar el reactivo: 80 mg de metalftaleina, 2 g de poli(vinilpirrolidona) y 2.5 g de 8-hidroxiquinolina son disueltos y aforados a un litro con dietanolamina-dietilamina (1:1). Este reactivo es estable 6 meses a temperatura ambiente en un frasco 3mbar lavado con 3cido. El reactivo se diluye con agua (1:5), se usan 3 ml y 0.02 ml de suero, se mezclan, la extinci3n se mide contra un blanco a 570 nm. El contenido de calcio se encuentra en una gr3fica est3ndar o de los resulta--

dos de la solución estándar de calcio analizada al mismo tiempo que la muestra. Una solución estándar conveniente (0.1% de Ca) es disolviendo 2.497 g de  $\text{CaCO}_3$  anhidro en 500 ml de HCl 0.1 N y diluir a un litro con agua, las disoluciones apropiadas se hacen con agua.

R. A. Brennan

1975 "COMPOSICION DEL REACTIVO Y METODO PARA DETERMINAR  
VOL. 28 CALCIO (EN FLUIDOS BIOLOGICOS)"  
1D17 Merck Patent G. m. b. H. British Patent 1,361,149;  
date appl. 25.7.72. Germany, date appl. 3.9.71.

La soln. reactivo contiene metalftaleína (que forma un complejo con  $\text{Ca}^{\text{II}}$ ), soln. reguladora pH - 8.9 a 10.0 que consiste en ácido sulfámico,  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$  y  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , y 8-hidroxiquinolina para enmascarar Mg. Procedimiento.- La soln. reactivo es mezclada con la muestra diluída (suero) a 20-25° y la extinción se lee de 560 a 580 nm después de 20 a 30 min. Para materiales sólidos (hojas de espinacas) la muestra es primero incinerada y después disuelta en -- HCl. El procedimiento es también aplicable en la - determinación de calcio en aguas minerales, polvos faciales y varios alimentos.

A. B. Knight-Sweeney

- 1975  
VOL. 28  
2B172
- "DETERMINACION COMPLEJOMETRICA DE NIQUEL Y CALCIO - EN UN CATALIZADOR HIDROGENADO, EMPLEADO EN UN PROCESO CATALITICO"
- Dutta, D.; Sahai, D. N.; Sarkar, A.; and Mukherjee, D. K. (Planning and Dev. Div., Fertilizer Corporation of India Ltd., Sindri, Bihar). Technology, -- Sindri, 10 (1-2), 25-27, 1973 (1974).

La muestra del catalizador  $\approx 1.5$  g es calentada a sequedad con agua regia, el residuo es tratado con 15 ml de HCl (1:1), y el filtrado, después de la separación de  $Al_2O_3$  insoluble, fue aforado a 250 ml. Determinaciones:

i) Ni más Ca .- Se toma una alícuota de la solución y diluir a 50 ml, se adiciona soln. rojo de metilo y NaOH 2 M hasta que se observe un color -- amarillo. Se adiciona ácido tartárico  $\approx 1$  g (la solución pasa a color rojo) y enseguida se agrega -- 0.05 g de murexida-sacarosa (1:50), y  $NH_3$  acuoso (1:10) hasta que cambie nuevamente a color amari-- llo. Esta solución fue titulada con EDTA 0.05 M -- hasta cerca del punto final, adquiere color rojo, se agrega 10 ml de  $NH_3$  acuoso diluido y se conti-- nua la titulación hasta el punto final (se observa color violeta).

ii) Ni .- Se sigue el mismo procedimiento, pero se agrega 1 g de  $NH_4F.HF$  en lugar del ácido tar-- tárico.

iii) Ca .- A otra alícuota se le adiciona 10 ml

de  $Mg(NO_3)_2$  0.05 M, 0.5 g de ácido tartárico, 20 ml de solución reguladora  $NH_3-NH_4Cl$  pH 10, 20 ml de KCN al 10% y Eriocromo negro T como indicador. La mezcla fue titulada con EDTA 0.05 M, el punto final se indica con el cambio de color rojo vino a azul. El volumen de EDTA para titular el  $Mg^{2+}$  adicionado -- fue restado para dar el volumen requerido por el  $Ca^{2+}$ .

A. B. May

- 1975  
VOL. 28  
4B89
- "APLICACION EN LA TITULACION POR RETROCESO DE ETI--  
LENDIAMINOTETRA-ACETATO Y 1,2-DIAMINO-CICLOHEXANO-  
TETRA-ACETATO PARA ANALISIS DE ILMENITA"  
Khalifa, H.; and Ismail, I. A. (Chem. Dept., Min.  
Ind., Cairo, Egypt). Egypt. J. Chem., 16 (6), 509-  
514, 1973 (1974).

La muestra en polvo 0.5 g fue hervida por una hora con 40 ml de  $H_2SO_4$  (1:1), la mezcla fue en---  
friada y filtrada, el residuo es fundido con  $KHSO_4$ ,  
y éste fue calentado con la solución filtrada, la  
mezcla es evaporada hasta desprendimiento de vapores de  $SO_3$ , enfriar y diluir con 50 ml de agua, el material insoluble se filtra, lava y se trata con  $HF-H_2SO_4$  para volatilizar Si (determinado gravimétricamente por diferencia). El material que queda es fundido con  $KHSO_4$ , y el residuo se disuelve en

la solución libre de Si y se afora a 500 ml con agua. Fe, Al, V, Ca y Mg en alícuotas de la solución fueron determinados con EDTA en exceso (en la presencia de varios reactivos), el acomplejante que no reacciona se titula potenciométricamente con solución de  $Hg^{II}$ ; diaminociclohexanotetra-acetato fue usado en lugar de EDTA en la determinación de titanio.

A. B. Knight-Sweeney

"METODOS DE PRUEBA PARA OXIDO DE ALUMINIO"

1974 British Standards Institution (2 Park St., London  
VOL. 27 W1A 2BS). BS 4140:1967. Addendum No. 2, 20 pp, 1974.  
1863

Los métodos son descritos para determinar Na y V por fotometría de flama, Ca por espectrofotometría con ácido naftilhidroxámico (preparado con naftaleno-1,8-ácido dicarboxílico) y Zn por fotometría con 1-(2-piridilazo)-2-naftol o por espectrofotometría de absorción atómica (flama de aire-acetileno; medir a 218 nm). Un procedimiento es también descrito para disolver la muestra por calentamiento con HCl a  $\approx 250^\circ$  en un tubo sellado.

B. Harris

- 1974 "ANALISIS AUTOMATIZADO DE PLANTAS CON AUTO ANALIZA-  
VOL. 27 DOR. V. DETERMINACION FOTOMETRICA SIMULTANEA DE ---  
2692 CALCIO Y MAGNESIO"  
Holz, F. (Landwirtschaftl. Forsch. Hanninghof, ---  
Duelmen/W., Ruhr-Stickstoff A.-G., Bochum, W Germa  
ny). Landw. Forsch., 26 (1), 56-80, 1973 (en ale---  
mán).

Un procedimiento autoanalizador es descrito -  
para la determinación de Ca y Mg, se digiere la --  
planta en  $\text{HNO}_3\text{-HClO}_4\text{-H}_2\text{SO}_4$ , después se precipitan  
los metales pesados con  $\text{FeCl}_3$  y solución de hexami  
na, en un rango de 40 muestras por hora. Arsenazo  
III es usado para la determinación colorimétrica -  
de Ca a 650 nm y calmagita para Mg a 625 nm. La in  
terferencia de Ca en la determinación de Mg es pre  
venida adicionando el acomplejante Sr-1,2-bis(2-ami  
noetoxi)etano-NNN'N'-ácido tetracético, y trazas -  
de metales pesados (como Cu, Zn y Mn) son enmasca  
rados con ácido dimercaptosuccínico. El coeficien  
te de variación para plantas conteniendo 0.1 a 0.6%  
de Ca es  $\pm 0.68\%$  y para Mg de 0.1 a 0.3% es  $\pm 0.57\%$ .  
Comparados con los resultados obtenidos por titula  
ción complejométrica con EDTA o fotometría de fla  
ma de absorción atómica, fueron buenos.

R. F. Smith

- 1974 "DETERMINACION DE CALCIO MAS MAGNESIO EN TELAS DE  
VOL. 27 ALGODON IGNIFUGO POR TITULACION POR RETROCESO CON  
3402 EDTA"  
Wasserman, T.; and Basch, A. Text. Res. J., 43 (2),  
83-85, 1973.

Las telas son hervidas por 10 a 15 min con un exceso de EDTA (sal de sodio) para extraer y complejar el Ca y Mg presentes, el exceso de EDTA es titulado potenciométricamente a pH 9.8 con solución de  $\text{CaCl}_2$ , se usa un electrodo selectivo de catión bivalente, o como indicador Eriocromo negro T. Ca más Mg en un rango de 0.2 a 3% (como calcio en las telas). Se determina con un error de 3 a 4% y una desviación estándar de 0.2 a 0.3% .

Abstr. Bull. Inst. Pap. Chem.

- 1974 "METODOS PARA DETERMINAR INDICIOS DE METALES CONTE-  
VOL. 26 NIDOS EN PULPA DE PAPEL"  
253 British Standards Institution (2 Park St., London  
W1A 2BS). BS 4897: 1973. 11 pp.

Los métodos descritos son para determinar Ca (por titulación con solución EDTA), Cu (fotométricamente a 435 nm con dietilditiocarbamato), Fe (fotométricamente a 510 nm con 1,10-fenantrolina) y Mn (fotométricamente a 525 nm después de oxidarlo a -

Mn<sup>VII</sup>).

B. Harris

- 1974 "ANALISIS DE SILICATOS POR TITULACION POTENCIOMETRICA EN SOLUCIONES ANHIDRAS"
- VOL. 26 Komarova, K. A.; Milaev, S. M.; and Baldanov, M. -
- 801 M. Trudy mosk. khim.-tekhnol. Inst., (71), 310-311, 1972; Referat. Zh., Khim., 19GD, 1973, (5), Abstr. No. 5G114 (en ruso).

Métodos rápidos y precisos han sido desarrollados para determinar SiO<sub>2</sub>, MgO, CaO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. El método para Si está basado en la insolubilidad de K<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> y Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> en alcoholes inferiores y sus mezclas con cetonas. Procedimiento.- Descomponer la muestra con HCl concentrado; filtrar, tratar el residuo de H<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> con una solución estándar de KOH en alcohol isopropílico, y titular KOH que no reacciona potenciométricamente con ácido perclórico en un medio de alcohol isopropílico-acetona (1:1). Determinar Fe, Al, Ca y Mg en el filtrado por titulación potenciométrica de sus cloruros con solución de KOH en alcohol isopropílico en un medio de alcohol isopropílico-acetona (1:4). La curva de titulación tiene cuatro interrupciones, correspondiendo a las titulaciones sucesivas de HCl, AlCl<sub>3</sub>, FeCl<sub>3</sub> y MgCl<sub>2</sub>. Los resultados son exce

lentes de acuerdo a los obtenidos por métodos estándar.

L. D. Hewitt

- 1974 "DETERMINACION DE PEQUEÑAS CANTIDADES DE CALCIO EN  
COBALTO Y OXIDO DE COBALTO (III)"  
VOL. 26 Zhukova, M. P.; and Yakovlev, P. Ya. (Bardin Cen-  
875 tral Sci. Res. Inst. Ferrous Metall., USSR). Zav.  
Lab., 39 (6), 661-662, 1973 (en ruso).

El método involucra absorción de Ca en una -  
columna de resina de intercambio de cationes KU-  
2X8 (forma  $\text{NH}_4^+$ ), en un medio de pH 3.4 conteniendo  
EDTA, después se pasa HCl 3 M y se determina -  
Ca espectrofotométricamente con clorfosfonazo III  
(cf. Yakovlev and Zhukova, *Analyt. Abstr.*, 21, --  
1105, 1971). Este método es aplicable para la de-  
terminación de Ca en menos de 20 p.p.m., con 0.5 g  
de muestra.

G. S. Smith

- 1974 "MICRO-DETERMINACION DIRECTA DE CALCIO EN SUERO"  
VOL. 26 Baginski, E. S.; Marie, S. S.; Clark W. L.; and -  
995 Zak, B. (Dept. Path., St. Joseph Mercy Hosp., Pon-  
tiac, Mich., U.S.A.) *Clinica chim. Acta*, 46 (1),



49-54, 1973.

El reactivo se prepara mezclando una solución de: 40 mg de acomplejante o-cresolftaleína - en 1 ml de HCl concentrado con 100 ml de dimetil sulfóxido; 2.5 g de 8-hidroxiquinolina se disuelven en ésa solución y la mezcla se afora a un litro con agua, 20 microlitros de suero y 20 microlitros de solución estándar de Ca (10 mg/100 ml) es mezclada cada una con 1 ml de reactivo y soln. reguladora (0.5 g de KCN son disueltos en agua, - se adiciona 40 ml de dietilamina y la solución se afora a un litro con agua), la extinción se mide a 575 nm contra un blanco. A las muestras que presentan turbidez se les adiciona, así como al blanco, 1,2-bis-(2-aminoetoxi)etano-NNN'N'-ácido tetracético soln. acuosa al 0.5%, la extinción es leída nuevamente, y el valor previo es corregido por la turbidez.

H. F. W. Kirkpatrick

"ANALISIS RAPIDO DE CENIZAS, ESCORIAS Y DEPOSITOS DE CARBONO"

1973

VOL. 25

Novitskii, N. V.; and Ivanova N. I. Khimiya tverd.

218

Topl., (3), 60-64, 1972; Referat. Zh., Khim., --- 19GD, 1972, (18) Abstr. No. 18G116 (en ruso).

La muestra es calcinada a 800-825° a peso -- constante, y el residuo es fundido con NaOH en un crisol de níquel a 650° por 10 min. Lo fundido es extraído con 150 ml de agua, 20 ml de HCl concentrado y la solución es calentada al punto de ebullición. La solución se enfría y se afora a 500ml (solución A). En la solución A se determina: SiO<sub>2</sub> fotométricamente como molibdosilicato reducido; - AlO<sub>2</sub> con aluminon; Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> con 2,2'-bipiridil y TiO<sub>2</sub> con diantipiridinilmetano. Una alícuota de la solución A es evaporada a una pasta, la cual es humedecida con HCl, 5 ml de solución de gelatina al 1% y la solución se deja solidificar 5 min, enseguida se adicionan 20 ml de agua caliente y se -- filtra. Al filtrado se le adicionan 10 ml de HCl, se hierve la solución hasta que el resto de gelatina es descompuesta. En la solución fría, CaO y MgO son determinados por titulación complejométrica usando una mezcla de indicadores (acomplejante fluoresceína-timolftaleína).

V. Smith

"DETERMINACION COLORIMETRICA DE CALCIO EN FLUIDOS  
BIOLOGICOS CON AZUL DE METILTIMOL"

1973

VOL. 25

997

Gindler, E. Melvin; and King, John D. (Dept. Path., Rockford Memorial Hosp., Ill., U.S.A.). Am. J. clin. Path., 58 (4), 376-382, 1972.

El reactivo fue preparado mezclando volúmenes iguales de una solución con 180 mg de azul de metiltimol (sal de sodio), 6 g de poli(vinilpirrolidona), 7.2 g de 8-hidroxiquinolina y 10 ml de HCl 12 M en un litro de agua, con una solución de 24 g de Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> y 220 ml de etanolamina en un litro de agua, 0.5 ml de muestra fue diluida con 0.45 ml de agua y 3 ml del reactivo, la solución fue mezclada y la extinción fue leída a 612 nm contra un blanco. Una respuesta rectilínea es dada para Ca a un nivel de 0 a 12.5 mg/100 ml. Magnesio no interfiere en la presencia de 8-hidroxiquinolina, se adicionó fosfato inorgánico (arriba de 50 mg/100 ml) y bilirrubina (arriba de 20 mg/100 ml), no interfirieron. El procedimiento no involucra deproteinización de fluidos biológicos y los resultados están de acuerdo aproximadamente con los obtenidos por el procedimiento con metalftaleína de Gitelman (Analyt. - Abstr., 1968, 15, 3457).

R. A. Hendey

"MICRO-DETERMINACION AUTOMATIZADA DE CALCIO EN SUE-  
RO"

1973

VOL. 25

1714

Baginski, E. S.; Marie, S. S.; Clark, W. L.; Salan-  
cy, J. A.; and Zak, B. (Dept. Path., St. Joseph --  
Mercy Hosp., Pontiac, Mich., U.S.A.). Microchem. -  
J., 17 (3), 293-301, 1972.

El Ca es determinado espectrofotométricamente a 575 nm como complejo colorido con metalftaleína en un medio con soln. reguladora alcalina (cf. Connerty and Briggs, *Analyt. Abstr.*, 14, 3362, 1967). Fe, Cu y Zn son enmascarados con KCN, y las interferencias de Mg son eliminadas con 8-hidroxiquinolina; dimetil sulfóxido es usado como solvente para bajar la constante dieléctrica del medio y suprimir la ionización de metalftaleína. Por múltiples modificaciones el Auto Analizador para la determinación es  $\approx 100$  muestras por hora; son descritos la operación y calibración. Los resultados obtenidos con éste procedimiento sin diálisis de la muestra, se comparan con el método convencional de diálisis de canal simple (Gitelman, *Ibid.*; 15, 3457, 1968), aunque la sensibilidad es ligeramente inferior.

W. J. Baker

- 1973 "DETERMINACION POR EXTRACCION Y TITULACION COMPLEJO  
VOL. 24 METRICA DE RESIDUOS DE CALCIO EN TUNGSTENO Y SUS -  
783 COMPUESTOS"  
Gorbenko, F. P.; Dziomko, V. M.; Volodko, E. U.; -  
and Nemirovskaya, E. M. *Trudy vses. nauchno-issled.*  
. *Inst. khim. Reakt. osobo chist khim. Veshchestv.*,  
(33), 207-212, 1971; *Referat. Zh., Khim.*, 19GD, --  
1971 (10), *Abstr. No. 10G130* (en ruso).

Un método es descrito para la determinación de menos de 0.01% de calcio. Por extracción de Ca con una solución al 0.02% de azo-azoxi BN en tetracloruro de carbono-tributil fosfato (4:1) de una solución de la muestra en NaOH soln. acuosa  $\approx 7\%$  conteniendo ácido tartárico, se hace otra extracción con HCl 0.1 N, se alcaliniza y después se titula Ca en la fase acuosa con EDTA, como indicador se usa azul de metiltimol.

V. Smith

- 1973 "DETERMINACION CONDUCTIMETRICA DE CALCIO, MAGNESIO  
VOL. 24 Y POTASIO EN PREPARACIONES FARMACEUTICAS"  
1083 Rozynska, Maria; and Szyszko, Edmund (Dept. Ana--  
lyt. Chem., Inst. Drug Res. and Control, Warsaw,  
Poland). Acta Pol. pharm., 29 (1), 35-42, 1972 --  
(en polaco).

La solución conteniendo 8 a 10 mg de  $\text{Ca}^{2+}$ , 4 a 6 mg de  $\text{Mg}^{2+}$  o  $\approx 20$  mg de  $\text{K}^+$ ; fue titulada con oxalato de amonio 0.05 M a un pH de 3.2 a 3.7 o con EDTA 0.05 M a un pH de 5.2 a 5.5 para  $\text{Ca}^{2+}$ . Con  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$  0.1 M a un pH de 11.2 a 11.6 o con EDTA 0.05 M a un pH de 10.1 a 10.3 para  $\text{Mg}^{2+}$ . Con tetrafenilborato de sodio 0.1 M a un pH de 4.7 a 5.5 para  $\text{K}^+$ . La gráfica correspondiente de titulación fue registrada. Comparando con los resulta--

dos de los métodos complejométricos o gravimétricos, no son significativas estadísticamente las diferencias establecidas. El método conductimétrico es de valor particular cuando la solución muestra es colorida.

B. K.

"DETERMINACION ESPECTROFOTOMETRICA DE MICRO CANTIDADES DE CALCIO EN ALEACIONES DE ALUMINIO"

1973

VOL. 24

1482

Zhukova, M. P.; Matrosova, T. V.; and Yakovlev, P. Ya. (I.P. Bardin Central Sci. Res. Inst. Ferrous Metals, Moscow). J. analyt. Chem. USSR, 1971, 26 (11(2)), 1996-1998; traducción al inglés de -- Zh. analit. Khim., 26 (11), 2231-2233, 1971 (en ruso).

En éste método para determinar Ca (de 0.001 a 0.1%) en aleaciones de aluminio conteniendo Cu, Mn y Fe, el Ca es separado del Al en una columna de intercambio iónico de KU-2-8 (forma  $\text{NH}_4^+$ ) después de complejar el Ca con EDTA. El Ca es eluido con HCl y determinado espectrofotométricamente a 664 nm con clorfosfonazo III. El error es 10%.

R. F. S.

- 1973 "METODO PARA ANALISIS QUIMICO DE CROMO Y REFRACTA-  
RIOS DE CROMO"  
VOL. 24 Bennett, H., and Reed, R. A. (Brit. Ceram. Res. -  
2791 Assoc., Penkhull, Stoke-on-Trent, England). Ana-  
lyst, Lond., 97, 794-819, 1972.

Procedimientos detallados son dados para la determinación de pérdida a la ignición; Si gravimétricamente como molibdosilicato quinolina; Cr - por titulación redox; Ti, Fe y Mn espectrofotométricamente con H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 1,10-fenantrolina y KIO<sub>4</sub>, -- respectivamente; Al, Ca y Mg por titulación complejométrica; Na, K y Li por fotometría de flama. Resultados comparativos de 13 laboratorios son reportados.

R. Waspe

- 1972 "USO ANALITICO DE LA PRECIPITACION DE OXALATOS DE  
VOL. 23 LOS METALES ALCALINO TERREOS EN ALCOHOL ISOPROPI-  
92 LICO"  
Bork, V. A.; Shvyrkova, L. A.; Kuznetsov, V. V.;  
and Kim. L. B. Trudy mosk. khim.- tekhnol. Inst.,  
(67), 160-163, 1970; Referat. Zh., Khim., 19GD, -  
1971, (13), Abstr. No. 13G106 (en ruso).

Un estudio es presentado de la titulación bi amperométrica, con solución de ácido oxálico, de

caciones de esos elementos en un medio de alcohol isopropílico; se usa en electrodo indicador de cobre. La forma de las curvas de titulación son discutidas, y se demuestra que las solubilidades de los oxalatos en alcohol isopropílico al 30% aumenta en el orden de Sr, Mg, Ba, Ca. La técnica puede usarse para analizar mezclas binarias de Ca - con Sr o Mg, de Ba con Sr, pero no para mezclas - de Ba con Ca. El error para cada elemento en una mezcla binaria es  $\approx 1\%$ .

L. D. Hewitt

1972 "METODO CINETICO PARA DETERMINAR CALCIO EN PRESEN-  
VOL. 23 CIA DE MAGNESIO"  
98 Funahashi, Shigenobu; Yamada, Shinkichi; and Tana  
ka, Motoharu (Fac. Sci., Univ., Nagoya, Japan). -  
Analytica chim. Acta, 56 (3), 371-376, 1971.

El procedimiento consiste en registrar la extinción, a 515 nm, como una función del tiempo - (10 a 15 min) durante la reacción de sustitución-ligando de  $\text{Cu}^{2+}$ -1,2-bis-(2-aminoetoxi)etano-NNN'-N'-ácido tetracético con 1-(2-piridilazo)-2-naf--tol a 25° y pH 9.15 (soln. reguladora de boratos) en la presencia de  $\text{Ca}^{2+}$ . El porcentaje condicio--nal de constantes son proporcionales a la concen--tración de  $\text{Ca}^{2+}$ , y las gráficas de calibración pa

ra la determinación de calcio están basadas en -- cambio en extinción con tiempo contra concentra-- ción de Ca. En concentración  $<0.1$  mM,  $\text{NH}_4^+$  son to lerados, pero  $\text{Fe}^{\text{III}}$ ,  $\text{Mn}^{\text{II}}$ ,  $\text{Cu}^{\text{II}}$ , Al, Zn y otros - metales pesados serán eliminados inicialmente por extracción de sus 8-hidroxiquinolinatos en cloro- formo a pH 5 y pH 9. El método puede usarse en la presencia de Mg y es aplicable para Ca (0.01 mM a mM) en aguas naturales; la recuperación de Ca adi cionado fue 97 a 98%. (Cf. Inorg. Chem., 10, 257, 1971).

W. J. Baker

"DETERMINACION ESPECTROFOTOMETRICA DE CALCIO EN RO CAS IGNEAS CON GLIOXAL BIS-(2-HIDROXIANIL)"

1972

VOL. 23

99

Iwasaki, Iwaji; Yoshida, Minoru; and Yoshida, Sei ko (Fac. Sci., Toho Univ., Narashino, Japan 275). Japan Analyst, 20 (3), 302-307, 1971 (en japonés).

El método de Kerr (Analyt. Abstr., 8, 2775, 1961) ha sido aplicado al análisis de rocas. La muestra es disuelta en  $\text{H}_2\text{SO}_4$ -HF- $\text{HNO}_3$ ,  $\text{Fe}^{\text{III}}$  y Ti son precipitados como hidróxidos antes de la de-- terminación de Ca.

K. Saito

"DETERMINACION SELECTIVA DE CALCIO EN AGUAS MINERALES POR CROMATOGRAFIA EN PAPEL"

1972

VOL. 23

956

Johri, K. N.; Handa, A. C.; and Mehra, H. C. (Dept. of Chem., Univ., Delhi, India). Analytica chim. - Acta, 57 (1), 217-218, 1971.

Evaporar 100 ml de muestra casi a sequedad, diluir el residuo a 10 ml con agua y transferir  $1 \mu\text{l}$  ( $\approx 0.02$  a  $1 \mu\text{g}$  de Ca) al centro del papel filtro Whatman No. 41 de 55 mm de diámetro, secar en estufa a  $100-110^\circ$ . El papel filtro seco se coloca en 10 ml de  $\text{NH}_3$  acuoso (1:1) conteniendo 1 g de carbonato de amonio (para eliminar  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$  y  $\text{Co}^{2+}$ ). Agitar el papel filtro, lavar con agua, se lleva otra vez a la estufa, y lavar con  $\text{HCl}$  0.1 M. Secar el papel y colocarlo en una mezcla de etanol saturado con glioxal bis-(2-hidroxil anil),  $\text{NaOH}$  acuoso al 10% y  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  al 10% (4:1:1). Lavar y secar el papel, comparar la intensidad -- del color rojo desarrollado con los estándares -- preparados similarmente. De 66 cationes y aniones ensayados solamente  $\text{Ce}$  ( $>3 \mu\text{g}$ ) y  $\text{PO}_4^{3-}$  ( $>3 \mu\text{g}$ ) - interfirieron.

W. C. Johnson

"DETERMINACION AUTOMATIZADA DE SILICIO Y CALCIO EN CEMENTO PORTLAND Y MATERIAS PRIMAS ASOCIADAS"

1972

VOL. 22 J. A. Fifield and R. G. Blezard (Tunnel Cement --  
169 Ltd., West Thurrock, Essex, England). Analyst, --  
Lond., 96, 213-219, 1971.

La muestra es fundida con álcali en un cri--  
sol de paladio-oro, al residuo se le agrega agua  
caliente, la solución se acidifica con HCl y se -  
diluye a 500 ml. Para la determinación automatiza  
da de Si, la solución muestra es tratada con HF,  
después con  $H_3BO_3$ . Una solución ácida de molibda-  
to de amonio es adicionada, seguida por ácido as-  
córbico acuoso, y la extinción debido al 'azul de  
molibdeno' es leída a 650 nm. Una diferencia apro-  
ximada es usada para mejorar la precisión. Para -  
determinar Ca, la solución muestra es tratada con  
trietanolamina y se ajusta el pH a 12.6, se adi--  
ciona glioxal bis-(2-hidroxianil) metanólico al -  
1% y la extinción es leída a 570 nm. Análisis tri-  
plicados de 30 muestras demostraron una desvia---  
ción baja entre los métodos de 0.03% para Si y --  
0.05% para Ca, con una correspondiente desviación  
estándar de 0.06% y 0.13%. Diagramas para el aná-  
lisis automatizado son presentados.

R. Waspe

"DETERMINACION COLORIMETRICA DE CALCIO EN AGUA CON  
GLIOXAL BIS-(2-HIDROXIANIL)"

VOL. 22 Sarno, Vincenzo (Lab. Chim., Ente Naz. Energia --  
1925 Elet., Naples, Italy). Trib. CEBEDEAU, 24, 299-  
301, 1971 (en francés).

Tomar 10 ml de la muestra, ajustar el pH a -  
12.6 con NaOH soln. acuosa al 10%, adicionar 1 ml  
de soln. reguladora pH 12.6 , 0.5 ml de glioxal -  
bis-(2-hidroxianil) etanólico al 0.5% y una soln.  
de (20 mg de NaOH, 1 mg de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> y 0.2 ml de ---  
agua). Después de 3 min adicionar 10 ml de alcohol  
isoamílico, agitar por 2 min, agregar 5 ml de eta  
nol y 5 ml de butanol, agitar por 30 seg y dejar  
que las capas se separen 2 min. Al extracto alco  
hólico adicionar 3 ml de metanol, agitar por 30 -  
seg para obtener una solución clara y después de  
90 seg leer la extinción a 525 nm. La ley de Beer  
se cumple para 10 a 700  $\mu$ g de calcio por litro. -  
La precisión es  $\approx 10$   $\mu$ g por litro. Las interferen  
cias por Mg, Li, Fe<sup>II</sup>, NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> o Cl<sup>-</sup> -  
es de  $< +7\%$ .

H. J. Boniface

1972 "CALCIO EN PULPA DE PAPEL. NUEVA SUGERENCIA PRO---  
PUESTA PARA EL METODO T247"  
VOL. 22 Chemical Methods Committee of the Technical Asso--  
4153 ciation of the Pulp and Paper Industry. TAPPI, 54  
(4), 595-596, 1971.

Una solución de la muestra incinerada en  $\text{HNO}_3$  es tratada con KOH solución acuosa y enseguida se titula con EDTA (Cal-rojo como indicador) - después de que los metales pesados presentes son enmascarados con trietanolamina. Trabajando a un pH 10 y usando Eriocromo negro T como indicador, el total de Ca y Mg también son determinados.

B. Harris

"DETERMINACION ESPECTROFOTOMETRICA DE GERMANIO, TI  
TANIO Y CALCIO EN POLI(ETILEN TEREFALATO)"

1972

VOL. 22

4175

Hoyme, Horst; Seganowa, Antoaneta; and Zimmermann, Heinz (Dt. Akad. Wiss. zu Berlin, Inst. Fasertoff-Forsch., Teltow-Seehof, Germany). Faserforsch. TextTech., 22 (8), 419-421, 1971 (en alemán).

Procedimiento: i) Para Ge.- 1 g de muestra de poli(etilen tereftalato), es evaporada a sequedad con 5 ml de NaOH N, incinerar y calentar por una hora a 600-700°. El residuo se disuelve en 20 ml de agua y se mezcla con 50 ml de HCl concentrado, extraer con tres porciones de 10 ml de  $\text{CCl}_4$ . Los extractos combinados de tetracloruro de carbono son lavados con dos porciones de 10 ml de agua y el extracto acuoso se afora a 25 ml. A una alícuota de 10 ml se adiciona 15 ml de soln. regu

ladora de citrato de sodio pH 2.6, 5 ml de gelatina acuosa al 0.5% y 15 ml de rojo bromo-pirogalol etanólico acuoso al 0.02%, aforar a 50 ml, después de 15 min se lee la extinción a 570 nm.

ii) Para Ti .- 1 g de muestra es incinerada, el residuo es fundido con  $KHSO_4$ , se enfría y se agrega agua, ésta solución es mezclada con 15 ml de soln. reguladora de acetato de sodio-ácido acético pH 5 y 2 ml de tiron solución acuosa al 4%. La solución se afora a 50 ml, después de 30 min - la extinción se lee a 420 nm.

iii) Para Ca .- Aproximadamente 0.1 g de muestra es incinerada, el residuo se disuelve en 0.5 ml de HCl 0.1 N y la solución es neutralizada con NaOH 0.1 N . El método de Sarkar y Chauhan (Analyt. Abstr., 15, 6146, 1968) es seguido. Determinación de P (como molibdofosfato) en el destilado formado en la preparación de poli(etilen tereftalato), después de la combustión de la muestra por la técnica Schoniger, es también descrita.

M. Greenaway

"METODO SIMPLE PARA LA ESTIMACION DEL CONTENIDO DE CALCIO EN QUESO"

1972

VOL. 22

4475

Raadsveld, C. W.; and Klomp, H. (Netherlands Inst. for Dairy Res., Ede). Neth. Milk Dairy J., 25 (2), 81-87, 1971.

Disolver 0.5 a 1 g de queso rallado en 10 ml de solución acuosa de urea al 40% y 5 ml de HCl - 4 M, diluir a 100 ml con agua, adicionar 9 ml de NaOH 4 M, 100 a 150 mg de indicador (preparado -- con 200 mg de murexida y 100 g de NaCl) y un exceso de EDTA 0.01 M (de 20 a 30 ml) hasta que la mezcla adquiriera un color azul brillante-violeta, dejar que pasen 2 min, enseguida titular con  $\text{CaCl}_2$  acidificado 0.01 M al punto final rojo claro-violeta, finalmente titular ésta solución con EDTA - 0.01 M al punto final que se observa a un cambio de color azul; Ca es determinado de la diferencia entre las titulaciones de EDTA y  $\text{CaCl}_2$ . Los resultados obtenidos son comparados con el método de - Mattsson y Swartling (Meddelande, 43, 1954). El ácido puede ser omitido cuando el queso está suave, pero no cuando está añejo y seco.

W. A. Christian

## VI.- BIBLIOGRAFIA

- 1.- Analytical Abstracts, 1972-1976.
- 2.- Andrews D. H. and Kokes R. J., Fundamental Chemistry, 2a. Ed., John Wiley and Sons, Inc. New York-London, - 531-534, 1963.
- 3.- Bargalló, Tratado de Química Inorgánica, Editorial Porrúa S.A., México, 391-418, 1972.
- 4.- Burriel M. F., Lucena C. F. y Arribas J. S., - Química Analítica Cualitativa, Octava Edición, Editorial Paraninfo, Madrid, 253-259, 1972.
- 5.- Cornelius S. H. Jr., Manual de Mineralogía de Dana, Editorial Reverté S.A., Barcelona, 359-365; 370-375; -- 417-537, 1974.
- 6.- Kirk-Otmer, Encyclopedia of Chemical Technology, 2a. Ed., Interscience Publishers, New York, 3, 917-925, 4, 1-17, 1964. 6, 601-604, 1965. 9, 573-581, 1966. 12, 414-425; 451-458, 1967.

7.- Kolthoff I. M. and Elving P. J., Treatise on - Analytical Chemistry, Interscience Publishers, 1966.

8.- Materials and Technology, Non-Metallic Minerals and Rocks, Longmans, Green-J. H. of Bussy, 2, 68-89, 1971.

9.- Moody B., M. A., Comparative Inorganic Chemistry, 2a. Ed., Edward Arnold (Publishers), London, 239-249, -- 1969.

10.- Wilard H. H., Merritt L. L. Jr., Dean J. A., Mé todos Instrumentales de Análisis, 7a. Edición, Cía. Editorial Continental, México, 1975.

## CONTENIDO

	Pág.
I.- INTRODUCCION	1
II.- GENERALIDADES	2
ESTADO NATURAL. MINERALES	3
PROPIEDADES FISICAS Y QUIMICAS	16
OBTENCION	19
COMPUESTOS	25
USOS	35
III.- METODOS DE ANALISIS	36
IV.- INDICES CRUZADOS	38
V.- EXTRACTOS SELECTOS	59
VI.- BIBLIOGRAFIA	94