

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
FACULTAD DE QUIMICA

4
2 Gen



TRABAJO MONOGRAFICO

QUIMICA ANALITICA DEL BISMUTO

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE

Q U I M I C O

P R E S E N T A

MARTIN BUENO JAURENA



Universidad Nacional
Autónoma de México



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 está 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.

INDICE

	Hoja No.
I.- INTRODUCCION	1
II.- LISTADO DE METODOS ANALITICOS	2 - 4
III.- GENERALIDADES	5 - 12
IV.- NUMEROS DE EXTRACTOS QUE SE PUBLICARON DE 1965 A 1974 INCLUYENDO SU METODO ANALITICO CORRESPONDIENTE PARA SU ANALISIS.	13 - 59
V.- TRADUCCIONES DE ALGUNOS EXTRACTOS QUE SE PUBLICARON DE 1965 A 1974.	60 -110
VI.- BIBLIOGRAFIA	111 -112

I N T R O D U C C I O N

Este estudio monográfico es un modelo con información actualizada, en el cual se está formando una serie sobre el análisis de los elementos que componen la tabla periódica.

De la serie, el elemento en cuestión lo constituye el bismuto, que ocupa el lugar No. 83 de la tabla periódica.

La revisión se basa en una recopilación bibliográfica que se hizo para este elemento desde 1965 a 1974, que era el último índice completo con el que se contaba al hacer dicha revisión.

Las características físicas y químicas del bismuto, así como los métodos analíticos para su determinación se mencionan en forma abstracta, con referencia química bibliográfica para todo profesionista o estudiante; que muestre interés por aplicar algún método para su estudio, el cual constituye la parte esencial de esta monografía.

La recopilación de la información dá un panorama actual de las diversas técnicas que se han desarrollado en varios países, dando así un compendio de los métodos más recientes.

METODOS ANALITICOS

- 1.- ABSORCION ATOMICA
- 2.- ACTIVACION DE NEUTRONES
- 3.- AMPEROMETRIA
- 4.- ANALISIS
- 5.- CATALISIS
- 6.- COLORIMETRIA
- 7.- COMPLEJOMETRIA
- 8.- CULOMBIMETRIA
- 9.- CROMATOGRAFIA
 - a).- capa fina
 - b).- columna
 - c).- gases
 - d).- papel
 - e).- electrolítica
- 10.- DETENCION
- 11.- ESPECTROSCOPIA
 - a).- gama
- 12.- ELECTRODIFUSION
- 13.- DISOLUCION ISOTOPICA
- 14.- ELECTROFORESIS
 - a).- capa fina
- 15.- EMISION ATOMICA
- 16.- ESPECTROMETRIA DE MASAS
 - a).- gama
- 17.- ESPECTROFOTOMETRIA
 - a).- U.V.
 - b).- flama
 - c).- infrarojo

- 18.- ESPECTROGRAFIA
 - a).- rayos X
 - b).- rayos laser
 - c).- masa
- 19.- EXTRACCION
- 20.- FLUORIMETRIA
- 21.- FOTOMETRIA
- 22.- GRAVIMETRIA
- 23.- INTERCAMBIO IONICO
- 24.- MERCURIMETRIA
- 25.- POLAROGRAFIA
- 26.- POTENCIOMETRIA
- 27.- PRECIPITACION
- 28.- RADIOMETRIA
- 29.- SEPARACION
- 30.- VOLUMETRIA
- 31.- OSCILOPOLAROGRAFIA
- 32.- ELECTROQUIMICA
- 33.- IODIMETRIA
- 34.- VOLTAMETRIA
- 35.- ACIDIMETRIA
- 36.- EXTRACCION ESPECTROGRAFICA
- 37.- COMBUSTION COMPLEJOMETRICA
- 38.- COMPARACION DE METODOS
- 39.- R. S. E.
- 40.- ESPECTROPOLARIMETRIA
- 41.- ESPECTROQUIMICO

- 42.- QUIMILUMINISCENCIA
- 43.- ESPECTRAL
- 44.- ELECTRODEPOSICION
- 45.- CANDOLUMINISCENCIA
- 46.- ABSORCION
- 47.- METODOS LUMINISCENTES
- 48.- LUMINISCENCIA
- 49.- EVAPORACION AL VACIO

GENERALIDADES

HISTORIA: El bismuto es conocido desde el siglo XVI, aunque - era confundido con el estaño y el plomo.

Agricola (quien dice que era desconocido por nuestros antepasados) lo descubrió bajo el nombre de bismutum en su "De natura fossilium" (1546) lo llama plumbum cinereum.

Labavius en su "Comentatorium chymicorum" (1606) lo menciona y hace notar que se usaba para ablandar al estaño se supone que el nombre se ha derivado de el alemán "wismut" - (masa blanca), o "wiesen" (pradera) dado por los antiguos mineros.

Pott (1739) y Mas Bergman investigaron sus compuestos habiendo usado Paracelsus algunos de ellos para fines medicinales. El nitrato básico "Subnitrato de bismuto" - - - - $\text{Bi}(\text{OH})_2\text{NO}_3$, descubierto por Labavius, todavía se usa contra diarrea y cólera, ésta substancia conocida como "blanco perla" fué introducida por Lemeru como un cosmético a pesar de que - actúa como irritante sobre la piel.

El bismuto: Pertenece al grupo V del sistema periódico con símbolo Bi en el subgrupo que contiene el nitrógeno, fósforo, antimonio y arsénico, con cinco electrones en la capa exterior del átomo. El bismuto tiene una configuración -- electrónica del gas noble anterior (xenón), $\text{Xe}4f^{14}5d^{10}6s^26p^3$ con cinco electrones en la capa exterior del átomo. Los números de oxidación más usuales son 3+ y 5+, es el elemento más metálico del grupo, forma dos series de compuestos en los que

el bismuto no forma fácilmente óxidos a las temperaturas ordinarias, conserva el brillo metálico durante largo tiempo, el Bi_2O_3 es el óxido mejor definido y es muy rara la existencia de otros compuestos.

Los elementos que constituyen el grupo V de la clasificación periódica forman una de las familias más características de la química inorgánica, pues sus propiedades físicas y químicas varían muy regularmente a medida que aumenta el peso atómico, lo mismo ocurre con el peso específico, con los puntos de fusión y ebullición excepto por lo que se refiere al bismuto cuyo punto de ebullición es bastante bajo comparado con el de los elementos anteriores.

La materia que componen los elementos de este grupo se condensa cada vez más a medida que aumenta el peso atómico hasta adquirir en el bismuto un aspecto casi metálico, aunque ésta cualidad ya empieza a notarse en el arsénico.

Sus principales constantes están anotadas en la tabla siguiente.

TABLA I
ELEMENTOS DEL GRUPO V

PROPIEDADES	N	P	As	Sb	Bi
No. atómico	7	15	33	51	83
P. a.	14.008	31.02	74.91	121.76	209
P. específico	0.81	1.83	5.79	6.62	9.80
P. f.	210.5°	44.3	500°	632	270.3°
t. e.	195.67°	283.3°	se sublima	1440°	1450°

De estos elementos a excepción de N y Bi, se conocen al menos dos estados alotrópicos, naturalmente diferenciados llamados forma amarilla y forma metálica, la estabilidad de la primera disminuye a medida que aumenta el peso atómico. Son isótopos del bismuto algunos elementos radioactivos de vida corta cuyas constantes se dan en la tabla siguiente:

NOMBRE	SIMBOLOS			PESO ATOMICO	CONSTANTES DE SEMITRANSFORMACION
Radio	E	Ra	E	210	4.85 días.
Torio	C	Th	C	212	60.8 min.
Radio	C	Ra	C	212	19.7 min.
Actinio	C	Ac	C	211	2.16 min.

Estado natural: El bismuto se presenta en la naturaleza con los minerales de plomo, plata y cobalto como óxido, Bi_2O_3 bismutita o bismuto ocre, Bi_2S_3 bismuto sulfurado vidrioso, y carbonato básico $(\text{BiO})_2\text{CO}_3$ espato de bismuto.

Se encuentra principalmente en Bolivia (fuente más importante), y una gran parte se extrae de los minerales como son: galena de plomo y bismuto $\text{PbS} \cdot \text{Bi}_2\text{S}_3$, galena de bismuto y plata $\text{AgS} \cdot \text{Bi}_2\text{S}_3$, galena de bismuto y cobre $\text{CuS} \cdot \text{Bi}_2\text{S}_3$, en Canadá la India y China; Sajonia y Australia son fuentes muy importantes.

El metal se obtiene principalmente en el hemisferio occidental como subproducto de la fundición y refinación del plomo y del cobre.

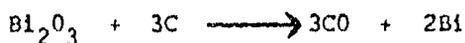
La producción mundial anual del bismuto durante la última década se calcula de 900,000 a 1,800,000 Kg del 40 a 50% se produce en los Estados Unidos.

La producción en la República Mexicana es de importancia industrial y la constituyen subproductos del refinado del plomo y de la plata en las fábricas de Monterrey, este mineral se encuentra principalmente en los estados de Guanajuato, Durango y San Luis Potosí.

La extracción del bismuto no se realiza en los laboratorios sino que se produce exclusivamente en la Industria por vía seca y por vía húmeda.

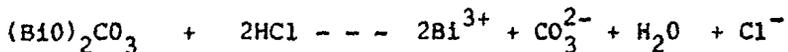
1.- La extracción por vía seca se funda en que el punto de fusión de este elemento es muy bajo cuando se halla en estado puro, en este caso el bismuto está mezclado con una ganga cuarzosa, y para separarlo de la misma se tritura el mineral y se introduce en los cilindros de hierro ligeramente inclinados colocados unos junto a otros en un horno; por la acción del calor el bismuto funde y cae en recipientes de fundición, de donde se extrae para moldearlo mediante el calor en forma de barras de 12 a 25 Kg de peso.

Quando se extrae el bismuto de sus minerales sulfurados, se calientan estos al rojo sombra en un horno de reverbero para oxidar el bismuto y el hierro contenido en el mineral, mientras que el azufre del mismo se convierte en anhídrido sulfuroso que se desprende, el mineral calentado se mezcla con carbón y se reduce para liberar el bismuto según la reacción:



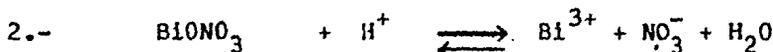
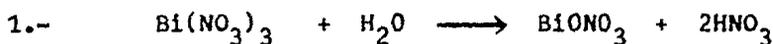
2.- Extracción por vía húmeda: Se obtiene el bismuto de sus compuestos oxidados, en los cuales puede existir en estado de hidrogenocarbonatos mezclados con una ganga cuarzosa y conteniendo pequeñas cantidades de arsénico, antimonio, plomo, hierro y calcio. El mineral pulverizado se somete a la acción del ácido clorhídrico, tratándolo sistemáticamente y sucesivamente con este ácido. Una vez agotado el mineral se sumergen barras de hierro en los líquidos obtenidos, precipitándose entonces el bismuto en forma de un polvo negro y denso que se recoge por filtración, se lava

con agua, se comprime y se deseca rápidamente en la estufa - para impedir su oxidación, después se funde en crisoles de - grafito bajo una capa de carbón y se cuele.



El bismuto obtenido por estos procedimientos no es - puro, sino que contiene varios metales extraños, diferentes - según la naturaleza del mineral primitivo, suelen ser gene- - ralmente antimonio, plomo, arsénico, cobre, hierro, plata y - pequeñas partes de azufre.

La obtención del bismuto absolutamente puro solo pue - de lograrse sometiendo el nitrato de bismuto a sucesivas - - cristalizaciones en agua acidulada con ácido nítrico y verti - endolo luego en la disolución con un exceso de agua que pro - duce un precipitado de subnitrato de bismuto; se lava éste, - y se calcina al rojo sombra en un crisol de porcelana para - convertirlo en óxido, el cual se reduce en un tubo de vidrio ó en un crisol de cuarzo mediante una corriente de hidrógeno puro.



Propiedades Físicas: Peso atómico del bismuto es de 209, No. atómico 83, es un metal cristalino, blanco grisáceo con tinte rosado cuando se le compara con metales como el zinc y el antimonio, es muy quebradizo, se pulveriza fácilmente, es - buen conductor de la electricidad y muy mal conductor del ca - lor; cristaliza fácilmente en romboedros que parecen cubos -

del tipo del arsénico y antimonio metálicos con distancias -
Bi - Bi 3.095 \AA ; funde a 270.3° C , y volatiliza a una tempe-
ratura de 1450° C , su densidad de electrodo + $0.32 (\text{BiO}^{\dagger})$, --
radio covalente en (\AA) 1.54 , radio iónico (\AA) $1.8 (3+)$, -
estados de oxidación (-3) , $(+3)$, $(+5)$.

A la temperatura ordinaria no se altera en contac-
to con el aire; calentándolo al rojo en contacto con el aire
se convierte en óxido de bismuto, conductividad térmica (en-
cal/cm./cm²/seg., 0.020 a 20° C) elevada resistividad electri-
ca, $106.8 (0^{\circ} \text{ C})$ y $128.9 (300^{\circ} \text{ C})$ microhmios/cm.

Este metal es el más diamagnético conocido, porque
posee alto efecto termoeléctrico, tiene una susceptibilidad-
máscica de -1.35×10^{-6} , resistencia a la tensión laminado y
martillado. El bismuto tiene la propiedad de rebajar conside-
rablemente el punto de fusión de distintos metales cuando se
alea con ellos.

Propiedades químicas: El bismuto forma iones incoloros, posi-
tivos y trivalentes, Bi^{+++} todas las sales de bismuto por la
acción de mucha agua sufren descomposición hidrolítica, for-
mando sales básicas, poco solubles.

El bismuto es insoluble en HCl y soluble en ácido
nitríco diluído o concentrado convirtiéndolo en nitrato, el-
agua regia en cloruro y el H_2SO_4 concentrado y caliente en -
sulfato, también combina directamente con el bromo, yodo y -
el azufre, el polvo de bismuto adicionado sobre cloro arde -
formando tricloruro.

Usos: El bismuto se usa en la fabricación de aleaciones en particular de metales fundibles, así por ejemplo el metal newton (estaño, 3; plomo, 5; bismuto, 8) funde a 60.5°C .

Las aleaciones fundibles a 100°C se usan en rociadores automáticos; las aleaciones menos fundibles se usan para hacer tapones de seguridad para las calderas de vapor, fusibles para conexiones eléctricas y en alarmas contra incendios botellas de gas comprimidos, algunas aleaciones de bismuto tienen propiedades excepcionales como son una pequeña contracción al pasar el líquido a sólido y una dilatación en el estado sólido en donde se han usado para fabricación de herramientas de mango, punzones y algunas partes que se someten a mecanización.

El óxido o el nitrato se usan en la fabricación de ciertas clases de vidrios ópticos, y en la decoración de objetos de alfarería con lustres. El nitrato básico se usó en un tiempo como cosmético y algunos compuestos como el carbonato se usan en medicina, el bismuto también se usa para la construcción de termopilas.

EN LOS CUADROS SIGUIENTES, LOS NUMEROS QUE APARECEN EN LAS COLUMNAS CORRESPONDEN AL ABSTRACTO DEL ARTICULO - QUE FUE PUBLICADO EN SU RESPECTIVO AÑO COMO SE INDICA, Y LOS NUMEROS QUE SE ENCUENTRAN EN LA PARTE SUPERIOR, - CORRESPONDEN AL METODO ANALITICO QUE AL PRINCIPIO SE - ENUMERAN.

1965

MATERIAL ANALIZADO	MÉTODOS ANALÍTICOS								
	4	21	25	19	3	18	6	28	41
Bismuto en arsénico		2793							
Polvo de ferromolibdeno	4548								
Bi en galena			2174						
In, Ga, Bi, Sb y As.									3263
Telurio en Bi puro			5136				3276		
Ag, Cu, Pb, Bi, Cd y Al.						5641			
Metales puros	6341								
Zn, Hg, Bi, Mn, Al, Cr y Ag.				6367					
Separación de Bi, Hg, y Ag.								2672	
Hg, Cu, Sb, Ag, Bi					2667				
Ag, Bi, Cd, Sn, Sb y Pb.						27			
Impurezas de Bi.									4496
Au, Pb, Bi, Fe, y Al en Ag							2146		
Se en bismuto			5757						
Determinación Te, Bi y Micromato.			5644						
Metalurgia	531								

MATERIAL ANALIZADO	METODOS ANALITICOS							
	10	17a	25	31	18	30	19	26
Determinación de bismuto.			1741				4109	
Aleaciones de cobre.			2836					
Aceros.			167					
Identificación de Bi.	3520							
Bi, Zn, Mg.						2199		
Bi, Th Pb, cd y Zn								6734
Estudio para determinación de Bi.		6175						
Impurezas en Bi.					3523		6173	
Crina			6351					
Determinación Pb en Bi .				5501				
Determinación Zn en Bi puro			3522					
Determinación Cd y Bi .						2868		
Bi (III)- gluconato complejo.			621					
En metales.							6174	
As, Cd, Bi, Sb, Pb, Zn y Sn .					546			

1966

MATERIAL ANALIZADO	METODOS ANALITICOS						
	7	4	2	29	23	21	34
Determinación de bismuto	620					5499	
Bi de Pb, Zn, Ga, Tl, In, Cd y Sn.				1238			
Minerales o rocas.			5500				
Separación de Bi de Pb.					3521		
Aleaciones de cobre.	1742						
Sulfuros de cobre.						1274	
Impurezas en Bi.		5502					
Estudio para la determinación de Bi.							1666
Separación de Th y La.					1742		
Aleaciones de Sn-Pb-Bi .	531						
Determinación de Cu en Bi			6820				
Bi como complejo						6819	
Separación de Bi y Te.					3539	619	

1967

MATERIAL ANALIZADO	METODOS ANALITICOS							
	3	10	34	9a	6	7	23	2
Separación con ditizona .		3803						
Hg en bismuto .								4657
Determinación de Bi .	4656		6777		1942 5715	2433		
Zn en Bi puro								5368
Cd, Bi y Pb .		3026						
Separación de Bi, de Ni, Ca, Cu, Co, Mg, Mn, Zn, o Fe.							3940	
Separación de Cd, Cu, Ph y Hg.				28				
Determinación con caprolactama.	7443							
Productos Farmacéuticos.						5716		
Arsénico en Bi puro.					669			
Ag y Sb en bismuto.								667

1967

MATERIAL ANALIZADO	METODOS ANALITICOS					
	22	19	25	17	18	29
Separación de Bi de Pb.		2527				
Determinación de Pb y Bi			7430			
Tierra ó agua natural.				3641		
Cd. Cu. Ag. y Bi.		699				5262
Determinación de Bi .	115	666		1943		
Bi en Al, Cu, Pb ó Sn.				1277		
Pb, Sn, Sb, Bi, Cd y Zn.					4532	
Aleaciones resistentes.			1281			
Orina .			5571			
Determinación de Cu en Bi puro.				668		
Sistemas HNO ₃		7444				
Pb en bismuto.			670			
Bicarbonato			3131			
Distil Sulfocarbamatos						3027
Cobre y Bi .			7164			
Reacción con Cu, Pb, Zn, Cd, y Bi.				5257		
Reacciones.			3860			

1968

METODOS ANALITICOS									
MATERIAL ANALIZADO	9b	1	6	17	9d	22	23	14a	3
Bi, Cd y Co.		7151							
Determinación de Bi.				2586		1356			4651
Soluciones homogeneas.						5303			
Oxigelulosa.								1847	
Estudio característico de (Bi)		5948							
Separación de Cd y Cu .							5848		
Mezclas de Bi y Pb.									5834
Separación de Hg .	3292								
Determinación de Bi y Tl .				6605					
Bi, Ni y Pd.						5221			
Bi como fosfato						1355			
Separación Cd, Cu, Pb y Hg.					1279				
Cu en bismuto .		7239							
Separación de Pb, Th y U.			5852						

MATERIAL ANALIZADO	METODOS ANALITICOS								
	7	21	25	9a	31	2	29	34	19
Determinación de Bi.	5945								
Minerales ó rocas						4652		5944	
Determinación de Bi .	5946								
Revestimientos de estaño.	5947	728							
Metales y productos flotantes.			3893						
Cu, Pb, y Bi.					5847				
Indicadores para Bi .	3892								
Bi, Pb, Cu, y Au.	1962		122						
Determinación de otros metales				4650			47		3293
Hg, Bi y Pb.			5220						5851

1969

MATERIAL ANALIZADO	METODOS ANALITICOS											
	3	9d	11	22	1	17a	6	7	17	2	23	25
Complejos .						1840						
Estudio y análisis.			1839									
Determinación de Bi(III)	1213						633		102			
Determ. con glioximas.				2979					1212			
Bi en Cd ó Pb.		108										
Bi en cobre								2357				
Minerales o rocas.					184							
Determinación con ac. N- fenilbenzohidroxámico.				2980								
Análisis de Bi en Pb.										621		
Orina e hígado.												1989
Separación de Bi y Te.											2982	
Cu en Bi puro.										1148		
Determinación de Bi en semiconductores.												2330
Determinación con ácido difánico.				2981								
Determinación de Bi en In.								2431				

1969

MATERIAL ANALIZADO	METODOS ANALITICOS											
	9a	21	7	18	48	1	17	26	22	17a	25	9b
Determinación de iones					3301							
Aplicaciones analíticas		821							820			
Determinación con EDTA							130					
Hierro baseado blanco				2115								
Minerales ó rocas			2692									
Orina											2276	
Aleaciones						2562						
Determ. con tioacetamida								2693				
Cd, Co, Bi, ó Mo.										1969		
Separación Sb, As y Bi	127											
Determinación de Bi							2070					
Complejos		3300										
Separación ²²⁸ Ac y												
²¹² Pb de ²¹² Bi												31
Determinación con bismuto								2069				

VOLUMEN 18

1970

MATERIAL ANALIZADO	METODOS ANALITICOS						
	17	26	22	18	4	20	9
In, Ge, Cd, Tl, Sb, Sn y Bi .				2973			
Metales alcalinos.				1491			
Aplicaciones analíticas.	2352					3082	
Aleaciones				3702			
Bi, Cu, Cr, y V.		27					
Otros metales					4019		
Bi en cromo				1626			
Bi en cobre				44			
Determinación de Bi.			3793				
Complejos inorgánicos			2351			2211	
Bi en CrO_3							900

1970

MATERIAL ANALIZADO	METODOS ANALITICOS				
	17	18	29	4	9d
Aleaciones de Cu.		3751			
Bi en Magnesio.		184			
Minerales.		881		146	
Bi, en Se y Hg.		3798			
Pb, Cu, y Bi.	25				25
Bi en As y Sb.		878			
Bi en Cu y Ni.		1605			
Sn, Cd, Bi, Sb, As, y Pb.		67			
Separación de In y Pb.			3694		
Bi en zinc.		3784			
Ag en Bi puro		2553			
Determinación de Bi y Tl.		382			

1970

MATERIAL ANALIZADO	METODOS ANALITICOS									
	2	21	23	30	25	1	9b	18a	11	7
Aleaciones de estaño				2325						
Estudio de As, Sb, y Bi.			3902							
Separación Cu, Cd, Pb, y Hg.							2970			
Bi en Sb.			879							
Determinación de Bi.		1604			3905	3997				36.79
Elementos de P. A. altos.								3563		
Cu en metal puros.	3748									
Bi en Pb puro.						3061				
Estudio									1384	144
Solventes orgánicos.					755					
Separación Bi de Ni y otros metales.							3081			
Pb en Bi puro.				3083						
Mezclas de Bi y Cu.										880
Orina						358				
Bi en HCl			54							
Otros metales.							2209			

1970

MATERIAL ANALIZADO	METODOS ANALITICOS										
	15	16	9a	18	36	10	9d	19	27	7	11
Determinación de metales				4817							
Antimoniuro de aluminio				4773							
Titulación directa de Bi											4773
Determinación en indio puro					1102					1200	
Separación In, Ga, Tl, Bi y Sb								2888			
Co, Ni, Fe, Mn, Cu y Bi						1024					
Cloruro de arsénico				4832							
Reacciones de Bi											
Determinación de Bi									4036		
Nebulación Técnica	2803	181									
Separación de 16 metales											
Metales			1002				40				
Determinación de molibdeno					186						
Cd, Co, Ni, Bi, Mn, Pb ^{II} , Th ^{IV} y Zr ^{IV} .											988

1970

MATERIAL ANALIZADO	METODOS ANALITICOS						
	16	18	36	10	9d	19	7
Minerales de cobre.		63					
Fe, Co, In, Ga y Zn ó Pb.						2041	
Aplicaciones analíticas.				4830			
Bi ²¹⁴ en el aire.	2706						
Oxidos fosfóricos.			2195				
Ungüentos.							1714
Estudio.					2880		
Minerales.		2271					
Antimoniuro de galio.		2118					
Arseniuro de indio puro.		113					
Determinación de Bi y Fe.							182
Sales de Ni y baños de Ni-Pt.		267					
Silicatos.		2276					
Soldaduras.		155					

1970

METODOS ANALITICOS												
MATERIAL ANALIZADO	30	37	21	3	9b	17	9e	34	1	6	23	25
H F acuoso												5379
Determinación de metales			1005			2892				1201		
Bismutilos			2882									
Análisis			1229									
Aleaciones de Pt-Rh									4684			
Determinación de Bi	3005		3006	3995		3846		3847		1316	1316	
Compuestos orgánicos		1348				3007				2200		
Separación de radionúcleos							36					
Metales					1002							
Fe, Cu, Sb, Bi												2040
Ti, V, Ni, Cr, Pb y Bi									3902			
Separación de Bi y Sb										177	177	

1970

MÉTODOS ANALÍTICOS							
MATERIAL ANALIZADO	21	3	17	34	1	23	25
Tl, Co, Bi, Se, Te.		3684					
Indicios de Bi.	4834						
Determinación en molibdeno			186				
Determinación en plomo.				4818			
Aleaciones semiconductoras.				3813			2199
Minerales.					2271		
Aleaciones.	3845						
Determinación en Na.			2059		2059		
Determinación en Bi y Fe.		182					
Tungstenatos y w.							3876
As en bismuto.			3848			3677	
As en bismuto.			3839				

1971

MATERIAL ANALIZADO	M E T O D O S A N A L I T I C O S						
	1	40	19	25	34	17	39
Sólido (micro-análisis)	4547						
Bi,Cd,Hg,Pb.		1515					
Cintas magnéticas.				3038			
Determinación de Bi en Pb.	142					142	
Aleaciones de Pb.	1610					1610	
Determinación de Bi en Cu.					886		
Investigación			3712				
Minerales ó rocas.	1317						
Cationes metálicos							1514
Compuestos organometálicos.						3933	

1971

MATERIAL ANALIZADO	M E T O D O S A N A L I T I C O S								
	1	19	9b	25	34	23	30	17b	11
Aleaciones de Ni							1493		
Errores de extracción	761								761
Separación de Fe y Pb						36			
Separación de Cd, Pb ó Zn			2296						
Quimiluminiscencia de átomos								3522	
Determinación en Ga					2352				
Soldaduras de Sn-Pb	3713								
Con Bis(2-etilexil)fosfato		2414							
Agua					4430				
Hiposulfito de Na				2421					
Estudios				4584					

MATERIAL ANALIZADO	METODOS ANALITICOS										
	9a	18	21	3	27	6	26	7	10	16	13
Bi en renio					996						
Oxidación de aminos									2511		
Determinación en aluminio		3651									
Determinación de Bi						2413		3753			2999
Complejos							861				
Determinación en Sb		965									
Determinación de cationes				3603							
Estudios	1507				3591						
Sólidos (microanálisis)										4547	
Aplicaciones analíticas			2316								
Aleaciones de Al								2347			
Bi en Sb y As	155										

METODOS ANALITICOS								
MATERIAL ANALIZADO	9a	18	21	3	27	6	7	9
Minerales de Cu								1689
Preparaciones farmacéuticas							1993	
Determinación en Cd.		2338						
Aleaciones de Fe - W			2452					
Determinación en Au						63		
Determinación de Pb en Bi				3756				
Pentaclorobismutato					3752			
Antimoniuro de indio		3664						
Determinación de Tl en Bi							1573	
Tratamientos de productos de Bi							3755	
Aleaciones no ferrosas			966					
Celulosa impregnada	20							

1971

MATERIAL ANALIZADO	METODOS ANALITICOS							
	2	18	30	25	3	7	23	18b
Aleaciones de indio	3293							
Aleaciones de Al				956				
Determinación por fuente		35						
Cadmio		1623						
Minerales	3979	1728						
20 elementos								3975
Determinación de Bi			3352			3353		
Complejos de Bi						1058		
Cd, Tl, Bi, Pb y Ni					3220			
Estudios							3224	
Hierro		3392						
Aleaciones de Ni		226						
Aplicaciones analíticas							2525	
Dimetil sulfóxidos			874					

MATERIAL ANALIZADO	METODOS ANALITICOS					
	26	18	30	25	7	23
Oxidos de Ni y Co		4116				
Determinación de cationes	28					
Acero		4096		4094		
Series de estilbeno					844	
Arsénico			3290			
Separación de Ni						2591
Materiales puros		4502				
Fósforos puros		143				
Separación de Mg						191
Zinc en Bi				1040		
Talio puro		99				
Impurezas		4061				
		3354				
Separación de telurio						4075

1971

MATERIAL ANALIZADO	METODOS ANALITICOS								
	9	21	9a	17	33	34	19	22	10
Separación de Pb y Po	3218								
Complejos de Bi		2526		1039					
Aleaciones de Al				2455					
Electrolitos básicos						3219			
Determinación de Bi							876	3352	
Bi en Pb, Th y U			2391						
Ferroniobio				2583					
Separación de Bi	2527								
Oxidos de zinc									3272
Determinación: Bi, Fe, In, Th, Hg, Cu, Ni, Pb, Zn, Cd, Co, Al						2392			

VOLUMEN 21

1971

MATERIAL ANALIZADO	METODOS ANALITICOS				
	21	9a	17	34	19
Aleaciones de Pt-Rh	2601				
Cd, Co, Cu, Pb, Ni y Zn		3212			
Aleaciones de hierro			1827		
Usos analíticos			151		
Separación de Mg					41
Separación de Bi					858
Níquel			1833		
Baños de estaño	130				
Separación de Hg		1733			
Arseniuro de Ga ó Ge				3290	
Cu, Bi, Zn, Cd, Tl y Pb			196		
Identificación de iones		3984			

MATERIAL ANALIZADO	METODOS ANALITICOS							
	26	17	30	11	1	9d	9a	9
Sistemas Redox	26							
Fuentes de descarga				3968				
Formación y extracción		3098						
Aleaciones de níquel		745						
		160						
Sangre					941			
Separación de Pb y Bi								723
Aceros		3159			3160			
Aleaciones de Fe					795			
Bi en Sb			3966					
Estudio en comp. inorgánico						593		
Cl- sobre Bi		772						
Cobre en Bi		2238						
Fierro en Bi		781						
Separación de Sb y As							1431	
Fósforo en Bi		3963						
Separación de Cd, Pb y Hg							2088	

VOLUMEN 22

1972

M E T O D O S A N A L I T I C O S								
MATERIAL ANALIZADO	22	10	18	18a	2	34	23	3
Identificación de iones		21						
Fuentes de descarga	3967							
Cadmio			2130					
Galio			3037					
Minerales				3099	2237			
Bi en antimonio	3966							3966
Ag, Pb, Sn, Bi, Tl, As, Sb			2287					
Bi en plomo			3075					
Aleaciones de Fe-Ni							786	
Bi en cadmio y Mg								2080
Bi en Fe y Mn			2284					

MATERIAL ANALIZADO	METODOS ANALITICOS					
	19	18	18a	34	23	3
Agua				4562		
Tierras		2718				
Aceros		792				
Cobre		2761				
Plata en Bi				3100		
Bi en Cu y Ga						1435
Separación de Cu					587	
Semiconductores			3969			
Separación de Pb y Zn	746					
Oxidos de itrio		2164				

MATERIAL ANALIZADO	METODOS ANALITICOS								
	10	20	17	9a	18c	5	18a	26	42
Pinturas	4687								
Agua				2034					
Efectos de Bi						220			
Determinación de Cu y Bi			1278						
Aleaciones			4580						
Minerales			3119				4207		
Reacciones									1402
Análisis de impurezas					2997				
Efectos del indicador para determ. de Bi		221							
Reducciones con V (II)								3118	
Determinación en grafito			3789						
Aleaciones de hierro			1457						
Aleaciones magnéticas			3166						
Separación de Ni, Ag, Zn				3006					
Determinación de Sn en Bi			3088						

1972

MATERIAL ANALIZADO	METODOS ANALITICOS								
	24	1	19	25	23	6	34	3	8
Disolventes orgánicos		39							
Cu, Cd, Pb, Bi, Tl				3693					
Metales			2286						
Extracción de Bi						3829			
Aleaciones		2474							
Extracción Cu, Pd, Sb, Bi	3000								
Preparaciones farmacéuticas				1805				3434	
Bi, en presencia de Mg y Zn								91	
Sangre con suero							3305		
Estudio en presencia de EDTA					1257				
Bi de alta pureza									3899

VOLUMEN 23

1972

MATERIAL ANALIZADO	METODOS ANALITICOS					
	1	25	23	6	34	3
Tejidos del cuerpo	4729					
Aleaciones	2290					
Bi en indio					3052	
Minerales				4207		
Bi en estaño		4566			1370	
Agua de mar					5011	
Hg y Cu, Pb ó Zn						1258
Determinación en Th						152
Separación Cd, Cu, Pb, Hg, Os, Pd, Re y Ru						1264
Otros metales						44

VOLUMEN 23

1972

MATERIAL ANALIZADO	M E T O D O S A N A L I T I C O S						
	16	18	21	9d	22	30	2
Separacion de Sb, As, Cd, Cu, Pb, Hg, y Sn.	1248						
Iones metálicos Con hexatiocianato cromato de Potasio			219		218	218	
Elementos en solución Agua	3690	4344					
Efecto indicador metalocrómico en Bi Determinación de Sb en aleaciones de Bi.			2275				1401
Cd, Cu, Pb, Hg, Os, Pd, Re y Ru				1264			

VOLUMEN 23

1972

MATERIAL ANALIZADO	18	44	21	22	9b	30
Separación de Cu					1262	
Separación de ²⁰⁷ Bi.		2382				
Sales de tiurea				3116		3116
Complejo tiurea			3117			
Determinación en cesio	1271					
Determinación en galio	3767					
En hiposulfito de Na.	67					
Determinación en plata					1298	
Separación de Cd, Hg, y Zn en Bi	2285					

1973

MATERIAL ANALIZADO	METODOS ANALITICOS								
	10	13	34	3	1	25	2	20	31
Determinación de Bi, Fe.	2777								
Determinación en grafito			3431						
Determinación de Bi y Cu			3432						
Metales y aleaciones					1330				
Oxidos de lantánidos						714			
Bi en silicatos		91							
Bi en presencia de Cu y Pb				3165					
Plantas						2281			
Minerales y rocas							3433		
Platino							3490		
Cd, Zn, Ni, Co, Pb, In, y Bi	2685							1531	3333
Bi en cobre			2096						
Bi en presencia de Sb, Cu, y Fe.					109				
Bi en presencia de Au			2064						
Aceros					1577				
Bi en estudio			692						

1973

MATERIAL ANALIZADO	METODOS ANALITICOS						
	45	18	7	23	17	21	16a
Aleaciones y metales	2156						
Descomposición de H ₂ O (titulación)			15				
Cu, Cd, Zn, Ni, Co, Pb, In, Th, y Bi.						3430	2693
Bi, Pb, Mn, Al, Cr, Cu, Cd, In, Zn, Ni, Co.		1438					
Aleaciones de hierro						144	
Separación de Se y Te.				160			
Separación de Th				101			
Preparaciones farmacéuticas			1143		3693		
Bi en presencia de Sb, Cu, Fe					109		
Bi en presencia de Cu y Fe					108		
Bi en presencia de Pb			3335				
Bi en presencia de Ti			757				
Determinación en selenio		117					

1973

MATERIAL ANALIZADO	M E T O D O S A N A L I T I C O S				
	18	23	17	26	9b
Acidos orgánicos	1169				
Determinación en plomo				2141	
Separación Cd, Co, Cu, Pb, Hg, Ni y Zn.					3332
Cu, Cd, Pb, y Hg					2413
Separación de Cobre					1459
Determinación en presencia de EDTA.		647			
En sales de talio	71				
En zinc	690		690		
Aleaciones de zinc	50				
Otros elementos		2680			3317
Separación de talio		2679			
Separación de Zn		813			
Separación de Ni y Pd					2089
Electrolitos de Zn	3366				
Con 8-hidroxiquinolina	752				

MATERIAL ANALIZADO	METODOS ANALITICOS								
	19	34	18	18a	1	7	9b	10	17c
Bi, Cd, Cu, Fe, Pb, Ni, V, Sn y Sb	1484				1484				
Aleaciones de aluminio				81					
Determinación de Bi en antimonio			145						
Al, Bi, Cd, Ca, Cu, Fe, Pb, Mg					3049	2110			
Mercurio					2053				
Determinación de óxidos de cerio IV			3009						
Bi en cadmio y Zn		70			2177				
Bi en aluminio					80				
Separación de Mo, W, V, Fe, U	1557								
Complejos Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Sn, Bi, Pb							690		690
Reacciones								2147	
Bi en hierro			2271						
Bi en plomo			781		3762				

MATERIAL ANALIZADO	METODOS ANALITICOS						
	19	18	1	7	9b	17a	17
Bi en molibdeno		3064					
Bi en Co, Cu, Ni y EDTA						801	
Otros metales					3694		
Bi en cobre			2235				
Determinación en sodio		3698					
Determinación en acero			196				
Productos metalúrgicos							3048
Acido telúrico		1549					
Película Na-Se-Bi							800
Cu, Ag, Au, Zn, Cd, Hg, Tl, As, Sb, Bi, Na, Te, Po	2943						
Con 11-diantipirininilheptano	3683						
1-óxido, 2 mercaptoperidina	18						
8-mercaptoquinolina	2946						
Determinación de Zn en Bi				802			

MATERIAL ANALIZADO	METODOS ANALITICOS									
	6	9	17	25	8	28	20	9d	4	46
Acero			196							
Identificación de iones Pb, Tl, Bi y Sb	2155			1441	2233					
Estudio de reacciones			2184							
Determinación de Pb, Bi			872							
Aleaciones de Ag-Bi					704					
Impurezas en Bi		2234								
Reacciones							659			
Estudio en iones inorgánicos								3692		
Determinación de Bi en cobre			3772							
Aleaciones de cobre			1772							
Bi en plomo			125							
Solubilidad de iones metálicos									2121	
Elementos radioactivos/ $Fe(OH)_3$										685
Separación de Pd		545								
Determinación de Bi en níquel			3772							
Preparaciones farmacéuticas			1147							

1974

MATERIAL ANALIZADO	METODOS ANALITICOS								
	7	1	26	19	23	18a	9b	27	4
Reacciones de complejos de Bi	830								
Bismuto y ortofosfatos			3205						
En minerales		800			162	162			
Determinación en níquel		2088							
Productos metalúrgicos				1381C					
Determinación en Co, Cu y Ni							2529		
Determinación en agua								2389	
Separación de Sb y As					721				
Separación de As				2049					
Separación de Au							45		
Otros metales					28				1987
Con bis-(2-etilhexil) fosfato				2620					

VOLUMEN 26

1974

MATERIAL ANALIZADO	M E T O D O S A N A L I T I C O S							
	34	18	17	31	38	6	47	14
Determinación de Bi y Sb	832							
Pb, Ag, Tl, Hg y Bi			686		3056		829	
Formación de complejos (estudio)			104					
Bi en fases orgánicas			105					
Bi como complejo						106		
Determinación en arsénico		2051						
Determinación en nitruro de boro		1448						
Sb, Bi, Sn y Cu				2533				
Separación Cd, Cu, Pb y Hg								23
Indicios de elementos							1501	
Con hidroxilflavonas			1985					
Determinación en cadmio		2563						
Aleaciones de cobre			2004					

1974

MATERIAL ANALIZADO	METODOS ANALITICOS			
	34	18	17	49
Bi en medio ambiente	1381C			
Arseniuro de galio		61		
Determinación en Fe		2079		
Con 2-(piridilazo)-1-naftol		813		
Aleaciones de hierro		3250		
Determinación en Co, Cu y Ni			2529	
Determinación en Th			107	
Determinación en renio		2649		
Agua de mar	1346			
Determinación en talio		2576		
Determinación en diboruro de talio		2608		
Determinación en agua		2931		
Separación en Pb				1303

MATERIAL ANALIZADO	METODOS ANALITICOS									
	17	12	27	14	34	9e	9b	21	19	23
Reacciones de Bi	89									
Muestras marinas					1084					
Determinación de Bi en Pb			84							
Preparaciones farmacéuticas							926			
Hg, Pb, Cd, Cu y Bi				1824						54
Determinación de Bi en galio		2484								
Determinación de Bi en Co, Cu, Ni, Zn								91		
Aleaciones de Pb	620									
Separación de Cu ó Ag						3130				
Separación de Cd, Ag y Zn									619	
Separación de Pb									2430	

1974

MATERIAL ANALIZADO	METODOS ANALITICOS				
	17	34	9e	19	23
Determinación de Bi en Pb.	2523				
Aceros	698				
Aleaciones U-Nb-Zr		2520			
Separación de vanadio					1325
Separación de uranio					69
Determinación de Bi en telurio	101				
Otros elementos			2423		
Separación de Tl				1869	
Minerales	2541				
Separación con tiotenoiltri - fluoroacetona.				623	

1974

MATERIAL ANALIZADO	METODOS ANALITICOS				
	8	1	18	25	16
Determinación de Bi en Sb.			1320		
En preparaciones antiácidas		2160			
Determinación de Bi en Cd			43		
Determinación de Bi en Cu y Ag.	30				
Determinación de Bi en Cu		634			
Bismuto en cristal					2597
En arseniuro de indio			2485		
Determinación de Bi en Fe.		620			
En minerales			3056		
En aleaciones de níquel		3288			
Determinación de Bi en Sb ó Cu				3114	
Determinación de Bi en sulfuros		2425			
Bi en yodo u óxidos de itrio			650		
Impurezas en Bi.			92		

1091.- Determinación de impurezas en aleaciones de plata.

1.- Determinación de fierro, bismuto, plomo, arsénico y zinc. Skorko-Trybula, Z. y Chwastowska, J. Chem. Anal. Warsaw, 8 -- (6) 859-864, (1963).

i).- Para fierro, se disuelve 1 g de muestra en 5ml de HNO_3 (1:1) se calienta y poco a poco se agrega amoníaco (1:1) hasta que la solución se ponga de color azul, 20 minutos después se recoge el precipitado, luego se lava con amoníaco diluído y se disuelve con 20 ml de HCl (1:1). Se toma una alícuota y se añaden 5 ml de KSCN al 10% y se extrae tres veces con alcohol isopropílico, y se lee a 500 micronanómetros. ii).- Para bismuto y plomo, se disuelven de 50 a 200 microgramos de muestra en 5 ml de HNO_3 (1:1) se añaden 15 ml de H_2O y 2 ml de $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ al 2%, se calienta cerca de ebullición, y se añade NH_3 acuoso gota a gota hasta que aparezca un color azul obscuro, 20 minutos después se recoge el precipitado, se lava con NH_3 acuoso y se disuelve en HNO_3 (1:1) en caliente, se diluye con 50 ml H_2O , a 10 ml de esta solución se le añade NH_3 acuoso hasta un pH de 2.5, y el Bi se extrae con solución de ditizona al 0.001% en CCl_4 . Agitar los extractos combinados con 20 ml de HNO_3 (1:100) durante 5 minutos, se desecha la fase orgánica y la fase acuosa se neutraliza con NH_3 acuoso, se lavan los extractos combinados con 10 ml de $\text{NH}_3 \cdot 2\text{N}$. Luego se lee a 500 micronanómetros; y el resultado se somete a una curva de calibración preparada por una solución estandar de ---

$\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$. La solución restante se neutraliza, luego se extrae el plomo con solución de ditizona. Se lava dos veces el extracto con 10 ml de KCN al 0.5%. Se lee a 520 micranómetros, y el resultado se somete a una curva de calibración. i

ii).- Para el arsénico se disuelve la muestra en 5 ml de HNO_3 (1:1), se diluye con 50 ml de H_2O y se añaden 2 ml de solución de $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$, se calienta hasta cerca de ebullición y se añade NH_4OH en exceso. Se recoge el precipitado se lava con NH_4OH (1:10) y H_2O , luego se disuelve en 10 ml de HCl - concentrado y se añaden 0.02 g de KI y se extrae con 10 ml - de benceno tres veces y se evapora a sequedad la solución - acuosa combinada. Se añaden 10 ml de solución de molibdeno - (conteniendo 0.1 g de $\text{Mo}_2\text{O}_7(\text{NH}_4)_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ y 7.5 mg de sulfato de hidracina en 100 ml), se calienta por 15 minutos, se enfría y se lee a 700 micranómetros, el resultado se somete a una curva de calibración preparada por algún procedimiento para la solución estandar de As_2O_3 . iv).- Para el zinc, la - muestra se disuelve en 5 ml de HNO_3 (1:1), y se diluye con - 100 ml de agua. Se toman 10 ml y se le añaden 25 ml de mezcla enmascarante (Fischer y Leopoldi, aluminium, 35, 356, 19 43) y se extrae con la solución de ditizona. El exceso de di tizona del extracto se quita con solución de Na_2S al 0.05% y se lee a 510 micranómetros, el resultado se somete a una - curva de calibración preparada por algún procedimiento. Estos métodos son usados para determinar las impurezas entre 0.1% y .001%.

3276.- Determinación de pequeñas cantidades de telurio en bismuto altamente puro. Shitareva, G.G. Uch Zap 2 45-46 (1963). Se disuelven de 1 a 5 g de muestra en 3 ó 10 ml de HNO_3 -- concentrado, y se evapora la solución en un baño de agua a un jarabe (almíbar), se añaden 2 ml de agua y de 2.5 a 5 - ml de H_2SO_4 (1:1) y se evapora la solución a sequedad. El residuo se disuelve en 20 ml de HCl concentrado y se - añaden 60 ml de agua, 0.3 ml de solución de H_2SeO_3 (30 mg- de Se) y 2 ml de solución de SnCl_2 al 50% en HCl concentrado, se calienta la muestra a ebullición por 2 ó 3 horas, - se recoge el precipitado, se lava ocho veces con HCl (1:3) y cuatro veces con agua y se disuelve en 4 ml de cloro - - acuoso y se evapora la solución a sequedad, luego se aña-- den 2 ml de HCl , y otra vez se evapora a sequedad. Se disu elve el residuo con 5 ml de H_2SO_4 11N con ligero calenta-- miento, se transfiere la solución a un embudo de separa- - ción con ayuda de alguna de las cantidades usadas de los - ácidos, la extracción se hace dos veces con 5 ml de solu-- ción de ácido dietilditio carbónico en cloroformo. Se la- va el extracto dos veces con 5 ml de H_2SO_4 11N y se añaden 2 ml de HCl , y se evapora la solución a sequedad en un ba-- ño de agua. Al residuo se le añaden 3.5 ml de HBr redesti- lado (calentado), se transfiere la solución a un tubo con- tapón esmerilado que contiene 1 ml de agua, 0.5 ml de áci- do ascórbico al 10% y se agita, se añaden 0.4 ml de hexa-- nol, se agita la mezcla durante 30 segundos, y se compara-

el color de la solución con una escala estandar.

La sensibilidad para la determinación es de 0.5 microgramos por cada 5 g de bismuto.

531.- Determinación complejométrica de bismuto y plomo en aleaciones de estaño-plomo-bismuto. E.A. Shteiman, Z.G. -- Dobrynya y E.A. Mordovekaya. Zav. Lab., 30 (10) 1200-1201 (1964).

Se disuelven 0.2 g de muestra con 25 ml de solución de -- NaF al 4% y 10 ml de HNO_3 por calentamiento. La solución es tratada con 20 ó 30 ml de agua caliente, luego se diluye a 100 ml con agua tibia. La solución se trata con 4 ó 5 gotas de solución xilenol naranja al 0.2% y se añade NH_4OH al 10% hasta que el pH este entre 1.5 y 2.0, el bismuto es titulado con NH_4OH al 10% hasta que el color sea violeta rojizo (indicador: EDTA 0.05 M), el plomo es titulado con la misma solución de NH_4OH al 10% hasta que el color sea naranja pálido (indicador: EDTA 0.05 M).

3522.- Determinación polarográfica de rastros de zinc en bismuto de alta pureza. Nakamura, H. Uehora, H. y Maru, S. Japón Analyst, 13 (6) 509-514, (1964).

Se disuelven aproximadamente 2 g de muestra en 10 ml de -- agua regia, la solución se evapora a sequedad y el residuo se disuelve en 15 ml de HNO_3 4N, esta solución es mezclada también con 15 ml de NH_4SCN 6M, luego el zinc se -- extrae dos veces con 15 ml de eter etílico; el grado de -- extracción es aproximadamente a un 97% y menor de 0.5 mg- de bismuto que es co-extraído.

Luego la capa de eter se lava con 10 ml de HCl 1N para se -- parar el bismuto, y luego se evapora a sequedad y el --

residuo es analizado en medio H_3PO_4 1N en un polarógrafo. El coeficiente de variación es aproximadamente de 8% para 0.6 ppm de zinc.

5501.- Determinación oscilopolarográfica de plomo en bismuto V.P. Gladyshev, G.P. Chinaeva y A.M. Ustimov. Zh. Analit. Khim., 20 (3) 325-328, (1965).

Se disuelve aproximadamente 0.1 g de bismuto en 3 ml de HNO_3 (1:1) conteniendo poco menos de 0.3% de plomo se calienta poco a poco hasta adquirir un calentamiento fuerte para eliminar óxidos de nitrógeno, se enfría y se diluye con 100 ml de HCl 3N, se transfiere la solución a una celda polarográfica y se corre el polarograma de -0.3 a -0.6 V. Los valores son de $E_{1/2}$ -0.45 y -0.5 V para plomo y bismuto respectivamente; una determinación toma aproximadamente 40 min.

1967

28.- Separación analítica de cationes por cromatografía en -
capa fina sobre almidón V.D. Camic, S.M. Petrovic y - -
A.K. Ben. Z Analyt. Chem. 213 (4) 251-254 (1965).

Estos cationes son separados sobre una capa de almidón-
de maíz con HCl 3N actona (1:1) como solvente revelador
Las manchas de Hg^{2+} , Pb^{2+} , Cu^{2+} , Bi^{3+} y Cd^{2+} son revela-
das por rociado con solución $(NH_4)_2S$, y los cationes --
 As^{3+} , Sb^{3+} , y Sn^{2+} con solución de ditizona en $CHCl_3$.

3026.- Detección de cadmio, bismuto y plomo, con reactivos or-
gánicos en cromatografía de papel. E. Popper, E. - - -
Florean, P. Marcu y E. Sosa. Revue Roum. Chem., 11 (2)
283-287 (1966).

Estos metales son separados por cromatografía ascenden-
te del solvente a $22^{\circ}C$ sobre el papel Whatman No. 4 con
agua-ácido-butanol (4:1:5). Como revelador se usa - -
1,3,5- anilina etanólica al 1%, abajo de 31 microgramos
de rendimiento para cadmio aparece una mancha blanca --
($R_F=0.42$) para el bismuto de 0.1 microgramos de rendi-
miento da una mancha amarillenta ($R_F=0.38$); y para el -
plomo abajo de 0.4 microgramos de rendimiento da una --
mancha amarilla ($R_F=0.22$), este último se pone amarillo
debido a la oxidación con el aire. La sensibilidad - -
aumenta si el ácido es neutralizado con NH_4OH o acetato
de sodio etanólico. Para las determinaciones semicuantit-
ativas se usa la ecuación de Fischer.

3027.- Separación cromatográfica de plomo, cobre, bismuto y -
cadmio por capa fina con dietil ditio carbonato de mer-
curio, H.J. Senf: J. Chromat., 21 (2), 363-365, (1966).
Para cada uno de los compuestos se usan capas de síli-
ca gel D. El solvente usado es ácido cítrico-fosfato,
solución buffer (pH 8) y el agente detectante es - ---
 Cu_2SO_4 al 0.5%.

1847.- Separación de cantidades pequeñas de cationes por electroforesis de intercambio iónico sobre oxixelulosa. - - G.S. Tihonov, I.A. Tikhomirov y V.A. Esmel'kin. - - - Elektrokhimiya, 3 (1), 93-95 (1967).

Las separaciones de Bi, Cu, Cd, Fe^{3+} , Mn^{2+} , y Ni (contenido de metales totales aproximadamente 100 microgramos) son afectados de 17 a 20 V por cm, con HCl de distintas concentraciones como levigantes, el análisis se hace en 50 min.

3292.- Análisis de bismuto conteniendo mercurio y zinc, por medio de radioisótopos en cromatografía en columna de celulosa substituída. R.A.A. Muzzarelli y G. Marcotrigiano, Talanta, 14 (3), 305-311, (1967).

Los resultados reportados muestran que las cantidades de Bi son cuantitativamente absorbidas por celulosa, celobiosa y celulosa substituída con solución de éter etílico, siempre y cuando la solución de $Bi(NO_3)_3$ no dañe; incluyendo un exceso de HNO_3 . El Bi^{3+} es levigado con solución de NH_4SCN al 5% en metanol-éter (4:1) ó con HCl metanólico 0.5 M, conforme a la celulosa usada. Los procedimientos para la separación de rastros de Hg ó Zn en Bi están indicados como sigue: El mercurio es levigado con éter seguido por el Bi^{3+} con HCl metanólico 0.5 M.

Estos levigados después tienen un tratamiento adecuado, los cuales pueden ser usados para la determinación de cada uno de los elementos por activación de neutrones.

947.- Determinación de cobre, plomo y bismuto por detección-oscilopolarográfica. A. Morales, B.F. González V. y F. Chizzini, *Chemist analyst*, 56 (3) 53-54 (1967).

Los oscilopolarogramas son obtenidos con un electrodo de mercurio goteándole un electrolito básico a pH 2 como reactivo A, (ácido oxálico 0.5 M ó citrato de sodio 0.5 M) ó a pH 3.5 como reactivo B, (ácido oxálico 0.5M u oxalato de amonio 2M). La sensibilidad es mejor que el realizado por polarografía, las determinaciones son selectivas. Y hay pocas interferencias de (Fe^{3+} , Sb^{3+} y U^{VI} son mascarados con F^- ó SCN^-), con "A" como electrolito básico, la sensibilidad es 0.1 microgramos de Cu^{2+} , Pb^{2+} ó Bi por ml de solución en pila eléctrica, para el electrolito básico "B" es mejor para su detección, especialmente cuando está presente el 0.03% de gelatina, el agente enmascarante se añade. Con el electrolito "A" pueden ser determinados de 1 a 3 microgramos de Bi y de 2.5 a 10 microgramos de Pb por ml -- aproximadamente $\pm 3\%$, y 0.1 microgramos de Cu hasta dentro de $\pm 5\%$. También puede ser determinado de 0.1 a 5-microgramos de Cu en presencia de 15 partes de plomo -- en exceso, y abajo de 0.5 micrográmos cuando sea menor de 10 micrográmos de Bi que esté presente con el electrolito básico "B", de 2.5 a 10 microgramos de Pb por-ml pueden ser determinados dentro de $\pm 3\%$.

7151.- Determinación de bismuto, cadmio y cobalto por absorción atómica. J. Ramírez-Ruñoz y M.E. Roth Flame Notes, 2 (5) 89-95 (1967).

Los valores de sensibilidad que se obtienen para estos elementos con el uso de un instrumento Beckman 979 con quemador de flujo laminar y una flama de aire-acetileno-inclinada. Las lecturas son hechas a 223.1 nm para Bi, 228.8 nm para Cd y 240.7 nm para Co, algunos otros parámetros experimentales son examinados. (For Part. V see - Analyt Abstr. 15 4536, 1968).

7239.- Determinación rápida de pequeñas cantidades de cobre en bismuto. R. Ciurlo, y L. Biino, Farmaco, Ed. Prat., 22 (9), 502-505, (1967).

Se disuelve la muestra finemente pulverizada (1g) en un volumen mínimo de HNO_3 (1:2). Se evapora a sequedad, y el residuo se disuelve en HCl concentrado (5 a 10 ml), y se diluye con agua a 100 ml. El cobre se determina en esta solución por espectrofotometría de absorción atómica (flama aire-acetileno: lamp. de cátodo vacío como fuente de luz) a 324.7 nm, para la gráfica de calibración se usa una solución preparada de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (aproximadamente 1000 ppm de Cu) a una solución de $\text{Bi}(\text{HNO}_3) \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (2:231 g) en HCl (10 ml; $d = 1.19$) hasta dar un rango dispuesto para 20 ppm de Cu para mezclas preparadas conteniendo de 0.5 a 2 mg de Cu por g de Bi.

1969

- 1989.- Determinación de bismuto, plomo y mercurio en muestras biológicas. I.F. Shcherbak, P.N. Kovalenko y K.N. --- Bagdasarov, Zh. analit Khim. 22 (7) 1021-1027, (1967).- El método para la determinación de Bi, Pb y Hg en e.g., orina e hígado, implica una ligazón sobre el zinc el -- cual es descrito por un análisis polarográfico. La ori na ó muestra de ceniza en solución es acidificada a -- pH 5.0 y calentada a 40°C, y luego se le añade Zn metálico, la ligazón es permitida hasta tomar fuerza por -- unos 10 a 25 min. El presipitado se disuelve en HNO₃ (1:1), y los elementos se determinan polarográficamente con uso de un electrolito básico NaNO₃ y Zn (NO₃)₂ -- 0.1 M y en KCl 0.5 M. El polarograma es registrado sobre el rango + 0.2 a - 1.0 V (vs. la S.C.E.). Tocante a la solución prueba, de 8 a 29 micromoles en Hg, de 7 a 32 micromoles en Bi, y de 10 a 65 micromoles en Pb, el error fué menor de \pm 3%.
- 2431.- Separación de bismuto como complejo Iodado con o-tolil-tiurea. A.I. Busev y N.V. Shvedova Zav. Lab., 34 (2) -- 140, (1968).
- 5 ml de la solución muestra contienen de 8.4 a 67.2 mg- de Bi en In (hasta 110 mg) en H₂SO₄ diluído (el HNO₃ es también satisfactorio), esta solución es tratada con un poco de KI 0.5 M la cual es requerida para dar una solu- ción clara naranja rojiza (la concentración final de KI debe ser de 0.08 M) y con 10 a 15 ml añadidos de - - --

o-toliltiurea acuosa al 0.5%. (el ácido sulfurico concentrado es ajustado entre 0.5 M y 1 M) después de 10 ó 15 min se precipita, se recoge y se disuelve en dimetil formamida, y la solución se titula con EDTA 0.01 M hasta incoloro. No -- hay interferencia de cantidades (mg) de algunos elementos, -- estos pueden ser: Al, Ni, Ti, Zr, Ga, y Fe.

El filtrado de el Bi precipitado puede ser usado para la -- determinación complejométrica de In con una sal de Zn en -- presencia de xilenol naranja.

1969

- 127.- Cromatografía de capa fina en mezclas de arsénico (III), - antimonio (III) y bismuto. V. Vukcevic-Kovacevic y S. - Seremet, Sci. Pharm. 36 (1) 26-30 (1968).

Los cationes pueden ser separados en Kieselgel G. (calen-- tando de 102° a 105° durante 15 min) el revelador que se -- usa es el ácido tartárico y butanol 1 M (1:1) durante 4 -- horas. El cromatograma húmedo es rociado con H_2O hasta -- revelar la mancha, estas luego se descubren con el agua. -- Las inestabilidades con el agua, aumentan en el orden -- siguiente Sb, Bi, As y con el solvente mezclado, se estabi -- lizan el As, Sb, Bi. Como sustancia de referencia se usa el As_2O_3 disuelto en HCl al 25% y $SbCl_3$ ó carbonato de bis -- muto en HCl al 10%.

- 821.- Complejos de bromobismutilo-tiocaprolactama en estudio con tiolactamas como reactivos en analisis cuantitativo. H. -- Sikorska. Tomicka Chemia Analit., 13 (1) 321-349 (1968).

La tiocaprolactama (1) forma con Bi^{III} y Br^{-} un complejo -- dando la fórmula $(C_6H_{11}NS)_2 HBiBr_4$. Esta reacción fué -- aplicada para la determinación de bismuto.

Procedimiento: Se mezcla la muestra en H_2SO_4 0.5 M con HBr acuoso al 1% (conteniendo de 10 a 200 microgramos de -- Bi^{III}), y luego se añaden 2 ml de H_2SO_4 8N, y se extrae -- el complejo con tiocaprolactama al 1% en solución con 10 -- ml de $CHCl_3$, y se mide la extinción del extracto a 440 nm.

El cobre bivalente, Sb^{III} y grandes cantidades de tartrato y citrato interfieren en el análisis.

El método puede ser empleado para determinar bismuto en aleaciones ó en material biológico sin ninguna interferencia de algunos otros metales.

2562.- Uso de espectrofotometría de absorción atómica para la estimación de impurezas en aleaciones metálicas. V.K. Pandan y A.K. Ganguly. *Atom. Absortion Newsl.*, 7 (3), 50-52 (1968).

Se disuelven aproximadamente 5 g de muestra en una cantidad mínima de ácido y se lleva hasta 50 ml para cantidades conocidas en el análisis de Bi ó telurio. Se añaden 2 ml de soluciones alícuotas a los elementos por determinar, las mezclas se diluyen con 4 ml y las absorciones son medidas a determinadas longitudes de onda. Para la determinación de Mn, Ni y Cr en acero inoxidable, se toman 25 ml de la muestra y luego se diluyen al doble, y entonces se sigue el procedimiento anterior.

La gráfica de absorción vs. la cantidad de metal añadido se prepara para cada metal; la extrapolación a cero dá la absorción de la cantidad de metal presente en la muestra. Este método es adecuado para la determinación de pequeñas ppm de Co, Cu, Sb, Ni, Fe, Zn, y Mn en bismuto y de Cu, Bi, Sb y Fe en telurio.

1491.- Determinación de indicios de impurezas en sales de metales alcalinos mejorando la sensibilidad de la espectrografía. I.G. Yudelevich, G.V. Lazebnaya, L. Yu L. Lyandusova, Izv. Sib. otdel. Akad. Nauk SSSR, (11), 1968, Ser Khim Nauk, (6), 76-82, Referar. Zh. Khim., 19 GD, (12),- abstr. No. 12G 164, 1969.

Las impurezas en compuestos de metales alcalinos son determinadas con poca sensibilidad, principalmente están determinadas por el valor bajo de evaporación de los elementos, con el objeto de mejorar la sensibilidad; las pruebas son hechas con sales de Li, Rb y Cs que contienen de 3 a 5% de algunas impurezas (óxidos).

Las muestras se colocan en un electrodo de carbón y evaporadas en un arco de 15 amp. A.C., el residuo fué extraído del río y analizado con un refractómetro de rayos X-después de haber sido excitado por 30, 45, 60, 90, 120 ó 150 seg. Después de la excitación de 45 a 60 seg., se establece la formación de compuestos refractarios de baja volatibilidad, e.g., como son silicatos, aluminatos y niobdatos. Para mejorar la sensibilidad, los valores de evaporación de las impurezas son aumentadas con introducción de F e.g., PTFE. después se colocan 60 mg de PTFE en la cavidad del botón y luego 60 mg de muestra; el tiempo de excitación es de 30 a 60 seg. Los valores de evaporación de los elementos aumentan igual a la intensidad de tiempo fundamental al frente como residuos.-

Pero usando esta técnica la sensibilidad de determinación - de impurezas en sales de Rb o Cs se mejora de 0.3 a 1 en orden de magnitud. En compuestos de Li, la sensibilidad es considerada muy pobremente.

La mínima concentración determinable en ppm son de 0.5 para Ti, Bi, ó Fe y de 1 ppm para Ni, Co, Sn ó Pb y de 0.1 ppm - para Cr, Mn, Al, Cu, ó Si.

184.- Análisis espectrográfico de manganeso altamente puro por - evaporación (de impurezas) de aire (y condensación). V.N. - Muzgin y L.A. Gladysheva, *Zav. Lab.* 34 (9), 1076-1077, - - - (1968)

La muestra se disuelve en HNO_3 , la solución es evaporada y el residuo es incinerado a 250°C . Las impurezas (Bi, Cd, - Pb, Cu y Sn) del dióxido de manganeso resultante son de 40- mg, el cual no debe ser mezclado con polvo de carbón, se -- volatiliza a 1400°C condensados sobre un electrodo de car-- bón y luego excitados en un arco de a.c. de 6 amp. (cf. - -- Musgin et al., *analyt. Abstr.* 12, 5120, 1965). La sensibili-- dad puede ser mejorada por la adición de Na (como NaNO_3) al 1% antes de la volatilización de las impurezas.

1751.- Técnica de arco d.c. para la determinación de impurezas en cobre y en aleaciones de cobre-zinc. B.N. Ray y R.K. Dulta- indican *J. Technol.*, 7 (3), 91-92 (1969).

Se disuelven aproximadamente 0.5 g de muestra en HNO_3 y la solución se evapora a un almíbar, luego se transfiere en un crisol de porcelana y se evapora hasta sequedad; el residuo fué incinerado de 400° a 425° de 20 a 25 min. hasta elimi-- nar óxidos de nitrógeno, conteniendo estándares de 0.001 a-

0.3% de Pb, 0.001 a 0.006% de Bi, 0.005 a 0.30% de Sb y --
0.005 a 0.4% de As contenidos en una mezcla de 70% de Cu y--
30% de Zn, estos fueron tratados para la solución muestra.--
Los óxidos obtenidos fueron mezclados con una cantidad igu--
al de grafito grado espectroscopico y transferido a un elec--
trodo de grafito con cavidad (el ánodo) para excitación del--
arco Vs. un cátodo de grafito a 220 V; la corriente fué de--
5 amp. para Bi, Pb, y Sb y de 8 amp. para As.

Es usado un espectrógrafo de cuarzo, y el espectro fué regis--
trado polarográficamente. La emulsión fué calibrada para --
el espectro de Fe, y el Cu fué usado como estandar interno.--
Se obtienen buenos resultados de estos análisis químicos. --
El método puede ser adoptado para determinar otras impure---
zas, e.g., Sn, Fe, Mn y y Ni.

63.- Determinación potenciométrica de bismuto (en minerales de cobre y concentrados) con arsenazo III. V.F. - - - Barkovskii y Z.N. Povet'eva, Zav. Lab. 35 (5), 555- - - 556 (1969).

El bismuto forma complejos con arsenazo III en H_2SO_4 - (ó $HClO_4$) (pH 0.1 a 3) y en HCl (pH 2 a 3.5) a 1.2 como máximo, la absorción de 610 mμ (coeficiente de - - - extinción molar 27,000) y 655 nm. La ley de Beer's es desviada de 10 a 25 microgramos de Bi en 50 ml. Los - - - alcalis y óxidos alcalinos metálicos no interfieren - - - hasta 1 mg de Al, Co, Ni, Cu, Pb, Fe^{II} ó As^{III} , el - - - Fe^{III} y pueden ser mascarados con ácido ascórbico, y - el Sn^{II} con NaF, para As^V , V^V , W^{VI} , Mo^{VI} , Cr^{III} , Cl^{-I} , ClO_4^- , oxalato, EDTA, ácido cítrico y ácido tartárico-interfieren en grandes cantidades.

Procedimiento: La muestra (0.5 a 2 g) se disuelve en - 20 ml de HNO_3 (1:1), la solución se evapora con 10 ml- de H_2SO_4 (1:1) hasta parar el humo, luego se añaden de 10 a 15 ml de H_2O y la evaporación se repite. El resi- duo se calienta con 10 ó 15 ml de H_2O y 2 ml de H_2SO_4 - concentrado, la solución se filtra y el filtrado se - - - disuelve a 100 ml. Se toma una parte alícuota conteni- endo de 10 a 125 microgramos de Bi, ésta se trata con- 5 ml de ácido ascórbico al 4%, 3 ml de arsenazo III al 0.1% y 1 ml de NaF acuoso al 1% y se ajusta a pH 1 con solución NaOH.

La solución se disuelve a 50 ml y se mide la extinción a 610 nm.

1714.- Análisis complejométrico de mezclas de drogas. II unguentos conteniendo bismuto, zic, aluminio, plomo y compuestos de mercurio. G. Borman, Pharmazic, 24, (5) 251-259, (1969).

La determinación de compuestos de Bi, Zn, Al, Pb, y Hg, se hace solo por titulación con EDTA. El uso de agentes enmascarantes y control del pH para la determinación individual de metales en mezclas se describe; también como aplicación de estas técnicas en los análisis de unguentos farmacéuticos. Se describen algunos métodos para la eliminación o destrucción del unguento base, titulándolo antes con EDTA. Detalles más amplios para determinaciones experimentales están dadas en (36 referencias) for part. 1 see analyt. Abstr. 14 6394, 1967.-

3848.- Determinación fotométrica de aluminio como un aditivo en bismuto. A. V. Vinogradov, y M. P. Filippolva, Zav. Lab., 35 (10) 1165-1166 (1969).

La muestra (0.2 a 0.5 g) se disuelve en 1 ó 2 ml de HNO_3 (1:2) como cantidad mínima, luego la solución se diluye de 75 ó 100 ml, se le agregan unos 2 ó 3 ml de solución de formaldehído al 40% y solución de KOH con la cual aparece un precipitado del metal Bi; y finalmente se pone a ebullición por 1 ó 2 min. La mezcla se filtra, el precipitado se lava con H_2O caliente, y el líquido filtrado se diluye a 200 ó 250 ml. Se toma una --

parte alícuota de (20 ml) y se neutraliza con unas gotas -- de fenoftaleína y ácido acético y se calienta en baño maría por 10 min con 10 ml de solución buffer (pH 3), luego se -- ponen 30 ml de H₂O y 1 ml de solución de azul de metiltimol al 0.1%. La solución se tibia, y a esta se le agrega 1 ml de EDTA al 10% (a enmascarar Zn, Cd, Pb y Bi, residual) y -- luego se diluye a 100 ml. La extinción se mide a 590 nm -- junto con un blanco. La cantidad de solución de KOH añadi- da con el formaldehído requiere de un cuidadoso control.

1971

3038.- Investigación analítica de materiales magnéticos. IV. - Análisis de cintas magnéticas delgadas. Frunke, A. y - Laukner, H.J. Z. Analyt Chem. 250 (4) 253-256 (1970). Después de disolver la cinta en HCl, HCl HNO₃ sobre - - H₂SO₄ diluido, el Fe, Ni, Co, y Cu, estos se determinan fotométricamente por métodos convencionales. La determinación polarográfica de Mn y Bi en cintas dobles binarias se llevan a cabo fuera, en medio trietanolamina -- alcalina en el cual el potencial de reducción para Mn - es -0.4 V y para el Bi -0.75 V. Los errores de los rangos para la determinación son de 5 a 10%.

3713.- Determinaciones rápidas por absorción atómica de indicios y elementos menores en soldaduras de Sn-Pb. Hwang, J.Y. y Sandonato L.M. Analyt. Chem. 42 (7) 744-747 - - (1970).

Con la ayuda de vibración ultrasónica (pero no en caliente), 1 g de la muestra se disuelve en 50 ml de HBF₄ - al 70% HNO₃ - H₂O (2:3:5) concentrado. La solución -- clara se lleva hasta 100 ml más del solvente, la solución muestra se usa para la determinación de Al, Ag, Au, As, Bi, Cd, Cu, Fe, Ni, Sb, y Zn sin más disolución o -- concentración. Se usa una flama de aire acetileno para todos los elementos excepto para Al, y As, para los -- cuales se usa una flama de N₂O - acetileno: por causa ó motivo de cambios físicos en estas partículas coloidales, ésto es recomendable para el Au que se deter----

mina primero. La sensibilidad es generalmente igual, de lo contrario se mejora a estos por emisión óptica espectrográfica excepto para Al y As. La exactitud (según representada por coeficientes de vibración menor de 4.6% para determinaciones de cada elemento) es similar por métodos químicos húmedos.

2452.- Determinación de impurezas en Fe-W. V.I. Kurbatova L. Va.- Kalashnikova, G.N. Emasheva, et al. Trudy uses. Nauchno-issled. Inst Standartn. Obraztsov. Spektr Etalonov, 5 - 111-118, (1969).

Referat. Zh., Khim., 196D, (11), 1970, Abstr. No. 11G 161.

Los indicios de Sn y Sb en la solución muestra, son determinados por precipitación con Tionaluro y subsecuentemente determinados fotométricamente, el Sn con nitrofenilfluorona, y Sb con cristales violeta. Los indicios de Bi se determinan por precipitación con tioacetamida y posteriormente por determinación fotométrica con un complejo Iodado

1493.- Bis-ditio carbamato de potasio (carboximetil), sal de tripotasio iminodiacético como reactivo analítico (ac. ditio carboxi), (fotométrico, volumétrico y enmascaramiento). -- F.M. Tulyupa, V. A. Pavlichenko y Yu. I. Usatenko, Ukr. -- Khim. Zh. 36 (2) 204-213, (1970).

El primer reactivo en solución acuosa manifiesta una absorción máxima a 258 y 285 nm, con coeficiente de extinción molecular de 12600 y 13000 respectivamente.

Este mismo tiende a descomponerse a un pH menor de 5; a valores de pH más alto, éste forma complejos con Ag, Hg, Cu, Pb, Cd, Ni, Bi y Sb^{III}.

PROCEDIMIENTOS:

- a).- La determinación fotométrica de Cu en aleaciones de aluminio; la muestra (0.1 a 0.2 g) se disuelve en 10 ml de HCl (1:1) además 1 a 2 ml de HNO_3 y se calienta hasta cerca de ebullición. La solución se filtra y luego se diluye a 250 ml. Se toma una parte alícuota (2 a 10 ml) y se trata con 10 ml de solución buffer de acetato de pH 5 y 0.2 ml de solución estandar de NaF (para enmascarar el Fe), 1 ml de Iodo 0.01 M y H_2O hasta llevar a 50 ml y se mide la extinción a 453 nm.
- b).- Determinación fotométrica de Cu en cobre forrado con metal blanco. La muestra (0.1 a 0.2 g) se disuelve en 10 ml de HNO_3 (1:1), la solución se evapora de 3 a 5 ml, se añaden de 40 a 50 ml de agua y después de un tiempo la solución se filtra y se extrae el residuo con HNO_3 acuoso y se diluye a 250 ml, y se prosigue como en el inciso anterior.
- c).- Determinación volumétrica de Bi y Pb en aleaciones Rose's. La muestra (0.1 a 0.2 g) se disuelve en 10 ml de HNO_3 concentrado, la solución se evapora hasta 2 ml, se añaden 50 ml de H_2O , la solución se evapora nuevamente hasta aislar óxidos de nitrógeno, se filtra y el filtrado se diluye a 250 ml. Una parte alícuota de Bi (10 a 20 ml) se trata con I-MM en la presencia de xilena naranja y se titula hasta el cambio de color rojo a amarillo. La solución titulada se trata con 15 ml de solución buffer de pH 6 a 6.5, inmediatamente después -

se titula hasta un color rojo del complejo Pb-xilenol-naranja y luego se continúa la titulación hasta que --aparezca un color amarillo, se evapora completamente -- hasta dar el Pb contenido en la muestra.

d).- Determinación de Bi, Pb y Cd en aleaciones Wood's. Una muestra de Bi y de Pb con adición de Cd. Una segunda-muestra similar se disuelve en 10 ml de HCl (1:1) además 2 ml de HNO₃ (1:1) y luego se precipita PbSO₄ con la adición de 10 ml de H₂SO₄ (1:1) y 180 ml de H₂O. -- Un rato después el precipitado se filtra y se lava con H₂SO₄ (1:10) y el filtrado se diluye a 250 ml. Luego se neutraliza una parte alícuota con NH₃ acuoso, a 10-ml de la solución se le añade solución buffer de pH 9- a 10, y el Cd se titula con I-mM en la presencia de -- Eriocromo azul obscuro.

e).- Determinación de Bi en aleaciones de níquel. La muestra (0.5 g) se disuelve en 10 ml de HNO₃ (1:1), la -- solución se diluye a 250 ml y una parte alícuota (25ml) se trata con 1 ml de cualquiera de las dos soluciones-estándars de ácido ascórbico ó 1 ml de solución de NaF y se titula con I-mM en la presencia de xilenol naranja.

f).- Determinación complejométrica de Zn en la presencia de diez veces Pb y Cd. La solución muestra (20 a 30 ml)-conteniendo 0.3 a 1 mg de Zn es tratada con 10 ml de -- I 0.02 M como agente enmascarante, y titulado con -- EDTA-mM en la presencia de xilenol naranja.

1971

2601.- Determinación de Bi, Pb y antimonio en una aleación de - platino-rodio. Vladimir Widtmann. Hutn. Listy, 25, (10), 733-735 (1970).

Una solución de HNO_3 de la aleación se utiliza sobre una columna de catex S. El Pt y Rh es levigado con HCl 1.5 M para determinaciones fotométricas, el Bi se extrae en - forma de fosfato de terbutilo y se determina con tiurea ó también puede ser extraído con CHCl_3 en la presencia - de dietilditio carbamato de sodio (I)- CuSO_4 ; el Pb se ex - trae con CHCl_3 en la presencia de (I), la muestra se se - para y se disuelve en agua regia, y la solución se ajusta con HCl 7.7 M y el Sb^{V} se extrae con éter isopropílico y se determina fotométricamente con rodamina B como reacti - vo. El Bi, Pb ó Sb pueden ser determinados abajo de - - 0.001%.

3293.- Activación instrumental determinando la composición en - aleaciones de indio multiconstituyente. Lambrev, V.G., - Nekrasov, V.V., Akalaev, G.G., J. Rodio Analyt Chem. 6, (2) 431-436, (1970).

En esta referencia se describe un procedimiento para el análisis de microbarras de metal (3 a 200 microgramos) - de una aleación esencialmente de indio que contiene - - aproximadamente 1% de cada uno de estos elementos Sb, Au, Ga, Ni, Sn y Bi. La muestra y el estandar son irradiados

durante 20 horas con un flujo de neutrones térmicos de - aproximadamente 1.2×10 neutrones por Sq cm seg. El aná lisis fué llevado a cabo usando detectores de centelleo, y detectores de centelleo doble cristal y detectados por semiconductores de $\text{Ge}(11)_4$. Esta técnica evita la necesi dad de separaciones radioquímicas. Para las determinacio nes de sensibilidad se usan detectores de centelleo para 0.1 mg de In, Au, Sb, y Ga y 1 microgramo para In y Sn. El detector semiconductor dió sensibilidades de 0.1 mg - para In y Au y 1 mg para Ga y Sb.

1972

- 26.- Curvas de titulaciones complejométricas con el sistema redox, de fierro (III) a fierro (II). Hulanicki, A. y Karwowska, R. *Talanta*, 18 (3) 239-245 (1971).

Las titulaciones potenciométricas de algunos iones metálicos fueron hechas con EDTA en la presencia de el - Fe (II) - Fe (III) con un electrodo de grafito o platino. La técnica puede ser usada para la determinación de Bi en In, el que con EDTA, forma complejos más fuertes que el Fe, también puede ser titulado como tal para que el potencial sea medido inmediatamente, después de la adición titulante.

- 3969.- Análisis de semiconductores termoeléctricos basados sobre bismuto, antimonio, telurio y selenio por fluorescencia rayos X. Kim, Kyong-Hun; y Katayama, S. *Japan Analyst*. 20 (1) 29-36 (1971). En la muestra son determinados por radiación el Bi, Sb, Te, y Se, hasta en un 63.5% de Bi, 50.3% de Sb, 61.5% de Te, y 49.7% de Se - respectivamente. Se preparan estándares adicionando algunas cantidades de Sb y Se a Bi_2Te_3 , y se comprime la mezcla a 400 Kg en un disco de 20 mm en diámetro y 2 mm de espesor. La muestra también se comprime similarmente (200 mallas). El aparato usado incorporado es un tubo de tungsteno blanco para rayos X, con un cristal de LiF y un contra centelleo.

2088.- Cromatografía de capa fina, para cationes sobre sílica -- gel con acetato de amonio. Wojnowska, María; y Wojnowski, W. *Chemia Analyt.*, 16 (3) 677-680 (1971).

La separación de cationes se rige principalmente por los valores de R_F generalmente acumulados por la concentración de acetato de amonio. La separación rápida (10 a 15-min) de los cationes de Ni, Co, Cu, y Zn y para Hg, Cd, - Pb y Bi se obtienen con solución al 15% de acetato de amonio ajustado a un pH 8.4 y 8.7 respectivamente. Los solventes usados no son sensitivos a cualquier presencia de Fe en la sílica gel.

3160.- Determinación de bismuto en fierro baceado y acero por -- absorción atómica. Kistaludi, G; y Lenhof, M. *Analytica -- Chem. acta*, 55 (2) 442-444 (1971).

El tratamiento de la muestra, que contiene de 3 a 50 ppm de Bi, se mezclan en solución ácida, ésta se filtra, luego se reduce a Fe^{III} , se adiciona el agente enmascarante y se extrae el Bi en CCl_4 con ditizona, esto se describe provisionalmente en (*analyt. Abstr.*, 22 148, 1972). Las absorciones medidas estan hechas a 222.8 y 223.1 nm.

1972

- 3116.- Determinación de bismuto con sal de Reineque y tiurea. - Guseinov, I.K., Bagbanly, I.L., y Abdullaeva, A.B. Azerb. Khim. Zh. (2) 151-155 (1971).

El complejo de tiurea con Bi forma un compuesto naranja con sal de reineque que es escasamente soluble en agua y es adecuado para la determinación gravimétrica del Bi. - El compuesto tiene la fórmula $\left[\text{Bi}(\text{SCN}_2\text{H}_4)_4 \right] - \left[\text{Cr}(\text{SCN})_4 (\text{NH}_3)_3 \right]_3$. Se tiene hecho un estudio de varios factores que afectan la exactitud de la precipitación. Esto se funda, dependiendo de la concentración de tiurea, el Bi forma complejos con Bi-a-tiurea a razón de 2 ó 4. También se describen algunos métodos de gravimetría y determinaciones volumétricas para Bi; en el método volumétrico el Bi contenido en el precipitado se titula con solución de KIO_3 .

- 4687.- Aplicación de análisis polarográfico en plomo extraído, usado en pinturas de cerámica. Lukaszewski, Z., y Szymanowska, H. 17 (2) 387-392 (1972).

Se remoja el artículo cerámico en ácido acético al 4% (150 ml) por 24 hs., la solución resultante se mezcla con KCl 1M (20ml) y una solución de gelatina al 0.5% (2 ml), y se diluye a 200 ml con H_2O . A 10 ml de ésta solución ventilada con N, se le corre un polarograma de 0 V vs. la S.C.E. Se compara el polarograma con uno que se haya corrido para una solución estandar de Pb. El

mismo polarograma puede ser usado para identificar otros iones metálicos contaminantes e.g., Bi^{3+} , Cu^{2+} , Sb^{3+} , -- Sn^{2+} , Cd^{2+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} , Ni^{2+} y Co^{2+} ; estos valores de 1/2 E son tabulados en otras escalas.

3000.- Determinación de cobre, paladio, antimonio y bismuto con anilina como un reactivo analítico. Rao, A.L.J., y Puri B.K.Zh. *Analyt. Khim.* 26 (5) 996-997. (1971).

Un método volumétrico indirecto se describe para los metales determinados en la presencia de anilina y un exceso de SCN^- (para Cu) ó I^- (Po, Sb y Bi). El exceso de SCN^- ó I^- se determina mercurimétricamente con difenilcarbazona con indicador interno.

En el procedimiento se determina Sb y Bi en la presencia de cada uno de estos metales.

4729.- Determinación de bismuto en administración de fluidos -- después de una dosis controlada en los tejidos del cuerpo. Hall, E.J., y Farber, T.J. *Ass off Analyt. Chem.* 55 (3), 639-642. (1972).

La muestra del tejido (aprox. 15 a 100 microgramos de Bi) se regula a pH 3 y el Bi se extrae con isobutil-netil -- cetona como complejo con radical amonio pirrolidina-1- -- carboxilato, el extracto es dispersado en la flama de un espectrofotómetro de absorción atómica, y la medida se hace a 223.7 nm. A niveles más altos el Bi se origina en riñones, aproximadamente 10 y 60 ppm de la administración de los compuestos de Bi resultando insolubles y solubles en H_2O respectivamente.

3266.- Determinación fotométrica de bismuto en aleaciones magnéticas basadas en hierro, cobalto, níquel, aluminio, cobre y titanio. Zel'lsler, E. Yu; y Kuznetsova, N.N. Referat. Zh., Khim, (2) 19 GD. (1972).

Se disuelven 0.1 g de la aleación en 15 ml de HCl-HNO₃ diluidos (1:1), luego se añaden 10 ml de H₂SO₄ (1:1) y se evapora hasta eliminar vapores de SO₃. Se añaden 100 ml de agua, a la solución caliente se le adicionan 20 ml de Na₂S₂O₃ acuoso al 30% y se calienta la mezcla durante 15 min. (a coagular el Cu₂S y Bi₂S₃). Después se filtra el precipitado, y se lava éste con H₂SO₄ caliente (1:200) y la ceniza precipitada se lleva a ignición de 800° a -- 900° C. Se disuelven las cenizas en 20 ml de HNO₃ (1:9); se filtra después y el azufre se lava con HNO₃ (1:9) caliente. A el filtrado se le adicionan 1 ml de solución de FeCl₃ al 0.5% y amoniaco acuoso al 25% hasta que la precipitación de Fe(OH)₃ y Bi(OH)₃ sea completa, se filtra después el precipitado, se lava 10 veces con agua caliente, se disuelve en 50 ml de HNO₃ (1:9) caliente.

A la solución filtrada se le añaden 2 g de sulfato de hidrazina, se calienta durante 15 min. y tibio (a reducir el Fe) se añaden 20 ml de solución de tiurea al 10% diluída, a 100 microgramos y después de 10 min. se mide la extinción a 440 nm.

4207.- Determinación de bismuto en tierras, sedimentos y rocas. Stanton, R.E. Proc. Australas. Inst. Min. Metall., (240) 113-114 (1971).

El Bi de la muestra se determina como dietilditiocarbamato de bismuto (extraído con CHCl_3) por comparación colorimétrica similar con un estándar. Alternativamente el complejo de Bi es después filtrado y examinado por espectrometría de rayos X. Hay algunas interferencias de otros elementos. El análisis espectrométrico es más exacto que el método colorimétrico.

1973

144.- Determinación de indicios de impurezas (zinc, plomo y bismuto) en aleaciones refractarias y aleaciones ferrosas. - Kurbalova, V.I., Steplin, V.V., Ponosov, V.I., Zobnina, N. A., Novikova, E.V., Emasheva, G.N., y Kalashnikova, L. Ya. trudy uses. Nauchnoisseled. Inst. Standart. Obrastsov. - Spktr. Etalonov, 7 98-102. (1971).

Para ferrocromo, se disuelven de 2 a 3 g de muestra en 50 a 60 ml de HCl (1:1), más aproximadamente 2 ml de HNO₃ para ferromolibdeno, se disuelve 1 g de muestra en 30 ml de HNO₃ (1:1), la solución se evapora hasta una pasta, luego se añaden de 5 a 10 ml de HCl y la mezcla se evapora nuevamente hasta que forme una pasta.

El residuo se disuelve en aproximadamente 30 ml de Zn-HCl y la solución se pasa por una columna de An-31 anión (de-Cl⁻); la columna se lava con aproximadamente 80 ml de -- HCl 2N (hasta quitar Fe, Cr, Ni, Al, y Cu); el Zn es luego levigado con 200 ml de HCl 0.65 N, el Pb con 200 ml de HCl 0.02 N, y Bi con 300 ml de HNO₃ 1 N. Cada levigada se evapora a un pequeño volumen, y las determinaciones se -- completan por extracción fotométrica con ditizona. Los -- coeficientes de variación son desde 2 a 200 ppm y varía -- de 5 a 20%.

109.- Separación de cantidades de bismuto, fierro, antimonio y cobre en exceso. Sulcek, Z., y Sixta, V. Colln Czech. -- Chem. Cominun., 37 (6) 1993-1998. (1972).

En la separación de Bi en Pb se extrae por estudio de la-
porción de Bi, Fe, Sb y Cu sobre una columna de poli (clo-
rotrifluoroetileno), con fosfato de terbutilo como fase -
estacionaria, conteniendo en solución HClO_4 (hasta 0.5 M)
tiurea (hasta 1%) y ácido tartárico (hasta 1%).

La separación es satisfactoria para Fe^{III} ya que es redu-
cido por calentamiento con ácido ascórbico, y Sb^{V} y Cu^{II} -
son reducidos con tiurea a Sb^{III} y Cu^{I} , los cuales luego
forman complejos. Estos complejos son lavados en la co-
lumna con una solución de composición similar a la de la-
solución prueba (pero sin iones metálicos). El Bi es lue-
go levigado con HClO_4 0.5 M y determinado por espectrofo-
tometría de absorción atómica.

2089.- Separación de paladio, bismuto y níquel por el sistema --
terbutil fosfato- tiurea- ácido perclórico por cromatogra-
fía fase invertida. Braun, T., y Fraray, A.B. Analytica-
Chem. Acta 61 (2) 265-276. (1972).

Las columnas son llenadas con hule espuma cargado con fog-
fato de terbutilo (cf. analyt. Abstr., 24 532 1973). Las
soluciones de los tres metales son mezclados con un volu-
men igual de una solución de tiurea HClO_4 y NaClO_4 y se -
ponen en la columna. El níquel es levigado con la misma-
solución de tiurea, el HClO_4 y NaClO_4 diluido con un volu-
men igual H_2O ; el Pd y Bi son retenidos como complejos de
tiurea. El bismuto es luego levigado con HClO_4 0.5 M a -
la vez que el Pd se retiene y subsecuentemente levigado -
con H_2O . Los resultados son presentados para análisis de

varias mezclas de los metales. La columna cromatográfica del complejo Pd-tiurea es examinada y se miden sus capacidades por interrupción.

2777.- Detección selectiva de iones Bi (III) y Fe (II) con cierto reactivo nuevo. Johar, G.S. Talanta 19 (10) 1231-1234. (1972).

En la presencia de I^- , Bi^{3+} da un precipitado rojo oscuro ó anaranjado con 5-amino-1,2,4 - ditiazol-3 - tiona (I) en H_2SO_4 concentrado y con monosulfito de tetraetil-tiuran (II) en acetona. En la presencia de NH_3 acuoso, con eosina y mercurocromo da un precipitado rosa oscuro para Bi^{3+} , y un precipitado verde fluorescente para Fe^{2+} . Las pruebas para Bi^{3+} con I y II también pueden ser usados hasta detectar I^- . Los límites de detección e interferencia en estas pruebas se discuten en este artículo.

714.- Determinación polarográfica de Bi, Cu, Pb, Cd, y Zn como impurezas en preparaciones de tierras raras. Il'kova, S.B., Zazimko, E.A. Zh. analyt. Khim., 26 (8) 1660-1661. (1971).

Los procedimientos que se describen para la determinación de Bi, Cu, Pd, y Cd en óxidos de metal de tierras raras con una sensibilidad de 0.2 ppm y para el Zn con una sensibilidad de 20 ppm (100 ppm para óxidos de europio), se hacen por polarografía a.c. La reducción polarográfica de Bi, Cu, Pb y Cd, es reversible en la presencia de tierras raras dispuesto para 20 a 40 g por litro.

108.- Determinación por extracción fotométrica de Bi en la presencia de Fe y Cu por el método de cloruro. Ivanov, N.A. C.r. Acad, bulg. Sci. 25 (6) 779-782. (1972).

El bismuto es extraído con HCl de 0.2 a 0.5 M (conteniendo hasta Cu 0.2 M ó Fe en bis-2-etilhexil amina 0.1 M en CCl_4), y se determina este cloro-complejo medido a una --extinción de 328 nm, al separar el Bi con una doble extracción a un límite mayor de 99% de Fe y Cu. El método es también aplicable a concentrados de cobre; la máxima tolerancia o relación de Cu, Fe a Bi es pues de 1:1000.

1973

3698.- Análisis espectrográfico evitando la posibilidad de mineralización durante la extracción. II.- Análisis de sodio-metálico (para impurezas). Kuz'min, N.M., Dubrovina, T.P. y Shemshuk, O. M. Zh. Analyt. Khim. 28, (2) 364-367 - -- (1973).

Los indicios equivalentes de Fe, Mn, Al, Ni, V, Be, Cu, - Co, Bi, Pb y Zn son extraídos de una muestra de sodio (4g) disueltos en etanol- H₂O (4:1), se muestra que el efecto de los extractantes (8-hidroxiquinolina 0.5 M y 4 bensoil 3-metil-1-fenilpirazolin -5-ona (I)-CCl₄ 5 mM) en el análisis espectrográfico la concentración subsecuente del extracto es despreciable. Por eso la mineralización del extracto es innecesaria.

Los estándares inorgánicos se pueden usar en la determinación de Fe, Mn, Al, Ni, Be, Cu, y Co, excepto para Bi, Pb y Zn, los mejores estándares son los complejos de estos - elementos con (1); tales complejos que son también estándares convenientes para el uso en la determinación de - - otros elementos. Los rangos de sensibilidad para Fe, Al, y V es 0.1 ppm y de 0.005 ppm para Mn.

(para parte I ver analyt. abstr., 25, 673, 1973).

872.- Determinación espectrofotométrica de paladio (II) ó bismu to (III) con 2-mercaptopiridina. Izquierdo, A., y Bosch, E. Infusión Quím. analyt. pura apl. Ind. 26 (6), 271-276,- (1972).

La solución prueba (un vol. cualquiera da 0.5 a 35 microgramos de Pd ó 1.7 a 45 microgramos de Bi por ml y diluído a 25 ml) se ajusta a pH de 1.5 a 3 (para Pd) ó 1.2 a 1.7 (para Bi) con HCl. Después se le añade el reactivo etanólico (2ml de solución al 2% ó 3 ml de la solución al 1% respectivamente) y se lleva hasta 25 ml con H₂O y se mide la extinción a 420 ó 430 nm. La interferencia se presenta para Pt^{IV}, Cu^{II} y Ir^{IV}.

70.- Determinación de indicios de antimonio y bismuto en cadmio de alta pureza ó zinc por voltimetría de desnudamiento anódico. Tiptsova Yakovleva, V.G., y Figel' son Yu. A. Zh. analyt. Khim. 27 (1) 89-93. (1972).

El antimonio y Bi son concentrados por amalgamiento sobre una gota de mercurio estacionario y luego se determina polarográficamente; también se describe un paso preliminar para la concentración, (coprecipitación como hidróxidos en la presencia de NH₃ acuoso ó de MnO₂).

PROCEDIMIENTOS: Se disuelve la muestra (0.1 g de metal) en 10 ml de HNO₃ (1:1), se evapora a sequedad y se extrae con HNO₃ y se calienta a 160° a 180°. Al residuo seco se le añaden 3 ml de H₂O, y se calienta la solución por 3 min., tan pronto esté tibio, se diluye a 25 ml, ventilando 15 ml de esta solución con una corriente de N y se electroliza éste en un electrodo de goteado de mercurio estacionario de 0.28 a 0.29 V por 5 ó 10 min.

En el análisis de la solución de Bi y Sb abarca proporciones mayores de 1:60, el Sb se determina por amalgamación-

y desnudamiento anódico en un goteo suspendido de mercurio sobre un contacto de plata; el Bi se determina similarmente con uso de un goteo de mercurio suspendido sobre un contacto de platino.

781.- Análisis espectroquímico de indicios en plomo, por medio de corriente directa interrumpida. Janda, Ingoborg; y Shroll, E. *Mikrochim. Acta.* (6) 902-907 (1972).

La duración de las pulzaciones 0.01 segundos son aplicadas entre electrodos de plomo de alta pureza y un ánodo-especialmente formado de grafito. Para los elementos -- examinados, la reproducibilidad es superior a $\pm 10\%$ y -- los límites de detección, son de 0.4 para (Ag), 8 (As), 0.5 (Bi), 0.8 (Cu), 8.5 (Sb), 1.2 (Sn) y 2 (Zn) ppm.

3048.- Determinación de bismuto por diferencia espectrofotométrica (en e.g.), conteniendo producto intermedio de hierro y otros metales en la manufactura de cloruros y óxidos de bismuto. Chazova, L.A., y Asadcheva, G.V., *Zav.-Lab.* 39 (4), 409 (1973).

La diferencia por espectrofotometría a 434 nm es aplicable para la determinación de 1 a 9 mg de Bi por 100 ml de solución, con 15 ml de solución de tiurea al 12% como reactivo. El método puede ser usado para determinar el Bi en varios productos de metalurgia que contenga gran cantidad de Fe (enmascarado por adición de ácido ascórbico) y arriba del 1% en Pd ó Cu.

704.- Determinación de plata y Bi en aleaciones binarias por coulometría-estequiométrica. Khamrakulov, T.K. Agasyan, P.K., y Chervyakova, V.V. Zh. Analyt. Khim., 27 (3) 492-496 (1972).

Esta técnica se recomienda para el análisis en aleaciones de Ag-Bi y se usan electrodos de grafito y platino; en el análisis por desnudamiento electrolítico se hace con soluciones de HNO_3 0.1 N, KNO_3 0.1 N, H_2SO_4 0.1 N, K_2SO_4 0.1 N, en un tiempo de 5 a 10 min., y la sensibilidad es aproximadamente de 10 micromoles para Bi. La plata y el Bi pueden ser determinados separadamente, excepto en la presencia de Cu combinado, ejem. Cu con Bi.

81.- Análisis espectrométrico fluorescencia de rayos X en aleaciones de aluminio comercial. Dick, J.G., y Fraser, A.R. Can. J. Spectrosc. 17 (5) 135-140 (1972).

La preparación de la muestra y las condiciones de operación están descritas en el método. La espectrometría fluorescente de rayos X, se procede con uso de un ajuste en cuadro menor y nos da resultados satisfactorios para Cu, Fe, Mn, Ni, Ti, Zn, Bi, Cr, Pb, y Sn y para Si a concentraciones menores de 2%.

1297.- Determinación de arsénico, selenio, antimonio y bismuto por espectrometría de absorción atómica por reducción usando microgramos de tetrahidrobórato de sodio.

Schmidt, Frank, J., y Royer, J.L. Analyt. Lett. 6 (1) 17-23 (1973).

Estos elementos son determinados en agua en una parte -- alícuota de 50 ml acidulada con aproximadamente 6 ml de HCl (1:1) en un frasco ajustado a un generador de gas -- con depósito desarmable, el generador es purgado con Ar, y un gránulo de NaBH_4 que se introduce durante 15 segundos después se abre la purga y el hidruro gaseoso fluye a un generador determinado para la espectrometría de absorción atómica sosteniendo una flama de hidrógeno-argón, Los límites de detección son (0.1×10^9) para As ó Sb, y (1.0×10^9) para Se y Bi. La reducción con NaBH_4 es más usada sobre todos los tipos de muestras de aguas fecales como materia prima, alcantarillado como material - por grifo resonante.

23.- Electroforésis de iones inorgánicos por capa fina. Uso de soluciones de EDTA como electrolitos. Frache, R. y Dado ne, A. *Cromatografía*, 6 (6) 266-268 (1973).

Las soluciones de cationes inorgánicos (y principalmente elementos del grupo de transición) son sometidos a electroforésis en sílica gel H (0.5 mm de espesor) en un electrolito de EDTA 0.1 M disódico a valores de pH 4.5, 7 y 10. - Conforme a la dirección de movilidad, sí es posible deducir la formación de complejos que a ocurrido a diferentes valores de pH para varios iones; ejemplo de posibles separaciones (e.g., As^{III}, Sb^{III}, Sn^{IV}, Cu^{II}, Cd, Hg^{II}, Bi^{III} y Pb^{II}; ó Al, Ga, In, y Tl^{III}).

721.- Determinación de metales por cromatografía de intercambio-aniónico flujo forzado mezclados en ácido clorhídrico y ácido perclórico.

Seymour, Mark D., y Fritz, J.S. *Analyt. Chem.* 45 (8) 1394-1399 (1973).

Con uso de un declive se mezclan HCl 10 M- HClO₄ 5 M, ésta técnica rápida y cuantitativa permite una levigación y separación de metales que son fuertemente retenidos sobre resinas de intercambio aniónico (para Cl⁻). Se usan 3 columnas (1.85, 3.80 y 9.15 cm x 6.4 mm i.d.) de resina A-26 (150 a 200 de malla) y los iones metálicos son detectados como complejos de Cl⁻ por espectrofotometría U.V. La separación efectuada fué (I) Ni, Pd^{II} y Pt^{IV}, (II) As^{III},

Sb^{III} y Bi^{III}, (III) Pb, Cu^{II}, Fe^{III}, Hg^{II} y Sn^{IV}, todos los metales están dados en cantidades muy pequeñas.

800.- Análisis de indicios de elementos y microanálisis en silicatos y rocas carbonatadas por espectrofotometría de -- absorción atómica. Heinrichs, H., y Lange, J.Z. *Analyt. Chem.* 265 (4), 256-260 (1973).

Se prepara una solución con 5 ó 15 mg de muestra para la fusión de HClO₄ y HF tratamiento de Geilmann y Toelg -- (Glaslech. Ber., 35, 281, 1962). Y el silicio se separa por volatilización y se determina espectrofotométricamente como molibdosilicato y el Al, Fe, Mn, y Ti por espectrofotometría de absorción atómica sin llama. Con el -- uso de un tubo de grafito. Para los trazos de elementos la muestra se descompone por el método de Wahler (neues-Jb. Miner. Abh., 101, 109, 1964) en un autoclave de aluminio forrado de PTFE a 200° durante 2 hr., luego se evaporan los ácidos a 150° y el residuo se disuelve en HCl-acuoso. Las condiciones se dan para la determinación -- por absorción atómica de Tl, Pb, Cd, Bi, y Hg, y después se aplica la volatilización (1000° a 1200°) por separación de Geilmann (*analyt. abstr.* 5 3963, 1958); además se aplica una separación electrolítica para Hg.

1346.- Determinación directa de bismuto y antimonio en agua de mar por voltametría de desnudamiento anódico. Gilbert, T.R., y Hume, D. N. *Analyt. Chem. acta* 65 (2) 451-459 -- (1973).

El Bi y Sb son determinados directamente en agua de mar-

por voltametría de desnudamiento anódico con electrodos de grafito enchaquetado de mercurio. La muestra es colocada en una celda de sílice, se purga y se agita con paso de N purificado. Se usa un electrodo de platino. El electrodo de referencia consiste de un alambre de plata, provisionalmente anodizado en agua de mar, en un tubo de vidrio de borosilicato que contenga una pequeña porción de la muestra que fé separada de la muestra analizada por un tapón de unfused Vycor. El último derrumbamiento sale al disminuir el efecto de la corriente (aproximadamente 0.1 microampers por seg.) sobre el desnudamiento, para ésto fué inventado un circuito compensador (descrito). El bismuto del agua de mar que se hace con HCl 1 M es depositado a -0.4 V, y dá un desnudamiento cumbre a -0.2 V, la altura del cual fué proporcional a la concentración; fuera de interferencia de Sb ó metales normalmente presentes, el antimonio es depositado a -0.5 V en agua de mar hecha con HCl 4 M y dió un desnudamiento cumbre a -0.3 V, del cual fué proporcional a la cantidad total de Sb y Bi. Con el uso de una técnica estandar, se obtienen resultados satisfactorios para la concentración en rangos de 0.02 a 0.09 microgramos por Kg para Bi y 0.1 a 0.5 microgramos por Kg para Sb.

2529.- Separación de cobre, níquel, cobalto y bismuto por cromatografía en capa fina como sus complejos de dietilditiocarbamato. Rao, A.L.J., y Singh, S., Z. Analyt. Chem. 267 (1) 46, (1973).

Los índices de retención están dados para t.l.c. cada uno de estos complejos en capas de sílica gel G. de 0.25 mm - (activado de 110° a 120°) con luz de diclorometano-petroleo (5:3) ebullición 60° a 80°) y con diclorometano-ciclohexano (5:3) como solvente. El complejo separado de color es visible en un lugar determinado, y puede ser usado para medirse espectrofotométricamente, después se extraen con CCl_4 . Los complejos de Hg, Cd, Pb, Tl y Mn son incoloros y no interfieren.

1381C.- Determinación voltamétrica de bismuto y estaño en muestras del medio ambiente por desnudamiento anódico. Segundo simposium en Australia sobre analytical Chemistry - Kensington, N.S.W. May (1973).

3250.- Determinación rápida de bismuto en plomo, en aleaciones y virutas de fierro y níquel. Atwell, M.G., y Golden, G.S. Appl. Spectrosc. 27 (6) 464-466, (1973).

Las virutas son machacadas y tamizadas en malla de 10 a 40, en porciones de (100 mg) que son mezclados con Li_2CO_3 (7.5 mg) y puesto en el hoyo de un electrodo ASTM S-3.

La prueba se hace por duplicado exitándola en un arco d.c., estos procedimientos son convencionales en el cual se usan tablas para las intensidades del Pb a 283.3 nm y Bi a 306.7 nm dando líneas de fondo medidas con un microdensitómetro.

La concentración de Pb en Bi y la aleación de níquel previamente analizada por el método de destilación portadora, se calcula sobre gráficas de calibración basados en los -

análisis de un estandar base.

Los resultados de varios análisis de aleaciones estandar-
son aceptados en convenios con valores iguales a las 2ppm,
el coeficiente de variación para Pb y Bi son 6.5% y 6.7%-
respectivamente.

1974

1322.- Determinación de bismuto en aleaciones por cromatografía de gases a temperaturas extremadamente altas. Sokolov, D. N. y Vakin, N.A. Ind. Lab. 39 (3) 378 (1973).

El método usado provisionalmente para la determinación directa de Zn y Cd (Sokolov y Soifer, *Analyt. Abstr.* 19, - 2924, 1970) se adapta para la determinación de Bi. El cromatógrafo es equipado con un diagrama detector (cf. Sokolov et al., *Ibid.*, 18, 4453, 1970) operando a una temperatura máxima de 1350°. Con una columna de acero inoxidable (30 cm x 8 mm) empaquetada con carbón activado SKT (partículas tamaño 1 a 2 mm) se usa y opera a 1250°, con He (15 ml por min) como gas portador y con medidas muy altas.

La calibración de la gráfica cubre el rango 0.2 a 10 mg de Bi. El método es probado en Bi puro y en aleaciones de Pb, Sn, Cd y Zn; los errores relativos son menores del 8% y la sensibilidad con el uso de una muestra de 15 mg de Bi es de 0.2%.

69.- Separación selectiva de uranio de otros elementos en ácido bromhídrico-acetona y HCl-acetona por cromatografía de intercambio catiónico. Strelow, F.W.E., y Weinert, C.H.S. *W. Talanta* 20 (11) 1127-1137 (1973).

Las cantidades hasta de 500 mg de U^{VI} son separadas de estos elementos Ga, Fe^{III}, Bi, Pb, Cd, Zn, Cu^{II} y Au^{III} por levigación con HBr 0.35N en 90% de acetona en una columna (21 cm x 2.5 cm) que contiene 65 ml de resina (15 g) de -

AG-50W-X4 de intercambio catiónico (200 a 400 mallas, previamente equilibrada con 50 ml de HNO_3 0.1 M en 50% de acetona). El U^{VI} y muchos iones son retenidos, y el U^{VI} es entonces levigado selectivamente con HCl 0.5 M en 83% de acetona, ó con HCl 0.35 M en 85% de acetona. El cobalto, Mn^{II} , Mg , Ca , Ti^{IV} , Al , Zr , Th y La , son retenidos - cuantitativamente por la columna, los cuales pueden ser levigados con HNO_3 5 M. La separación de U^{VI} de Li es insatisfactoria con HCl 0.5 M en 83% de acetona pero es excelente con HCl 0.35 en 85% acetona para U .

El coeficiente de distribución y las curvas de levigación están reportadas, y las separaciones se demuestran para mezclas preparadas que contienen 250 ó 500 mg de U^{VI} y 0.2 a 400 mg de los otros elementos.

2425.- Determinación espectrométrica por absorción atómica de Ag , Bi y Cd en sulfuros por atomización directa en estado sólido. Langmyhr F.J., Solberg, R., y Wold, L.T. *Analyt. Chem. Acta* 69 (2) 267-273 (1974).

El fruto presentado es para análisis (para Ag , Bi , y Cd) - de las referencias de sulfuros minerales y una serie de minerales de importancia aparente por inserción directa de 1 a 10 mg de las muestras de minerales finos sobre un horno de grafito, seguido por atomización de flama menor. El método es usado en este caso para uno de los minerales de referencia sobre un rango estandar preparado del sólido. Estos resultados son convencionalmente comparados con la so-

lución de minerales por atomización de flama grafito-Furano. La muestra de líquido es también atomizada en la flama usando una técnica de vapor. Para Ag y Bi la precisión obtenida para los sólidos fue hecha usando menos atomización según las técnicas que se usaron para los otros.

1084.- Determinación de Bismuto en muestras marinas por voltametría por desnudamiento anódico. Florence, T.M.J. *electroanalyt Chem.* 49 (2) 255-264 (1974).

En voltametría el desnudamiento anódico se hace en medio debilmente ácido, colocando un electrodo con carbón vidrioso pulido y mercurio plateado, ésto se hace para la determinación de Bi en agua de mar y algunos organismos marinos. El límite de detección es de 5 microgramos de Bi por litro. En agua de mar se ha establecido que contiene de 0.02 a 0.11 microgramos de Bi por litro en muestras aisladas, y los factores de concentración biológica para organismo clasificado y estudiado es menor de 2 a 160 mg.

En esta referencia se da un procedimiento analítico detallado y estudiado comprensivamente con interferencia de substancias y posibles errores que también están reportados en este artículo.

620.- Análisis en aleaciones por absorción atómica, usando una inducción calentada en horno por fuente de grafito. Headridge, J. B. *Lab. Pract.* 23 (1), 5-7 (1974).

Se da un diagrama del horno usado. El metal muestra (5 mg)

se gotea en el horno (rellenado con Ar) por disposición de una doble válvula. La muestra se volatiliza formándose una nube de vapor donde sus componentes se determinan, la temperatura aproximada y los límites analíticos son tabulados por e.g., la determinación de Bi en aleaciones de plomo como base y fierro fundido, de Cd en Zinc y de Al, Sb y Sn en acero, también son demostradas en las gráficas de calibración.

B I B L I O G R A F I A

- 1.- Bargallo, M., Tratado de Química Inorgánica, Editorial Porrúa, S.A., México, (1972).
- 2.- Bornard, Alam K., Química Inorgánica, Bilbao, Ueno (1968).
- 3.- Bell, C.F. and Lott, A.K. Un esquema moderno de la Química Inorgánica. Ed Alhambra, España (1969).
- 4.- Cotton, Frank. A., Advanced Inorganic Chemistry 3 ed. Interscience, New York. (1972).
- 5.- Gilreath, Esmorch S., Fundamental Concepts of Inorganic Chemistry, McGraw Hill, New York, (1958).
- 6.- Johnson, Roland C. Introductory Descriptive Chemistry; Benjamin, New York, W. A. (1966).
- 7.- Kolthoff, Izaak Mauris, QD 101, K 784, Textbook of Quantitative Inorganic Analysis, 3 ed Macmillan, New York (1962).
- 8.- Kirk Othmer, Encyclopedia of Chemistry Technology 2 ed. - John Wiley, London (1963).
- 9.- Kleimberg, J., Química Inorgánica, Inorganic Chemistry D.C. Heath and compañía, Boston (1963).
- 10.- L. S. Bark, H. J. Cluley, N. Evers C.H.R. et All. Analytical Abstracts, W. Heffer & Sons LTD; Cambridge, England, - Vols. del 12 al 27, años (1965-1974).
- 11.- Moeller, Therald., Inorganic Chemistry, John Wiley New York, (1962).
- 12.- Partington, Jame Riddick, A. Textbook of Organic Chemistry, 3 ed. Macmillan, London (1958).
- 13.- Pecsok, R. L. and Shields, L.D. Modern Methods of Chemical Analysis. J. Wiley, New York, (1968).

- 14.- Thorpe, E. S. Enciclopedia de Química Industrial, New York.
- 15.- Vogel, Arthur Israel, QD 65, V 62, A Textbook of Quantitative Inorganic Analysis, 3 ed., John Wiley New York, (1961).
- 16.- Wiberg, E. Química Inorgánica Moderna, Walter De Gruyter Co., Berlin (1958).