

**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO**  
**FACULTAD DE QUIMICA**



**QUIMICA ANALITICA DEL BARIO**

**T E S I S**  
**QUE PARA OBTENER EL TITULO DE**  
**Q U I M I C O**  
**P R E S E N T A**

**MAXIMINO PARDO ORTEGA**

**1 9 8 0**

M-42474



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



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

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

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

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

Jurado asignado originalmente  
según el tema

PRESIDENTE Profr. Alicia Benites R. de A.

VOCAL Profr. Alberto Obregón Pérez

SECRETARIO Profr. Carlos Romo Medrano

1er. SUPLENTE Profr. Jorge Mengarini P.

2do. SUPLENTE Profr. Jorge Haro C.

Sitio donde se desarrolló el tema: Bibliotecas de la Facultad de Química,  
Instituto de Química e Instituto de Geología.

Nombre completo y firma del sustentante: Maximino Pardo Ortega.

Nombre completo y firma del asesor del tema: Ing. Alberto Obregón Pérez

A MIS PADRES:

Con todo cariño, por su dedicación y empeño en bien de mi superación.

A MI ABUELITA, TIOS Y HERMANOS:

Por su gran ayuda y comprensión en la realización de este trabajo.

Con sincero agradecimiento al Ing. Alberto Obregón P.  
por su atinada asesoría.

Al honorable jurado.

A mis maestros.

A mis compañeros y amigos.

## I N D I C E

- 1.- Introducción
- 2.- Generalidades
- 3.- Extractos selectos del Analytical Abstracts
- 4.- Lista de métodos analíticos
- 5.- Indices cruzados
- 6.- Bibliografía

## INTRODUCCION

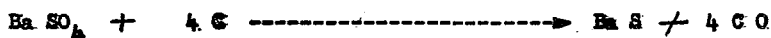
Concientes de la gran importancia que representa el conocimiento de las propiedades físicas y químicas, usos y aplicaciones de los elementos químicos comprendidos en la tabla periódica, se efectuó este trabajo titulado " QUIMICA ANALITICA DEL BARIO ".

De acuerdo a las teorías atómicas modernas, se ha encontrado que las propiedades de los elementos químicos, dependen en general de la estructura que presentan sus átomos y en particular de la distribución de sus electrones, es decir de su configuración electrónica.

En este trabajo se han recopilado todos los métodos modernos de análisis químico que han sido publicados por la revista "Analytical Abstracts", que abarca el período comprendido de 1970 a 1978 se incluyen tablas en las que se indican las muestras más comunes que contienen al elemento químico bario como catión, así como los métodos químicos mas modernos que se emplean para su identificación.

## GENERALIDADES.

En 1609 Casciarolo, alquimista originario de Bolonia, Italia; descubrió una sustancia fosforescente en la oscuridad, que se producía al calentar al rojo el mineral baritina con carbón vegetal, se creía era una clase particular de yeso.



Bergman, Lavoisier, Pelletier y Gratt presumieron que la baritina contenía un nuevo óxido metálico; Scheele, en 1774 encontró que la piedra o fósforo de Bolonia contenía un nuevo óxido terroso, que daba un sulfato insoluble en agua; G. de Morveau llamó a este óxido terroso "Barote" del griego (barus) que significa pesado. Lavoisier, alteró posteriormente la palabra convirtiéndola en barita, nombre usado en la actualidad.

Davy, en 1808 logró aislar el metal y en 1855, Bunsen lo extrajo puro.

La barita, mineral considerado como no metálico, está constituido principalmente como sulfato de bario ( $\text{Ba SO}_4$ ) y una serie de otros elementos - considerados como impurezas por la cantidad en que están presentes, se encuentran ampliamente distribuidos en la naturaleza; junto con el mineral Witerita ( $\text{Ba CO}_3$ ) son las principales fuentes del bario, siendo de gran importancia industrialmente por la variedad de productos en los cuales se involucran ambos minerales.



**ABUNDANCIA EN LA NATURALEZA.**

El bario se presenta como barita o espato pesado, el sulfato de bario ( $\text{Ba SO}_4$ ); como witerita, el carbonato de bario ( $\text{Ba CO}_3$ ); como alstonita - ( $\text{Ba CO}_3 \cdot \text{Ca CO}_3$ ) en cristales rómbicos; y en cristales monoclinicos como baritocalcita. El bario se presenta también como una impureza en algunos otros minerales, por ejemplo de manganeso, de sílice y silicatos, óxidos de hierro, calizas y dolomitas principalmente. El bario constituye el 0.047 % de la litósfera.

**ESTRUCTURA ELECTRONICA DEL BARIO.**

El bario es un elemento que pertenece al grupo II A (metales alcali-notérreos) de la tabla periódica. Metal divalente. Desde el punto de vista electrónico los miembros del segundo grupo de - elementos representativos difieren de los metales alcalinos correspondientes porque sus átomos contienen dos electrones en la capa más externa.

CONFIGURACIONES ELECTRONICAS DE LOS ELEMENTOS REPRESENTATIVOS  
DEL GRUPO II.

	1	2	3	4	5	6	7
	s	s p	s p d	s p d f	s p d	s p	s
$4 \text{ Be}$	2	<u>2</u>					
$12 \text{ Mg}$	2	2 6	<u>2</u>				
$20 \text{ Ca}$	2	2 6	2 6	<u>2</u>			
$38 \text{ Sr}$	2	2 6	2 6 10	2 6	<u>2</u>		
$56 \text{ Ba}$	2	2 6	2 6 10	2 6 10	2 6	<u>2</u>	
$88 \text{ Ra}$	2	2 6	2 6 10	2 6 10 14	2 6 10	2 6	<u>2</u>

Estos dos electrones, salvo en el caso del berilio gaseoso, se pierden fácilmente, aún cuando con menor facilidad que el electrón de valencia de los metales alcalinos.

Como consecuencia de su menor tendencia a perder los electrones de valencia los elementos del grupo II, aún cuando sean fuertemente activos lo son mucho menos que los metales alcalinos correspondientes.

## PROPIEDADES FISICAS DEL BARIO.

Desde el punto de vista físico, el elemento bario es un metal. Posee un brillo blanco-grisáceo cuando ha sido cortado recientemente. Se empaña rápidamente por exposición al aire y llega a tomar color negro. Se inflama fácilmente y la reacción con el agua es muy energética. Metal maleable, tenaz; y puede ser trabajado de modo semejante al aluminio. El tipo de su estructura cristalina es cúbica.

## PROPIEDADES DEL BARIO

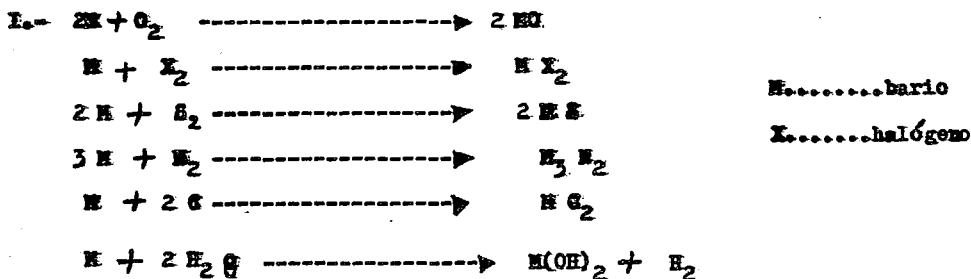
Símbolo y fórmula .....	Ba
Número atómico .....	56
Configuración electrónica externa .....	$5F^6, 6S^2$
Color .....	blanco
Peso atómico .....	137.36
Peso específico .....	3.59
Volumen atómico ( $cm^3$ /átomo g) .....	38.26
Punto de fusión .....	$850^{\circ}C$
Punto de ebullición .....	$1537^{\circ}C$
Calor específico (en cal. g.) .....	0.068
Calor de vaporización (en cal. g.) .....	628
Dureza (escala Mohs) .....	-
Electronegatividad (escala de Pauling) .....	0.9

## PROPIEDADES DEL BARIO (continuación)

Potencial de primera ionización (en eV) .....	5.210
Potencial de segunda ionización (en eV) .....	9.95
Potencial de electrodo (en voltios) .....	- 2.90
$B \rightleftharpoons B^{2+} + 2e$	
Lineas espectrales importantes (en $\text{Å}^{\circ}$ ) .....	5242
Radio metálico (en $\text{Å}^{\circ}$ ) .....	2.173
Radio iónico (en $\text{Å}^{\circ}$ ) .....	1.35
Calor de atomización (Kcal/átomo g.) .....	41.96
Estados de oxidación .....	+ 2

## PROPIEDADES QUÍMICAS DEL BARIO.

El bario se combina a temperaturas convenientes, con el oxígeno, con los halógenos, azufre, nitrógeno y con el hidrógeno.



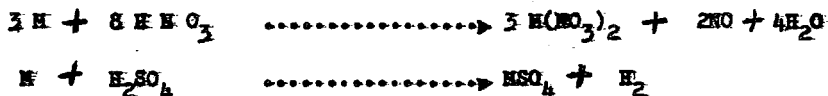
Estas reacciones se efectúan en frío o caliente.

Los hidróxidos de los metales alcalinotérreos son bases fuertes bastante menos solubles que sus compuestos correspondientes de los metales alcalinos.

Sus solubilidades molares aumentan considerablemente al aumentar el tamaño del ión metálico, tal como se indica a continuación que se refiere a 20° C

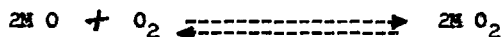
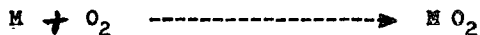
Hidróxido de calcio .....	0.022	Mols/1000 g de agua
Hidróxido de estroncio .....	0.065	" " "
Hidróxido de bario .....	0.22	" " "

Los hidróxidos se pueden obtener por tratamiento de los óxidos con agua. La reacción es fuertemente exotérmica. La estabilidad de los hidróxidos frente a la descomposición térmica para formar los óxidos aumenta al crecer el número atómico del metal, siendo el hidróxido de bario el único miembro del grupo que es suficientemente estable para poder ser calentado hasta su punto de fusión sin sufrir descomposición.



Esta reacción es lenta, porque la insolubilidad del sulfato que se produce protege al metal de la acción ulterior del ácido.

II.- A presión y en caliente (peróxidos)



III.- El bario se combina fácilmente con el hidrógeno a elevadas temperaturas dando hidruros salinos, que poseen estabilidades mayores que los hidruros de metales alcalinos.  $Ba H_2 \xrightarrow{\hspace{2cm}} -\Delta H \ 40.8$

IV.- En caliente.



El amoníaco líquido es un buen disolvente del bario. El amoníaco no es descompuesto por el metal, actúa como un disolvente; aunque formando un compuesto de adición con el amoníaco llamado hexaamoníato de bario.

#### CALORES DE FORMACION DE LOS COMPUESTOS DEL BARIO.

Los calores de formación y su signo de los compuestos; son indicio de la estabilidad de los mismos, y guardan estrecha relación con las energías reticulares y por consiguiente, con el caracter de los enlaces químicos.

Ba (en Kcal equivalente/gr. del metal)

Hidruros	- 20.4
Oxidos	- 66.7
Fluoruros	- 143.1
Cloruros	- 102.5
Bromuros	- 90.1
Ioduros	- 72.2
Sulfuros	- 51.2
Nitruros	- 15.0

Disminuyen las calores de formación (exceptuando cloruros y bromuros), al elevarse el número atómico del metal, o sea con el aumento del carácter electropositivo o básico. Al mismo tiempo, disminuyen las energías reticulares de acuerdo en líneas generales, con mayores distancias interatómicas y con la menor estabilidad de los compuestos, grande en los fluoruros y pequeña en los nitruros.

#### APLICACIONES.

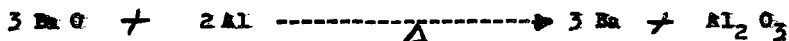
El bario es un buen desoxidante para el cobre. Hojas de acero cubiertas con fina capa de bario se utilizan en los cojinetes de los ánodos rotatorios en los tubos de rayos X al alto vacío; lo que permite que sean utilizados a elevadas temperaturas. Su precio elevado no le permite para diversos usos, competir con el calcio. En liga con el plomo (hasta 10 % de Ba) y con ligeras cantidades de sodio, calcio estroncio se utiliza para cojinetes especiales; aleado con el aluminio y con el magnesio, se emplea en tubos electrónicos.

## PREPARACION DEL BARIO METALICO.

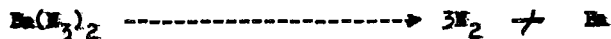
OBSERVACION.- Su potencial de electrodo negativo elevado, no permite obtenerlo en soluciones acuosas de sus sales. Debe recurrirse a la reducción por vía seca, a partir de la electrólisis de sus sales fundidas.

I.- METODOS PIRELECTROLITICOS. Se obtienen aleaciones de bario, con zinc, - antimonio, estaño, aluminio etc. utilizando cloruro de bario y celdas - con cátodos de metal pesado (o bien proporcionado el metal pesado por - un ánodo auxiliar, o en forma de sal). Bario bastante puro se logra - por destilación de una aleación de bario y cadmio a alta temperatura y al vacío.

II.- POR REDUCCION ELECTROTÉRICA. Por el método termoeléctrico se prepara bario reduciendo el óxido de bario con aluminio, en el vacío a unos - 1200° C y condensando el vapor del metal. Puede usarse también silicio o ferrosilicio como reductor.



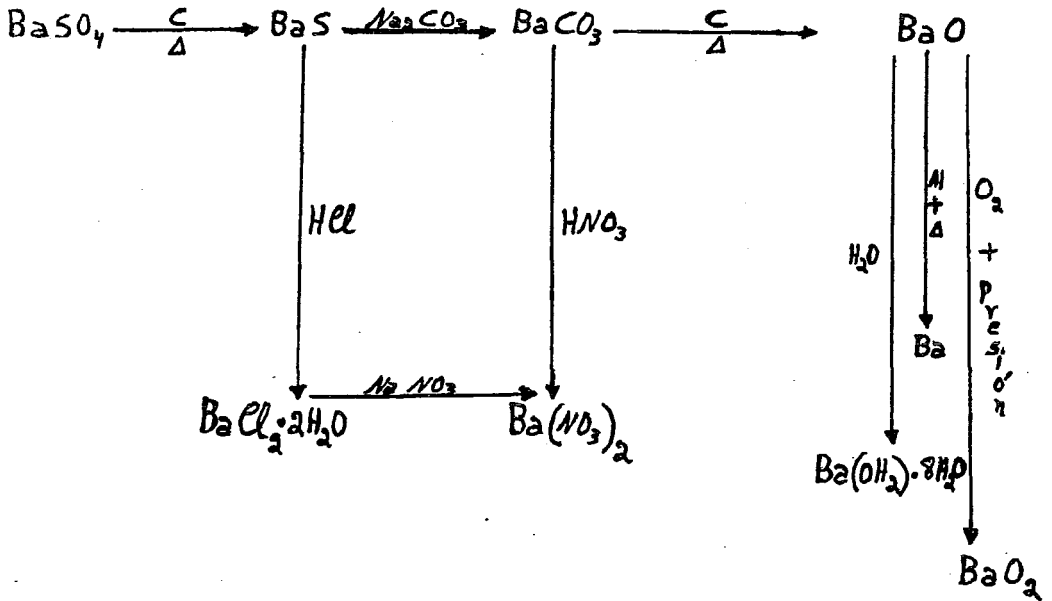
III.- DESCOMPOSICION DE LAS AZIDAS. El metal suministrado por este método no es muy puro; además, y debido al peligro de explosión, sólo se permite trabajar con pequeñas cantidades de sustancia.





## COMPUESTOS DEL BARIO.

En la siguiente figura se indican las reacciones utilizadas en la producción de los compuestos del bario a partir del sulfato y del carbonato.



**HIDRUROS.**- El bario forma hidruros en parte iónicos o salinos blancos, no volátiles. El hidruro de bario no es estable en el aire seco; puede inflamarse. Reacciona con violencia con el agua y desprende hidrógeno.

## OXIDOS E HIDROXIDOS

BaO monóxidos; BaO<sub>2</sub> peróxidos; BaO<sub>4</sub> superóxidos; Ba(OH)<sub>2</sub> hidróxidos

ESTRUCTURAS: Los monóxidos poseen estructuras iónicas del tipo cloruro de sodio. Calores de formación elevados; de acuerdo con su gran energía reticular y su gran estabilidad. Prácticamente, por no exceder su concentración del ínfimo valor de  $10^{-36}$  el ión óxido  $O^{--}$  no existe en solución, lo cual significa que este tipo de óxido es insoluble, o bien reacciona con el agua sin dar aquel ión.

Los superóxidos contienen el ion  $O_2^-$ . Los hidróxidos de bario pueden cristalizar en hidratos: ejemplo, Ba(OH)<sub>2</sub> · nH<sub>2</sub>O (donde n es 1, 3 y 8) y su estructura es poco conocida.

Los peróxidos poseen el ion  $(O-O)^{2-}$  y presentan paramagnetismo.

CARACTERES GENERALES.- Los óxidos del tipo MO tienen aspecto cristalino si han sido preparados a temperaturas elevadas; pero los obtenidos a temperaturas más bajas tienen aspecto <sup>pulverulento</sup> pulverulento o en masa. Son muy estables y tienen altos puntos de fusión. Sometidos a intenso calentamiento emiten luz muy viva son óxidos básicos. Dan los respectivos hidróxidos al reaccionar con el agua. El carácter básico crece con el número atómico del metal.

Los peróxidos y superóxidos son poderosos oxidantes. Los peróxidos tienen sus hidratos y peroxhidratos. Por el calor se descomponen y liberan oxígeno.

OXIDO DE BARIO.- Es un polvo blanco amarillento; o cristales hexagonales o de la singonía cúbica, incoloros. Su peso específico de la variedad cúbica 5.72 - y de la hexagonal 5.32 ; punto de fusión 1923°C; punto de ebullición próximo a los 2000°C. Reacciona con el agua disolviéndose a 0°C según coef. 1.5 y a 80°C según coef. 90.8.

Se prepara por calcinación del nitrato, o del iodato y también del hidróxido de bario, sometiénolos a 800°C durante algunas horas. O descomponiendo el - peróxido de bario a 1150°C. Puede asimismo, obtenerse del carbonato de bario calcinandolo junto con carbón.



PEROXIDO DE BARIO.- Se presenta en un polvo blanco grisáceo peso específico - 4.96; p.f. 450°C. Inicia su descomposición a 500°C. Apenas reacciona con el agua fría. Es el peróxido mas estable de los alcalinotérreos. Reacciona con - el ácido sulfúrico, y da agua oxigenada, que a concentración adecuada de ácido se obtiene en solución comercial usual del 3 %.



Se utiliza para fabricar agua oxigenada; y para el blanqueo de la seda, paja y otros materiales. Además, como fuente de oxígeno (por descomposición del peróxido a alta temperatura). Se adiciona a algunas mezclas incendiarias.

Se obtiene por acción de una corriente de oxígeno o de aire desprovisto de - anhídrido carbónico, y secos, sobre el óxido de bario, a unos 550°C y presión de 2 atmósferas. La reacción es reversible.



El equilibrio se desplaza hacia la izquierda al aumentar la temperatura.

**HIDROXIDO DE BARIO.**- Polvo blanco peso esp. 4.5, p.f. 408°C. Funde sin descomponerse. Más soluble en agua que los hidróxidos de calcio y estroncio y aún más en agua caliente. Hidróxido fuerte, tiene varios hidratos, entre ellos el octahidrato, que se expende en el comercio.

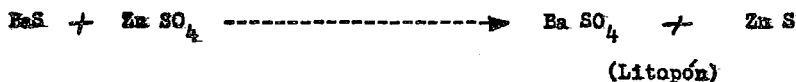
La solución del hidróxido, de reacción alcalina, es el agua de barita, utilizada en el análisis químico.

**CLORURO DE BARIO.**- Blanco cristalino; no es deliquescente. Su preparación se basa en las reacciones del carbonato de bario (en la naturaleza constituye la Witherita) y el HCl, en caliente; o entre dicho ácido y el sulfuro de bario obtenida de la baritina (mineral del sulfato de bario).

**SULFATO DE BARIO.**- Constituye el mineral baritina o barita. Cristales rómbicos o monoclinicos, tubulares o prismáticos; de forma fibrosa, hojosa, granuda; de color blanco o amarillento, u otros colores por impurezas; lustre - vitreo; p. esp. 4.5; dureza 2.5 Mohs; p.f. 1580°C.

A 1149°C la variedad rómbica se transforma en monoclinica. Extraordinaria - estabilidad frente al calor. Prácticamente insoluble; el producto de solubilidad es de  $1.1 \times 10^{-10}$ . Resiste a los reactivos, no le atacan los ácidos diluidos. Es reducido a sulfuro por el carbón (reacción industrial).

Forma cristales mixtos con el permanganato de potasio. El sulfato de bario precipitado es un constituyente del litopón.



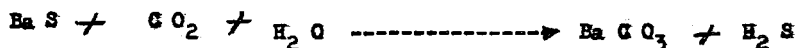
El litopón y el sulfato de bario se emplean como pinturas permanentes.

El sulfato de bario es el principal mineral del bario y se encuentra abundantemente en la naturaleza. También es conocido como espato pesado, tifo, cawk; su composición porcentual es Ba O 65.7 % y S O<sub>2</sub> 34.3 %. Generalmente contiene impurezas en pequeñas cantidades entre las que se encuentran silice y silicatos, calestita, óxidos de hierro, calizas y dolomitas principalmente

De acuerdo con sus propiedades <sup>los compuestos</sup> ~~son~~ los usos que se les dan, algunos de ellos son los siguientes: <sup>Se utilizan de la sig. manera:</sup>

- 1.- Preparación de lodos en la perforación de pozos petroleros, la función de la barita es la de elevar la densidad de los lodos.
- 2.- Fabricación de vidrios y artículos de moldeo intrincados porque reduce la viscosidad.
- 3.- Como pigmento en la manufactura de pinturas, papel para dibujo, papel tapiz, cosméticos, etc.
- 4.- Da cuerpo y opacidad por lo que se usa en las industrias textiles, del cuero, hule, papel, artículos de asbesto y linoleos.
- 5.- Como material inerte o de carga no brillante se usa para pisos asfálticos en fábricas de explosivos.
- 6.- Es absorbente de la radiación por lo que se usa para el filtrado de rayos X, en reactores nucleares y para concreto atómico.
- 7.- En pulpa para lavar el cartón; la barita ajusta la viscosidad.
- 8.- Algunas veces usada en pequeña extensión como un fundente en la fundición del bronce.
- 9.- En la industria química se usa en la manufactura de compuestos de bario como cloruros, nitratos, carbonatos y sulfatos.

**CARBONATO DE BARIO.**- Cristales rómbicos, blancos p. esp. 4.43; se disocia a  $-1450^{\circ}\text{C}$ . Energía reticular 645 Kcal/mol. Se presenta en tres variedades: la descrita corresponde al mineral witherita que a  $811^{\circ}\text{C}$  se transforma en otra variedad hexagonal; y ésta, a los  $982^{\circ}\text{C}$ , en la variedad de cristales cúbicos. Sus soluciones saturadas sufren hidrólisis y presentan reacción alcalina. Le atacan las soluciones de sales de amonio, favoreciendo su disolución. Se prepara por reacción en caliente, entre anhídrido carbónico y sulfuro de bario, obtenido éste por reducción del sulfato con carbón:

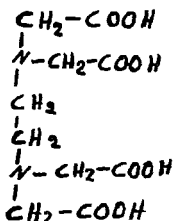


Se emplea en las industrias del vidrio y cerámica; y en la preparación de - compuestos del bario.

**COMPLEJOS DEL BARIO.**- Los complejos del bario, se parecen mucho a los del magnesio. Las iones de bario forman complejos principalmente con compuestos que contengan oxígeno. Su capacidad para coordinar con el nitrógeno es muy débil y con los demás elementos prácticamente inexistente.

Han sido obtenidos acetilacetonatos insolubles en agua por reacción de la diacetona con el hidróxido del metal o con una disolución acuosa del cianuro. Estos compuestos difieren del quelato de magnesio por cristalizar en forma de dihidratos a partir de disolventes que contengan un poco de agua. El agua de cristalización se elimina fácilmente calentándolos a presión reducida. Parece, por tanto, que estos quelatos del bario pueden presentar un índice - de coordinación de 6 en el dihidrato o 4 en el compuesto anhídrido.

En los últimos años se descubrió un reactivo capaz de formar complejos de considerable estabilidad con el ión bario. Esta sustancia es el ácido etilén - diamíntetracético, que se usa en forma de su sal tetrasódica, conocida comercialmente como "Versena o secuestreno".



Es potencialmente capaz de actuar como grupo tetradentado o hexadentado frente a los iones metálicos. Ha sido caracterizado el siguiente tipo de complejo:  $\text{Ba}(\text{Ba Y}) \cdot 2 \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$  ( $\text{H}_4 \text{ Y} =$  ácido)

El ácido ha demostrado ser muy valioso en las técnicas de ablandamiento de aguas, puesto que forma complejos solubles estables con los iones metálicos responsables de la dureza del agua.

Es capaz de disolver los depósitos de sulfato cálcico, carbonatos y fosfatos de los metales alcalinotérreos. Este reactivo se usa ampliamente en la determinación cuantitativa de los iones metálicos.

## ANALYTICAL ABSTRACTS

VOL. 18 1970

1520.- Determinación de indicios de Ba por la reactivación de la fosfatasa alcalina inhibidora de zinc.

A. Townshend, A. Vaughan. *Analyt. Lett.* 1968, I (14), 907-911.

Mezclar 3 ml de la sal disódica p-nitrofenil fosfato (5 mM), 1 ml de una solución reguladora [recristalizar tres veces (0.605 g) en agua (500 ml) ajustar el pH a 9.8 con HCl], 0.2 ml de una solución de  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$  (mM); 0.5 ml de una solución de NaF (0.1M) y 1.3 ml de la solución testigo; y diluir con agua hasta 6 ml.

Poner la solución aparte a 25°C exactamente 10 min. adicionar 1 ml de una solución de fosfatasa alcalina al 0.011%, y se deja para que reaccione a 25°C exactamente 3 minutos.

Adicionar 1 ml de una solución de NaOH (0.5M), medir la extinción (E) a 410 nm. comparada con la solución de referencia o solución testigo que no contiene la enzima o Ba. Llevar un testigo en el cual no se ha agregado Zn ni Ba y medir la extinción ( $E_0$ ).

Hacer la representación gráfica  $\log (E_0 - E) / E$  contra la concentración de Ba para obtener una calibración gráfica rectilínea.

Entre 14 a 126 microgramos de Ba se pueden determinar en la presencia de calcio y magnesio (50  $\mu\text{g}$ ) y estroncio (18  $\mu\text{g}$ ); el plomo, vanadio - aluminio, níquel y berilio interfieren.

E.A. Wheeler.



1571.- Esquema de separación para la determinación de algunos metales alcalinos, alcalinotérreos y metales de las tierras raras en materiales de silicato por el análisis de la dilución isotópica.

P. Murugaiyan, A.A. Verbeek Talanta, 1968, 15 (II), III9-II24

El Li, K, Rb, Cs, Sr, Ba, Ce, Nd, Sm y Eu pueden ser separados por cambio catiónico sobre Zeo-Karb 225 en grupos por el análisis espectrométrico de masas y ser purificados nuevamente por cambio aniónico sobre De-Acidita FF. Los resultados obtenidos por el análisis de dilución isotópica - son reportados para granito G-I, diabase W-I y para el Barwell Ghor-drite.

A.S. Burridge.

60.- Extracción y determinación complejométrica de Ca, Sr y Ba en Hg y sus compuestos.

F.P. Gorbenko y E.V. Lapitskaya Zav. Lav. 1968, 34 (9), 1051-1053

La solución testigo (conteniendo más de 0.7 g de Mg) se calienta hasta hervir con 5 a 10 ml de EDTA (0.1 M) y unas cuantas gotas de índigo carmín y se presipita el  $Mg(OH)_2$ . Con un pequeño exceso de una solución de  $NaOH$ . La mezcla es diluida a 100 ml. y se filtra, se toma una alícuota (25 a 50 ml. conteniendo más de 500  $\mu g$  de cada uno de los elementos - Ca, Sr y Ba) se neutraliza con  $HCl(0.1M)$ , posteriormente se calienta 10 minutos con 2 a 3 ml. de  $HCl(0.1M)$  y 2 ml de una solución de  $H_2O_2$  al 30% para acabar con el EDTA.

Nuevamente se adiciona 1 ml de  $H_2O_2$  y la solución es evaporada casi a sequedad. El residuo se disuelve en 10 ml de agua, la solución se trata con 0.25 ml de  $NaOH(5M)$  y se diluye hasta 25 ml y el Ca se extrae con-

un volumen igual de una solución al 0.04% de azo-azoxi ~~III~~ en tetracloruro de carbono conteniendo un 30% de tributil fosfato.

Las fases son separadas y la capa acuosa se pone aparte. La capa solvente orgánico es agitada con 25 ml de una solución 0.1M de HCl, entonces el sistema es tratado con una solución de NaOH tanto que la capa acuosa sea 0.05 M en NaOH. La fase acuosa se combina con la solución acuosa ya antes separada; y el Ca en la capa orgánica se re-extrae con 25 ml de HCl (0.1 M). La solución resultante es tratada con 1 ml de NaOH (5M), 25 ml de etanol y 3 o 4 gotas de una solución de indicador glicoxal bis-(2-hidroxianil), y se titula después de 3 ó 4 minutos con EDTA (0.01 M) hasta que cambie el color de rojo a amarillo. La solución acuosa ya antes separada se evapora hasta 10 a 15 ml se diluye con la adición de una solución de NaOH a 25 ml tanto que la solución sea 0.05 a 1M en NaOH.

El Sr se extrae con 25 ml de una solución de azo-azoxi ~~III~~; la capa acuosa se deja aparte y el Sr se re-extrae con 25 ml de 0.1 M de HCl. La solución resultante se trata con 80 ml de agua, 40 ml de  $\text{NH}_3$  acuoso y 0.1 g de metiltimol azul-nitrato de potasio (1:100) y se titula con EDTA (0.01 M) la transición del azul al gris.

La solución acuosa que contiene al bario se neutraliza hasta un pH de 7.0 con HCl, entonces se trata con 100 ml de agua; 2 ml de una solución compleja de Mg-EDTA al 1%; 40 ml de  $\text{NH}_3$  acuoso y 0.1 g de la mezcla de azul de metil timol y se titula con EDTA (0.1 M)@

G.S. Smith.

## 796.- Determinación de indicios de Ba y Sr por precipitación inducida.

A. Vaughan Analytica Chim. Acta 1968,43 (I),134-136

Disolver 500 g. de acetato de amonio en un volumen mínimo de agua, agitar la solución con 60 g. de sulfato de plomo por espacio de 12 horas filtrar y diluir a 1 litro y dejar aparta 2 semanas antes de su uso. Transferir - 2 ml. a cada uno de los tubos testigo (son 2); a uno adicionar 1 ml. de la solución problema y al otro 1 ml. de agua.

Injectar 2 ml. de etanol anhidro con una jeringa, primero al *testigo* y después al tubo de la solución problema. La presencia de un precipitado en el tubo con la solución problema a menos de 30 segundos antes que en el *testigo* (que usualmente toma 3 minutos) indica la presencia de bario (más de 0.1 microgramos) o Sr (mas de 0.2 microgramos).

La  $Ag^+$ ,  $Cd^{2+}$ ,  $Cl^-$ ,  $Co^{2+}$ ,  $Cr^{3+}$ ,  $Cu^{2+}$ ,  $Fa^{2+}$ ,  $Fe^{3+}$ ,  $Hg^{2+}$ ,  $I^-$  en cantidades de 1 mg y  $Ca^{2+}$  y  $F^-$  en cantidades de 0.1 mg, no interfieren en la determinación.

H. H. S.

## 1461.- Determinación conductimétrica de Ba, Sr, Cu, o Zn con citrato. II.

F. Bosch-Reig Infccion. Quim. Analit. Pura Apli. Ind; 1968,22 (6),209-214

La titulación conductimétrica del Ba, Sr, Cu o Zn con el ácido cítrico - neutralizado para limites variables con trietanolamina o hidróxido de sodio ha sido investigada con resultados satisfactorios para cada metal el cual ha sido obtenido usando el método del ácido cítrico totalmente neutralizado con trietanolamina.

La neutralización completa con NaOH ha sido satisfactoria en algunas sustancias, pero 2 ó 3 neutralizaciones del ácido cítrico con otra base es insastifactoria.

L.A. O'Neill.

760.- Separaciones químicas usando soluciones del ácido alfa-hidroxi-isobutírico y resinas intercambiadoras de catión y anión.

H.D. Perdue, A. Conover *Analytical Chem.* 1968 40 (12), 1773-1776.

El comportamiento ha sido reportado para el Ca, Ba, Ra, Sr, Fe, Pu, Zr, Nb, Th, Am, Pb, I y metales de las tierras raras sobre una columna (9 cm x 0.6 cm) de una resina llamada Dowex 50-X8 (formada de 100 a 200 mallas), con el ácido alfa-hidroxi-isobutírico (0.25 a 1.5 M ajustando el pH a 5 con una solución de amoníaco) como eluyente. Las siguientes separaciones han sido estudiadas. Ba y La del Ba; Ca y Ba del Sr; el Ba de los metales de las tierras raras; el Zr de los metales de las tierras raras.

W.J. Baker.

794.- Análisis de pequeñas muestras de mezclas de alcalinotérreos y sus carbonatos.

Weberling, J.F. Cosgrove *Appl. Spectrosc.* 1968, 22 (5) 527-531

Tres métodos han sido comparados para la determinación del Ca, Sr y Ba en mezclas de sus carbonatos usando cátodos de tungsteno o cátodos emisivos de electrones revestidos de níquel.

1072.- Determinación de Li, Sr, Ba y Au en sustancias biológicas por espectrofotometría de absorción atómica.

R.L. Tompset. *Proc. Ass. Clin. Biochem.* 1968, 5 125-126.

Los procedimientos para la preparación de muestras para la determinación de estos metales en sustancia biológica para usar un simple mechero de una ranura y una flama de aire-acetileno se describe a continuación. Para el bario, la muestra biológica se hace digerir en ácido sulfúrico

concentrado con un oxidante para destruir la sustancia orgánica, el resultado digerido se diluye diez veces con agua y la solución se deja reposar durante la noche y se centrifuga; el precipitado del sulfato de bario se disuelve en una solución acuosa de amoníaco 2N y una solución de EDTA al 1% y la absorción se mide a 552 nm. Se observará que no hay interferencias.

546.- Separación de Lantano, Bario y Actinio por ~~técnica~~ cromatográfica.

D.M. Ziv. Radiokhimiya, 1968, 10 (6), 738-740

El actinio, lantano y bario se pueden separar por cromatografía de extracción, con tributil fosfato en una columna (7x4 mm) polveada de fluoroplast-4 con partículas de 100 a 200 micromilímetros de tamaño (el volumen libre de la columna 0.2 ml), para la elución con  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  (10N) en  $\text{HNO}_3$  (0.1N); ó en una columna larga (volumen libre 0.63 ml) para la elución con  $\text{HNO}_3$  - 0.1N. El bario pasa por afuera de la sustancia absorbida entonces el Ac es eluido y después el La. El coeficiente de separación del Ac y La (método-estático) es de 1.9

G.D. Kopkin

1466.- Intercambio iónico en medios de dimetil sulfóxido. I. Estudios de distribución con grupos periódicos cationes del grupo II A, III A y IV A.

G.E. Janaver Mikrochim Acta 1968, (6), IIII-II23.

El comportamiento del intercambio iónico en Dowex 50w-x8 del  $\text{Mg}$ ,  $\text{Ca}$ ,  $\text{Sr}$ ,  $\text{Ba}$ ,  $\text{Ga}$ ,  $\text{In}$ ,  $\text{Sn}^{\text{II}}$  y  $\text{Pb}^{\text{II}}$  en solución conteniendo agua, ácido clorhídrico y dimetil sulfóxido (I) en varias proporciones han sido estudiadas. En rangos de concentración que van de 20% a 50% de moles de (I) y de HCl de concentración de (0.1N) a (0.6N), la distribución de las proporciones son muy diferentes de las soluciones acuosas; y por ésto se sugiere que la solución -

acuosa del dimetil sulfoxido debe ser util para las separaciones de cambio iónico.

R. Waape.

226I.- Estudio de la extracción de complejos de tiocianato de los elementos alcalinotérreos.

F.P. Gorbenko Zh. Analit. Khim; 1968, 23 (9), 1301-1306

La extracción a partir de un medio de ácido clorhídrico de estos complejos con tributil fosfato ha sido ya estudiada, y la composición de las especies del extracto ha sido establecida. La estabilidad y la extractibilidad de estos complejos aumenta en en el orden siguiente: Ba, Sr, Ca.

Basado en las conclusiones, se describe un método para enmascarar otros elementos que el Ca y se observa que el grado de separación es de más del - 95 % .

H. Zacek.

3003.- Determinación complejométrica de Mg, Ca, Sr, Ba en presencia de Fe y Cr.

F. Krljeza Groat. Chem. Acta, 1969, 41 (1), 9-13

El glicerol es usado para enmascarar el  $Fe^{3+}$  y  $Cr^{3+}$ . El magnesio, calcio, estroncio y bario (la concentración total va de I.16 a II mM) se determina por la titulación con EDTA.

La concentración máxima permitida (mg por 100 ml) de  $Fe^{3+}$  es 30, 70 y - 100 para la determinación de Mg, Sr, Ba y Ca respectivamente. La concentración máxima permitida (mg por 150 ml) de  $Cr^{3+}$  es de 40 para Mg y 30 - para el Ca, Sr y Ba.

K.M. Brundish.

3604.- Uso del ácido (-)- propano-1,2-diaminotetra acético (-)-PDTA en el espectro de la titulación polarimétrica.

R.J. Palma Chem Comm. 1968, 254.

El compuesto nombrado es un poderoso agente quelatante similar al EDTA, - pero ya que éste es ópticamente activo, es estereoespecífico en estas reacciones con los iones metálicos.

Las constantes de estabilidad para el (-) PDTA son más grandes que las del EDTA para la mayor parte de metales en soluciones. Las rotaciones observadas de los quelatos metálicos y ligandos son simples funciones rectilíneas de la concentración sobre un amplio rango. Las titulaciones directas de Al (0.01 M), Sr y Ba y de Pb (0.1M a 10 nM) se han realizado con el uso del espectropolarímetro Perkin-Elmer 141.

El Zn y el Cd pueden ser determinados consecuentemente. Los resultados son muy buenos dentro de un 0.5 %.

N. Evers.

3724.- Determinación ultra-micro de metales alcalinos y alcalinotérreos por el método de ionización-flama de hidrógeno procediendo la separación por el método de cambio iónico.

SHUN Araki, Japan Analyt. 1968, 17(7), 847-854.

Después de la adsorción en una columna (2 cmx4.2 mm) de fosfato de zirconio Eio-Rad (200 mallas), el Li, Na, K, Rb y Cs son eluidos mediante el uso del  $\text{NH}_4\text{Cl}$  (0.3N), (0.1N), (0.2N), (0.5N) y (1N) respectivamente y el Ca, Sr, Ba son eluidos con  $\text{NH}_4\text{Cl}$  (0.2N) - HCl (0.005N),  $\text{NH}_4\text{Cl}$  (0.5N) - HCl (0.005N), y HCl (1N) respectivamente. Los eluyentes son analizados por el método de ionización de la flama de hidrógeno. El  $\text{NH}_4\text{Cl}$  es removido por pirólisis en el calentador.

K. Saito.

3768.- Determinación de metales alcalinotérreos por cambio iónico .

M. Senegacnik Z. Analyt. Chem. 1969, 244 (6), 365-367

Poner 100 ml de materia por analizar en solución con pH de 2 a 2.5, conteniendo de más de 6 miliequivalentes de Mg, Ca, y Ba en una columna - ( 30 cm x 1.5 cm ) Dowex 50 W-X8 (de 100 a 200 mallas ). Eluir a un ritmo de 2 ml. por minuto con una solución de glicolato de amonio (0.6M) con NaCl (0.2M) con un pH de 5. Los primeros 210 ml de eluyente contienen Ca - más que Mg y los siguientes 90 ml contienen parte de Sr. Se continúa la - elución con glicolato de amonio (1.2M)-NaCl(0.4M) con pH de 5.

Los siguientes 100 ml contienen el resto del Sr y los consecuentes 250 ml contienen el Ba. Determinar el Ca por precipitación en oxalato y titular con permanganato de potasio.

El magnesio se titula con EDTA, y el estroncio y el bario por precipitación como carbonatos y se determinan gravimétricamente o por titulación con EDTA.

R. Waspe



## ANALYTICAL ABSTRACTS

VOL. ( 19) 1970

79.- Separación de metales alcalinotérreos en una columna de celulosa micro-cristalina.

James S. Fritz and Mark A. Peters *Talanta*, 1969, 16 (5), 575-580

La separación cuantitativa de Mg, Ca, Sr, y Ba de una solución que se ha llevado a unas columnas de celulosa microcristalina (FMC Avicel) usando como eluyente una solución de metanol-ácido clorhídrico (7:3 para Mg, Ca y Sr y 24:1 para Sr y Ba).

El Ba también se puede eluir con metanol-HCl-H<sub>2</sub>O (16:1:3) que acondiciona la columna para posteriores separaciones sin reempacar la columna.

El Ba se puede separar del Ra, pero el Ba no puede ser separado completamente del Mg. La separación de estos elementos de las tierras raras excepto el Eu ha sido completa.

E.J. Duff

86.- Distribución cromatográfica y separación de Ca, Sr y Ba con el bis-(2-etilhexil) hidruro de fosfato.

Halina Jaskolska *Chemia. Analit.* 1969 14 (2), 284-292

La columna (13 cm x 0.3 cm) que ha sido empacada con sílica (Hyflo super cel) conteniendo una solución de bis(2 etil hexil) hidruro de fosfato al 13 %.

La muestra que contiene en total menos de 0.3 mg de los elementos nombrados mas indicios de radio isótopos se han puesto en la columna y el Ba se eluye con una solución ajustando el pH a 2 con HNO<sub>3</sub> (5 ml) y finalmente se eluye el Ca con una solución de NaNO<sub>3</sub>.

de concentración 0.5 M con un pH de 0.8 (2.5 ml.).

Porciones de (0.5 ml.) de cada eluyente se evaporan y el contenido de cada elemento se determina radimétricamente con un tubo Geiger-Mueller en un precontador electrónico.

B.K.

87.- Precipitación del bario de una solución homogénea gravimétricamente.

D.P. Goel J. Instn. Chem. India 1969, 41(2), 50-52

El método depende de la descomposición lenta del complejo de Ba-EDTA por la acción del  $H_2O_2$ .

A una solución que contiene de 10 a 120 mg. de bario se agregan por cada 15 mg. de bario las siguientes soluciones: 2 ml de EDTA (0.1M), 5 ml de una solución regulada con un pH de 10. (568 ml de una solución concentrada de  $NH_3$  y 70.0 g. de cloruro de amonio en un litro), 5 ml de una solución de  $H_2O_2$  al 30% y 1 ml de una solución de sulfito de sodio al 10% y la mezcla se diluye a 250 ml.

La solución se calienta hasta que aparece la primera turbidez aproximadamente 30 minutos y se continúa calentando hasta 2 horas.

Durante este tiempo todo el bario se precipita como cristales mal formados o toscos.

El sulfato de bario, que es filtrado prontamente después de la adición de mas EDTA, después la determinación se lleva a cabo en la presencia de  $Ca$ ,  $Mg$  y pequeñas de  $Pb$  y  $Fe$ ; hasta 40 mg de plomo se pueden enmascarar con el acetato de amonio.

E.G. Brickell.

## 433.- Determinación complejométrica del bario en muestras biológicas.

A. N. Krylova Farmatsiya, Mosk; 1969,18(4), 63-63

Para diluir la solución testigo se adicionan de 10 a 20 ml de EDTA 0.1N, 10 ml. de una solución reguladora de amoniaco de pH 10 y 0.1 g de negro de eriocromo T-NaCl (1:200), y la solución es titulada con una solución de cloruro de zinc (0.01 N) hasta un cambio de color de azul a rojo - café.

A la solución titulada se le agrega 5 ml. de exceso de la solución de cloruro de zinc y 30 ml. de etanol al 96% y la solución es titulada con EDTA hasta un color azul.

Para la titulación de 10 mg. de bario el método es exacto.

## 866.- Magnetocromatografía.

R. P. Skukla J. Indian Chem. Soc. 1969,46(3),283-285

La técnica que involucra el uso de un campo magnético para perfeccionar la separación de los iones en papel cromatográfico.

Los pares de iones que se han perfeccionado sus separaciones se han obtenido en un campo magnético y son los siguientes:

Mg<sup>2+</sup>-Pb<sup>2+</sup>, Co<sup>2+</sup>-Ni<sup>2+</sup>, Cd<sup>2+</sup>-Sb<sup>2+</sup>, Cd<sup>2+</sup>-Ca<sup>2+</sup>, Sn<sup>4+</sup>-As<sup>3+</sup>, Fe<sup>2+</sup>-Cr<sup>3+</sup>,  
Pb<sup>2+</sup>-Ba<sup>2+</sup>, Al<sup>3+</sup>-Ag<sup>+</sup>.

Normalmente para el par de iones Al<sup>3+</sup>-Ag<sup>+</sup> la diferencia de los valores de sus R<sub>f</sub> de los iones es solamente 0.06, pero en su campo magnético de 338 gauss es de 0.28.

F. L. Evans.

1010.- Selección de condiciones en la titulación complejométrica con un electrodo de plata.

Wiktor Kemula Chemia Analit., 1969, 14(3), 481-490

Un electrodo indicador de plata es útil para la titulación con EDTA - de la siguiente concentración (aprox.  $10^{-4}$  M) por ejemplo  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$  y  $\text{Zn}^{2+}$  teniendo en cuenta que la estabilidad de los complejos determinados es mayor que el complejo de Ag-EDTA.

Cualquier solución reguladora y agentes enmascarantes se pueden usar no bajando significativamente la formación del complejo de plata, solamente el  $\text{Cl}^-$  se puede tolerar con una concentración aprox. de 10 mM.

Ejemplos que ilustran su uso tenemos: I una solución reguladora de borato para mantener el pH de 9 a 10; II acetil acetona, trietanol-amina, salisilato o sulfosalicilato para enmascarar un exceso de 100 veces de  $\text{Fe}^{3+}$  o  $\text{Al}^{3+}$  en la titulación de  $\text{Ca}^{2+}$ ; III  $\text{SO}_4^{2-}$  para eliminar el  $\text{Ba}^{2+}$ ; IV  $\text{F}^-$  para enmascarar  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$  (1000 veces en exceso) y  $\text{Fe}^{3+}$  (20 veces en exceso) cuando se titula el  $\text{Cu}^{2+}$ .

P. Brych.

2035.- Zona de electroforesis en papel para análisis inorgánico. II Uso del ácido cítrico como electrolito.

Zh. Analit. Khim; 1969, 24(3), 342-345.

Esto está visto que el ácido cítrico 0.5 M es un electrolito adecuado - para separar miembros de los siguientes grupos de elementos: Sr - Ca Sr-Ba; Ba-Ca; Zn-Cd; Fe-Co; Ni-Cr; Mn-Pb; Fe-Co etc.

Los papeles preferentes son los Whatman de números 3,4,31,41 y 541.

H. Zacek

2178.- Determinación de Ba y Al en metales alcalinotérreos y sus titanatos.

Natasha Hlasivcova Silikaty, 1969, 13(2), 157-163.

Para la determinación de Ba, fundir 50 mg de muestra con 0.5 g de carbonato de sodio y 0.25 g de  $H_3BO_3$ , filtrar la mezcla con 4 ml de HCl (1:1). Pasar la solución a un embudo de separación y diluir con agua hasta 20 ml. Adicionar 17 ml de una solución saturada de cupferrón I y 40 ml de una solución de alcohol amílico-benceno (3:1).

Separar la fase orgánica y lavarla con HCl 0.1N (2x20 ml). A la fase acuosa adicionar 21 ml de  $HNO_3$  concentrado y 7 ml de HCl concentrado y evaporar hasta sequedad; disolver el residuo en agua, y adicionar 25 ml de  $K_2Cr_2O_7$  (0.05N) y precipita el  $BaCrO_4$  por la adición de  $NH_3$  acuoso. Después de algunas horas se filtra el precipitado y se lava con  $NH_3$  diluido, entonces se disuelve en 10 ml de  $HClO_4$  (1:1). Se diluye la solución con agua; se adiciona 5 ml de  $H_3PO_4$  concentrado y 20 ml de  $Fe_3(PO_4)_2$  0.04N en  $H_3PO_4$  (1:3) y se titula el  $Fe^{2+}$  no consumido con  $KMnO_4$  (0.02N) Como indicador se usa ferroína. El rango de error es ~~de~~ mas menos 0.5% para el bario y mas menos 5% para el aluminio.

2339.- Titulación potenciométrica de 8-Hidroxiquinolinatos en medio anhidro

Chemia Analit. 1969, 14(4), 829-836.

Los 8-Hidroxiquinolinatos de Co, Zn, Cd, Ni, Ba, Sr, Ca, Mg, Tl, Al. (0.05mM) se titulan individualmente con  $HClO_4$  en ácido acético anhidro o acetonitrilo usando un electrodo de vidrio; y con metóxido de sodio y como medio piridina anhidra y un electrodo de antimonio. La titulación con acetonitrilo o piridina dan resultados de 1% a 3% más bajos que los obtenidos en ácido acético anhidro.

B. K.

2882.- Titulación fotométrica para pequeñas cantidades de metales con el reactivo EDTA.

R. Belcher. Talanta, 1969, 16(9), 1335-1339.

La titulación fotométrica de 4 a 20 microgramos de Al, Bi, Ba, Ca, Cd, Co, Cu, Mg, Mn, Ni, Zn; y de 16 a 32 microgramos de Hg, con EDTA 0.02M en un volumen de aproximadamente 3 ml. con una fuente luminosa de aproximadamente 14 nm ha sido comprobada con el uso de un titulador EEL.

Varios indicadores se han usado y se han considerado los procedimientos directo y de sustitución.

R. Waspe.

3081.- Análisis de espectrometría de absorción atómica en el cemento.

T. P. Lees CHemy Ind., 1969, 36, 1249-52.

Las condiciones óptimas para la determinación de Si, Al, Fe, Ca, Sr, Ba, Mg, Mn, Ti, Na y K después de una disolución ácida del cemento ya han sido probadas. Para un rápido análisis rutinario de estos elementos pueden ser determinados simultáneamente en una solución, la mutua interferencia por el Si y el Al puede suprimirse por la adición de V y la interferencia de ionización a partir de la flama de NO<sub>2</sub>-acetileno por la adición del K.

3151.- Estudios sobre cromatografía de capa fina. XII. Complejos de la 8-Hidroxiquinolina de iones metálicos.

Japan Analyst. 1969, 18(6), 626-632.

Por el uso de una fina capa 0.25 mm de sílica gel-celulosa en polvo - (1:1) los complejos de 8-hidroxiquinolina (I) de Zn, Be, La, Ba o Sn y Cd Be y La (o Sr) en  $\text{CHCl}_3$  han sido separados con una solución compuesta por ácido acético al 2%-metanol-alcohol isopropílico en una relación 6:3:1 y los iones de Zr, Zn y Al o Sn con una solución de ácido propiónico al 20% Una fina capa compuesta por poliamida B-10-solución de almidón en relación (3:1) es recomendable para la separación de los complejos (I) ya mencionados y los complejos de Zn y Cd o Mg con ácido acético de 2% al 3%. Los límites de detección son de 0.025 a 1.0 microgramos. Los sitios se pueden observar en radiación ultravioleta.

K. Saito.

3158.- Determinación directa de metales aditivos en aceites lubricantes por titulación complejométrica. Determinación de Ba, Ca, Pb y Zn.

Analyst. Lond., 1969, 94, 465-472.

Diluir una muestra de aceite que contenga 0.5 milimol de metal o metales por titular en 100 ml de tolueno. A una alícuota de 10 ml adicionar 10 ml de tolueno, 50 ml de alcohol isopropílico y 10 ml de una solución buffer con pH de 10 ( $\text{NH}_4\text{Cl}-\text{NH}_3$  acuoso) o si está presente el Pb, 10 ml de una solución reguladora con pH de 11 (etanolamida-HCl). Adicionar 5 ml de EDTA (0.025M) y titular con  $\text{Mg}^{2+}$  (0.025M) en presencia de negro de erio-cromo para determinar el total de metales titulables.

El zinc se puede titular directamente en presencia de azul de metiltimol

a un pH de 5.5 sin interferencia de otros metales; a no ser que el bario este presente, la solución es calentada hasta que hierva después de la adición de la solución reguladora y se titula en caliente.



68.- Estudio de la absorción atómica de los elementos alcalinotérreos en flama de aire-hidrógeno y aire-acetileno.

K.C. Singhal Technology, Sindri, 1969, 6 (4) 193-197.

El comportamiento del Ca, Sr, y Ba en flamas de aire-hidrógeno con un quemador convencional de aire-acetileno y un quemador modificado de  $N_2O$ -acetileno ya ha sido reportado. La sensibilidad para los tres elementos es mejor que en aire-acetileno, pero los defectos depresivos del P y Al aumentan. La flama aire-hidrógeno se puede usar para la determinación indirecta de P.

R. C. Rooney

72.- Determinación espectrofotométrica, con nitromazo de Sr y Ba en mezcla.

A.P. Kreshkov; Izv.Vyssh.Zaved;Khim.Tekhol; 1969,12(9), 1186-1188

El método está basado en el hecho de que usando como medio el ácido acético al 40% la extinción del complejo de bario es mas grande que el del Sr puesto que en ácido acético al 80 a 90% la reverción es auténtica.

PROCEDIMIENTO: Disolver la muestra (60 a 65 mg de la mezcla de nitratos, cloruros o acetatos) en 500 ml de agua, transferir separadamente 1ml de alícuota de esta solución a dos frascos de 25 ml y colocar 10 ml de ácido acético anhídrido en un frasco y 21 ml del ácido en otro frasco. A los contenidos de cada frasco adicionar 1 ml de una solución de reactivo al 0.1%, diluir cada solución a 25 ml y después de 10 a 15 min. medir la extinción de la primera solución 643 nm y la segunda a 659 nm. Los resultados son satisfactorios para las proporciones de Ba y Sr de 155:1 a 1:128. El Ca, Pb y menos de 2  $\mu$ g. de Mg por ml interfieren.

N. Standen

74.- Estudio de algunos complejos derivados azo del ácido cromotrópico con el bario. II. Determinación espectrofotométrica y volumétrica del Ba y sulfatos con carboxisulfonazo III y sulfonazo III.

V. Armeanu Revue Roum. Chim; 1969, 14 (12), 1511-1517.

Estudios espectrofotométricos han demostrado que, con el uso de los siguientes reactivos y con las condiciones de trabajo, la ley de Beer se cumple para la cantidad de 60  $\mu\text{g}$  de Ba en 25 ml de carboxiazazo III [3,6-bis-(2-carboxifenilazo)-ácido cromotrópico] (685 nm; pH 2.55 etanol al 33%), carboxisulfonazo III- [3-(2-carboxifenilazo)-6-(2-sulfofenilazo) ácido cromotrópico] (645 nm; pH 2.1; etanol al 75%) y sulfonazo III - (640 nm. pH 2.0; etanol al 60%). La concentración del reactivo deberá ser de 0.05 mM en todos los casos;  $\text{Ca}^{2+}$  y  $\text{Mg}^{2+}$  no interfieren pero el  $\text{Sr}^{2+}$  reacciona similarmente al  $\text{Ba}^{2+}$ . La diferencia en el color entre los reactivos y sus complejos de bario tiene habilitado al carboxiazazo III y al carboxisulfonazo III para ser usados como indicadores en las determinaciones volumétricas de  $\text{SO}_4^{2-}$  en medios ácidos. PROCEDIMIENTO: A una solución (5 ml o menos) conteniendo 0.2 a 8.0 mg de  $\text{SO}_4^{2-}$  agregar 40 a 50 ml de etanol o acetona y unas cuantas gotas del indicador acuoso al 1%, y titular con una solución de  $\text{BaCl}_2$ . El punto final queda indicado por un repentino cambio de color que va de rosa-púrpura al azul-verde. Para la titulación del  $\text{Ba}^{2+}$  es recomendable que se agregue un exceso de una solución estandar de ácido sulfúrico. Posteriormente se lleva a cabo una titulación con una solución estándar de cloruro de bario.

G.E. Foster.

872.- Aplicaciones analíticas del reactivo tritio-carbonato de potasio.

K.N.Johri; Mikrochim. Acta, 1970,(I), I-12.

Los procedimientos involucran el uso de este reactivo (I) el tritio-carbonato de potasio para la separación de 20 metales comunes dentro de 5 importantes grupos: 1.- Ni, Co, Zn, As, 2.- Al, Cr, Fe, Ba, Sr, Ca, Mn y Mg; 3.- Cu, Sb, Sn; 4.- Cd y Ag; 5.- Hg, Bi, Cd, Cu, As, Sb, y Se por sus reacciones de color con el reactivo (I) también se toman en cuenta.

G. Chinnick.

2332.- Determinación arsenato-iodométrica del bario en presencia del fierro, aluminio y titanio.

G.B. Shakhtakhtinski; Azerb. Khim. Zh; 1969,(4), 100-103

La interferencia del Fe, Al y Ti en el precipitado del bario en forma de arsenato es prevenida por el enmascaramiento con una solución del ácido cítrico. La solución testigo es tratada en HCl con una solución de ácido cítrico al 10%; entonces se adiciona una solución de  $\text{Na}_3\text{AsO}_4$  y la mezcla se diluye con agua, y el Ba se va precipitando por la adición de una solución concentrada de  $\text{NH}_3$ .

El precipitado es filtrado y después se disuelve en una solución compuesta por: HCl (1:1), benceno y KI en solución que se le adiciona y el iodo liberado es titulado con una solución de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  hasta que la capa de benceno se colorea.

N. Standen.

## I547.- Determinación de los iones de Ca, Sr y Ba en presencia mutua

Laszlo Szekeres. Microchem. J; 1970,15 (1), 66-70.

Para determinar el ion  $\text{Ca}^{2*}$  titular 5 ml de una solución de  $\text{MgSO}_4$  (0.1M) a un pH de 10 con EDTA (0.1M) para la transición del color del negro de Eriocromo, entonces se adiciona la muestra (menos de 20 mg de  $\text{Ca}^{2*}$ ) siguiendo la adición de 0.5 a 1.2 g de  $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ . Se deja aparte por toda una noche, se agrega de 7 a 10 ml de etanol. Bajo estas condiciones, el  $\text{BaSO}_4$  y el  $\text{SrSO}_4$  empiezan a precipitar; el ion  $\text{Ca}^{2*}$  liberado equivalente al  $\text{Mg}^{2*}$  a partir de sus complejos y éstos son titulados con EDTA. Para determinar el ion  $\text{Ba}^{2*}$  en el precipitado (menos de 140 mg), entonces se precipita en forma de  $\text{BaCrO}_4$  en presencia de ácido acético; se determina el  $\text{Sr}^{2*}$  mas el  $\text{Ca}^{2*}$  en el filtrado de nuevo por el desplazamiento del ion  $\text{Mg}^{2*}$  a partir del complejo de EDTA a un pH de 10.

Finalmente se determina la suma de los tres cationes mediante un desplazamiento similar en otra solución alícuota a un pH de 10.

Para la determinación de 1.6 a 12 mg de  $\text{Ca}^{2*}$  el error promedio es de mas o menos 0.15 mg; para de 27.5 a 137 mg de  $\text{Ba}^{2*}$  su error promedio es de mas o menos 0.67 mg.

## ANALYTICAL ABSTRACTS

VOL. 21 1971

75.- Reacciones coloridas del ácido nitromazo [3,6-bis-(4-nitro-2-sulfenilazo) cromotrópico] con bario, estroncio y calcio en ácido carboxílico.

V.V.Kuznetov. Trudy Mosk. Khim. Tekhnol. Inst. 1969,(62),252-255.

La sal del nitromazo de sodio se puede usar para determinar bario, estroncio y calcio por la formación de complejos coloridos en relación de 1:1 en un medio acuoso de ácido fórmico, ácido acético o ácido propiónico.

El error es de menos de 6%. Los metales de los pares siguientes; Sr<sup>2+</sup>-Ba, Sr-Ca y Ba-Ca se pueden determinar individualmente por espectrofotometría en diferentes medios.

C.D.Kopkin.

76.- Titulación espectrofotométrica de los iones bario y estroncio en una mezcla de solventes.

A.P. Kreshkov. Zh. Analit. Khim; 1970,25(I), 49-53.

La reacción mas rápida de tales iones con  $\text{SO}_4^{2-}$  se basa para que se lleve a cabo en medios como la dimetilformamida al 80% y como el acetonitrilo al 65%. La titulación espectrofotométrica (a 640 nm.) del Ba<sup>2+</sup> y el Sr<sup>2+</sup> con una solución de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (50 a 500 M) en acetonitrilo al 65% con el uso del nitromazo como indicador se puede llevar a cabo. Cantidades en microgramos de Ba<sup>2+</sup> y Sr<sup>2+</sup> se pueden determinar uno u otro separadamente o secuencialmente en mezclas que contienen los iones en proporciones que van de 6:1 a 1:3. El error es de menos del 3%. Se notan interferencias insignificantes del Na<sup>+</sup>, Ca<sup>2+</sup>, Mg<sup>2+</sup>, Al<sup>3+</sup>, Pb<sup>2+</sup>.

H. Zacek.

929.- Determinación complejométrica de bario en sales de bario.

Jaroslav Stabryn. *Chemichy Prum*; 1970,20(9),436-438.

Una mezcla de 1 g de timolftaleína acomplejante-tropaeolina OO en una proporción de 2:1 con 100 g de NaCl que es usado como indicador para la titulación del bario en cloruros o carbonatos con EDTA.

Pequeñas cantidades de manganeso se enmascaran con una solución de trietanolamina.

J. Zyka

1724.- Separación del Ca, Sr y Ba en columnas de resinas acomplejantes del tipo de fosfonato de estireno.

P. Sanchez Batanero. *Infocion. Quim. Analit. Pura Apl. Ind*; 1970,24(6), 190-199.

La adsorción del Ca, Sr, y Ba sobre un medio compuesto por el ácido 1,2-diamino-ciclohexano- $\text{NNN}^1$  N'-tetra acético (mM) y una solución de  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  - (10 mM) a diferentes valores de pH sobre una resina de fosfonato de estireno que ha sido bien examinada y se ha encontrado el aumento en el orden siguiente Ca, Ba, y Sr. Si la elución se efectúa a un pH de 7 con un solvente de concentración diez veces mayor, el orden de la elución es el siguiente: Ca, Sr, Ba.

3267.- Separación extractiva de los metales alcalinotérreos de los metales de las tierras raras.

F.P. Gorbenko. Radiokhiya, 1970, 12 (4), 661-664.

Los metales alcalinotérreos se pueden separar totalmente de los metales de las tierras raras por extracción como tiocianatos por el tributil fosfato en presencia del EDTA. Las condiciones óptimas de extracción son las siguientes: un pH de 1, solución de NaSCN (2.4M), solución de EDTA se va adicionando hasta que la enmascaración de los metales de las tierras raras sea completa (para el cambio de color se usa el anaranjado de Xilelol como indicador). Los metales alcalinotérreos son re-extraídos en una solución HCl (1M) y su contenido total se determina complejométricamente. La extracción de los metales alcalinotérreos con tributil fosfato seguida por su separación extractiva con una solución de azo-azoxi BH con una concentración de 0.1 a 0.2% en una solución compuesta por tetracloruro de carbono y tributil fosfato permite que se puedan separar el calcio, estroncio y el bario y se pueden determinar individualmente en compuestos de metales de tierras raras y en otros elementos hidrolizados.

L. D. Hewitt.

407.- Análisis de bario en sulfato de bario y un diagnóstico de alimentos que contienen sulfato de bario usando la espectroscopía de absorción atómica

R.A.Sharp. J. Pharm. Scis; 1971, 60 (3), 458-460.

Mezclar la muestra de sulfato de bario (127 mg), o una cantidad equivalente de alimento, con EDTA (0.05 M) a un pH de 10 aprox. 400 ml calentar por espacio de 30 min a una temp. de 80°C, se deja enfriar a temp. ambiente y se diluye con una sol. de EDTA. aprox. 500 ml. Se somete la sol. a una espectroscopía de absorción atómica con flama de aire-acetileno y se mide la absorción a 709.7 nm. Se toma la media de las 5 lecturas. Se usa como estándar una solución de sulfato de bario en una sol.de EDTA;y no una sol.preparada por cloruro de bario. El coeficiente de variación (de 10 determinaciones) para una muestra de sulfato es de 0.57% y para dos muestras de alimentos (cada 4 determinaciones) es de 1.16% y 1.57%.

A.R. Rgers.

593.- Cromatografía en papel para compuestos inorgánicos. IX revelado selectivo.

Nascutiu T. Chim. Analit; Buc; 1971, I (1), 51-55.

Un trabajo previo ha sido ampliado para la investigación de sistemas de solventes mas extensos. Los valores de sus  $R_f$  para Be, Ti, V, Mn, Co, Fe, Cu, Ga, Se, Mo, Pd, In, Ba, Re, Os, y Bi junto con éstos y con especies que interfieren con cada elemento han sido dados por mezclas de solventes de varios alcoholes o cetonas con HCl, con o sin ácido fluorhídrico.

Mas valores de otros metales son conocidos gráficamente.

G. Chinnick.



I477.- Titulación fotométrica de iones metálicos, basada en la absorción ultravioleta por un complejo de plomo (II). Determinaciones de metales alcalinotérreos en solución alcalina.

Boef. G. Den; Mikrochim. Acta 1971, (2), 366-370.

Los metales alcalinotérreos en solución, ajustada a un pH de menos 12 por una sol. de NaOH se pueden determinar por titulación con EDTA o con el ácido 1,2-bis-(2-amino etoxi) etano-NNN'-N'-tetra acético (EGTA) con el uso del  $Pb^{2+}$  como ion indicador para el punto final fotométrico a 242 nm. El Ca y el Ba en concentración de 0.01 mM pueden ser determinados con un coeficiente de variación del 1%. Un metal alcalinotérreo y Pb puede ser determinado en una titulación usando las dos desviaciones en la curva de titulación. El Ca puede ser titulado con EGTA en presencia de más de treinta veces de exceso de magnesio.

S.M. Marsh.

I17.- Electroforesis de iones de metales alcalinotérreos en papel y alcohol polivinílico. Maslowska, J. Chemia Analit. 1971, 16 (3), 603-609.

La electroforesis de los iones de Mg, Ca, y Ba sobre papel Whatman No.1 y alcohol polivinílico ha sido investigada con el uso de unas mezclas de alcohol etílico y KCl (0.25M),  $NaNO_3$ , KSCN, oxalato de amonio,  $HClO_4$  (0.1M) y KCl (0.25M), en proporciones de (4:1,3:2). La óptima separación, en bandas claramente definidas, ocurre sobre alcohol polivinílico con  $NaNO_3$  a una concentración de 0.25M usado como electrolito, cuando después de 60 min. de electroforesis a 5.56 V por cm se han obtenido las siguientes desviaciones promedio: Mg -2.03, Ca -2.81, Sr -2.46 y Ba -1.31 cm.

P. Brych.

- 59.- Determinación de metales alcalinos y alcalinotérreos usando una celda doble en coulometría. Nuto G. Japan Analyst. 1971, 20 (2), 180-187.

En la celda descrita, el electrolito es dividido en una porción superior y una inferior por una ampolla de mercurio soportada sobre una membrana cambiadora de cationes. El Li, Na, K, Sr, y Ba son depositados electrolíticamente de la solución testigo a la parte superior de la celda con electrodo de mercurio (a  $-2.45$  V) y son disueltos en la parte inferior de la celda a  $0.5$  V a través de la membrana; la disolución común es coulométricamente registrada. Las eficiencias comunes son de 88.6, 93.1, 94.4, 86.6 y 93.2% para el Li, Na, K, Sr, y Ba respectivamente. La solución no debe ser agitada mientras se lleva a cabo la disolución.

K. Saito

- 92.- Uso analítico de la precipitación de oxalatos de los metales alcalinotérreos usando como medio el alcohol isopropílico.

Bork, V.A. Trudy Mosk. Khim. Tekhol. Inst. 1970, (67) 160-163.

Se ha presentado un estudio de la titulación biamperométrica con solución de ácido oxálico, de cationes de estos elementos usando como medio el alcohol isopropílico; usando electrodos indicadores de cobre. Las formas de las curvas de titulación han sido discutidas y esto ya se ha comprobado que las solubilidades de los oxalatos en alcohol isopropílico al 30% aumentan en el orden Sr, Mg, Ba, Ca. La técnica puede usarse para analizar mezclas de Ba, con Sr, o de Ca con Sr o Mg; pero no mezclas de Ba con Ca. El error para cada elemento en una mezcla binaria es aprox. 1%.

L. D. Hewitt.

93.- Determinación electrométrica en la evolución cromatográfica. Determinación de los metales alcalinotérreos durante el desarrollo ascendente sobre papel y su separación de los alcalinos.

Chikui, Shompei. Japan Analyst. 1971, 20 (2), 167-173.

Los metales alcalinotérreos pueden ser separados de los alcalinos con etanol al 80% como revelador. Si se añadió  $K_2SO_4$  o  $K_2CrO_4$  en la mezcla original, el Ca (o Ba y Sr) permanecen estacionariamente y pueden ser separados del Mg o (Ca y Mg). Los electrodos detectores se colocan 3 cm arriba de su sitio original y se aplica un potencial de 4V. Una gráfica de corriente contra tiempo del desarrollo cromatográfico indica el modelo cromatográfico y el pico aparece (arriba de  $160 \mu A$ ) es proporcional a la cantidad de todos los iones. (más de  $50 \mu g$ ).

k. Saito.

3034.- Determinación de Ba en aluminatos de bario.

Zhunosov, T.A; Izv. Akad. Nauk Kazakh. SSR, Ser. Khim; 1971, (4), 64-66.

Disolver 1 g de la muestra en 30 ml de una solución  $HNO_3-HCl$  (1:1) y diluir la solución a 250 ml con agua. Neutralizar 10 ml de la solución con rojo de metilo con  $NH_3$  acuoso al 10% y añadir 2 ó 3 gotas de ácido acético al 10%. 10 ml de una solución reguladora de acetato de pH 4.5 a 5.0; 15 ml de acetona y  $K_2Cr_2O_7$  (0.05N) hasta que el precipitado de  $BaCrO_4$  sea completo y la solución además del precipitado sea amarilla.

Titular el  $K_2Cr_2O_7$  no consumido potenciométricamente con  $(NH_4)_2SO_4 \cdot FeSO_4$  (0.05N).

El máximo error es de aproximadamente de 3.7%.

V. Smith.

4527.- Separación cuantitativa de calcio, bario y fosfato.

Narasanaju, TS.B. Z. analyt. Chem; 1972,258 (5), 365.

El bario se puede precipitar a un pH de 4 a 6 por la adición de una solución de  $K_2CrO_4$  al 10%.

El calcio y el fosfato donde también se determinan mediante una pequeña modificación del método de Washburn y Shear.

(J. Biol. Chem; 1932/33, 99,21).

G. Chinnik.

48.- Precipitación de cromato de bario en presencia de Sr y Pb por la formación de un complejo seguido por la volatilización del amonio.

Firshing, F.H. Werner Paul H. Talanta, 1972, 19 (6), 790-793.

El bario se puede precipitar a partir de una solución homogénea (ajustando a un pH de 10.3 con  $\text{NH}_3$  acuoso) en presencia de una concentración equimolar de plomo o estroncio por la adición de  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  para formar los complejos de los metales con cualquiera de los dos ácidos siguientes; el ácido 1,2 diaminopropano tetra acético(I), o el ácido 1,2 diaminociclohexano- $\text{NNN}^+\text{H}^+$ -tetraacético(II). Sobresalentando la solución el  $\text{NH}_3$  se volatiliza, causando una disminución uniforme de pH y una liberación de Ba a partir de sus complejos. La precipitación es completa teniendo un rendimiento de 99.3% a 99.7% y un pH de 6.7 a 8.8 con una coprecipitación menor del 0.1% del Pb o Sr.

R.G. Anderson.

2104.- Titulación potenciométrica basada en los cambios de la fuerza óhmica de la solución. I. Titulación de los iones de bario con sulfato.

Korsakov, V.G. Zh. Analit. Khim; 1971, 26 (9), 1828-1832.

El método, que no requiere de un electrodo indicador de ion selectivo, está basado en las medidas del cambio en el potencial de un sistema redox.

(ejem.,  $\text{Fe}^{3+}$  -  $\text{Fe}^{2+}$ ) con cambios en la fuerza iónica de la solución.

Se usa un electrodo de platino (polarizado anódicamente en  $\text{H}_2\text{SO}_4$  N) en conjunción con un electrodo de talio. La celda de titulación se mantiene a una temperatura de  $25^\circ\text{C} \pm 0.2^\circ\text{C}$  y la titulación de la solución de  $\text{BaCl}_2$  (1mM a 0.1M) conteniendo  $\text{Fe}^{3+}$  -  $\text{Fe}^{2+}$  (concentración total mM) es muy efectiva con una solución de sulfato de sodio.

La comparación estadística de los resultados con los obtenidos por titulaciones con electrodos de membrana nos dan una desviación media de menos 1.5%. La sensibilidad y la precisión a una concentración menor de 10 mM se puede mejorar significativamente usando una solución no acuosa y la titulación se lleva a cabo a una elevada temperatura.

N. Standen.

2726.- Determinación complejométrica del bario en soluciones de permanganato de bario.

Zadikashvili, L.Z., Truy gruz. Politekh. Inst., 1972, I (149), 32-35.

La solución problema de pH 6.3 (50 ml) se pasa a través de una columna - ( 10 cm x 1.5 cm ) de anionato AV-I7 la columna se lava con 25 a 30 ml de agua.

A 10 ml del filtrado se le adicionan 5 ml de una solución reguladora amoniacal (60 g de  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , 670 ml de  $\text{NH}_3$  acuoso y 1 litro de agua) y una pequeña mezcla de indicador compuesto por negro de eriocromo T-NaCl en una proporción de 1:100; se adiciona en exceso EDTA, y el EDTA no consumido es titulado con una solución de cloruro de magnesio.

El error es de 1.7% para el bario contenido en cantidades de 1 a 41 mg.

V. Smith.

## 3336.- Extracción de metales en forma de complejos de tiocianato. III.

Rozycki, Cezary Chemia Analit., 1972, 17 (5-6), 1209-1217.

El procedimiento descrito en la parte I (Analyt. Abstract., 1970, 19, 2041) que ha sido usado para determinar el rendimiento de la extracción de los complejos del Ni, Sm, Th, Sc, Be, Ba, Nd, Sn, y Er en varios solventes orgánicos ajustando el pH. El tributil fosfato ha sido descubierto para ser el mejor extractante.

El Ba ha sido determinado por titulación con una solución de sulfosalicilato de sodio y otros elementos por la titulación con EDTA. (para la parte II. ver Analyt. Abstr., 1971, 20, 2302).

## B. K.

## 3445.- Titulación potenciométrica del sulfato, Ba y Sr por electrodos selectivos ordinarios de plomo.

Harzdorf, G. Z. Analyt. Chem., 1972, 262 (3), 167-170.

El electrodo Orión ha sido descubierto para ser reaccionar al sulfato.

éste ha sido usado en la titulación del sulfato con una solución de  $\text{Ba}(\text{Cl}_4)_2$  (0.1M a mM) y el Ba o Sr con una sol. de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  0.1M a mM.

Se ha usado como solvente una sol. acuosa de 1,4-dioxano y se ha preferido un rango de pH de 5 a 7. El método se puede aplicar a la determinación del azufre en compuestos orgánicos después de un procedimiento de una combustión común.

## G. Chinnick.

## ANALYTICAL ABSTRACTS.

VOL. 25 1973

I450.- Determinación cuantitativa simple de Ca, Ba, y Sr aplicada a la determinación de cristales de cloruro de potasio y calcio en cloruro de sodio.

Berg, Klaus-Juergen. Wiss. Z. Martin-Luther Univ. Halle-Wittenb., 1973, 22(2), 49-

El Ca, Ba, y Sr pueden ser determinados dentro de un 5% a una concentración mayor de un microgramo por mililitro mediante una titulación con EDTA y fluoresceína acomplexante como indicador midiendo la fluorescencia sobre irradiación ultra violeta.

La validez del método ha sido demostrada mediante el uso de cristales de cloruro de sodio y cloruro de potasio sin adicionar pequeñas cantidades conocidas de sales de calcio. La concentración del Ca en los cristales sin adiciones se ha encontrado que es de 20 p.p.m. y 5 p.p.m. respectivamente.

G. Chinnick.

3716.- Determinación complejométrica del Ba con Cu(II)-EDTA-PAR 4-(2-piridilazo) resorcinol usado como indicador.

Novova, D; Lkhareva, N. Z. Analyt. Chem., 1973, 265(1), 31.

A 100 ml de solución conteniendo 1 a 100 mg de Ba se adicionan 10 ml de  $\text{NH}_3$  6.5M, 5 o 6 gotas del complejo Cu(II)-EDTA 0.01M y 3 a 5 gotas de la sol. acuosa (PAR), entonces se titula con EDTA (0.01 a 0.05M) hasta que se aprecien los cambios de color que van del rojo-violeta a un amarillo. El método se puede aplicar para el análisis de baritas, con la adición de trietanolamina que encubre al Fe y Al y para la determinación del sulfato por la adición de un exceso de Ba se filtra el  $\text{BaSO}_4$  y titulando el Ba residual.

R. Waspe



3694.- Esquema de un análisis de separación para iones metálicos usando una columna de extracción cromatográfica. Agrupando en 19 iones metálicos en seis fracciones.

Akaza, Ikuko; Tajima, Takatohi. Bull. Chem. Soc. Japan, 1973, 46(4), 1199-1204

Separación cuantitativa de 19 especies metálicas ha sido lograda por el paso de la solución problema con una elución sucesivamente a través de seis columnas cromatográficas de fase reversiva, conteniendo cada una un solvente orgánico como adsorbente sobre poli(clorotrifluoroetileno). Los solventes adsorbentes están comprendidos en la siguiente secuencia: Tributilfosfato(I); trioctilamina;(I); acetilacetona; 2-noniltrifluoroacetona(II) en isobutil metil cetona(III); sobre los cuales quedan retenidos respectivamente el Fe, Hg y Sn (en un medio de HCl 2M); Cr y Al (en un medio de acetato de amonio 0.5M y un pH de 5); Ag, Bi, Zn y Cd (en HCl 2M) Sb(en un medio de HCl 6M); Cu, Co, Ni, Pb, Mn, Mg(en un medio de pH 5) y Ca, Sr, y Ba (en un medio de acetato de amonio 0.5M y un pH de 7). Los metales pueden ser removidos de las columnas por elución con una solución conveniente., o juntos con una fase estacionaria por elución con etanol.

C. K. Laird.

## ANALYTICAL ABSTRACTS

VOL 26 1974

747.- Determinación fotométrica a la flama del Ca, Sr, y Ba en sus mezclas de niobatos.

Shemet, V.V. Malygina, L.V. Zh. Analit. Khim., 1972, 27 (12), 2841-2344.

Una muestra finamente pulverizada se funde con NaOH en un crisol de plata a una temperatura de 750°C a 800°C, el fundido ya frío es extraído con HCl con una sol. acuosa de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (solución A) y el Ba es precipitado a partir de una porción de solución A como BaSO<sub>4</sub>.

El precipitado es calentado con EDTA amoniacal y la solución de EDTA es usada para la determinación del bario a 553.5 nm. en una flama compuesta por (aire-acetileno).

El Ca y Sr se determinan en porciones separadas de solución A para la fotometría a la flama, adiciones apropiadas primero se llevan a cabo para medir que la concentración del calcio sea por lo menos 250 microgramos por mililitro en la solución usada para la determinación de estroncio o viceversa. La sensibilidad (microgramos por mililitro) es la siguiente: 0.08, 0.04 o 1.5 para el Ca, Sr o Ba respectivamente.

Los mecanismos de las reacciones involucradas en la flama ya han sido discutidas.

n. Standen.

2012.- Determinación gravimétrica del bario con ácido crocónico. 4,5-dihidroxibenzo-4-eno-1,2,3 triona.

Adamovich, L. P.; Kravchenko Zh. Analit. Khim., 1972, 27 (9), 1726-1730.

Calentar 100 ml de una solución testigo neutra, conteniendo aprox. 0.01M de Ba, a 60°C-80°C, adicionar de 0.5 a 1 ml de HCl M para tener un pH de 2 a 3 entonces se agrega lentamente croconato de sodio 0.02M (pH 2 a 3) hasta que la precipitación es completa, adicionando un exceso de 15 ml. Calentar la mezcla sobre un baño de agua por 30 min., enfriar a temperatura ambiente y después de 1.5 hrs., recibir el precipitado en un crisol efectuando el traslado con agua-etanol (1:1) y después con etanol solamente.

Lavar el precipitado con agua, secarlo a 150°C-180°C y se pesa.

Aquí no interfiere el Ca en cantidades menores del 10% de la cantidad de Ba y la reproductibilidad es mejor que en la obtenida en BaSO<sub>4</sub> precipitado.

N. Standen

2725.- Determinación polarográfica alternante común de Cd, Zn, y Ba en estabilizadores por el poli(vinil cloruro).

Mol'kova, L. K. Kalinin, A. I. Zh. Analit. Khim., 1972, 27(10), 1924-1928

Las muestras (mezclas de estos elementos presentes como por ejemplo, estearatos o laureatos) son preparadas para sus análisis: (I) reduciendo a cenizas en una mufla a 500°C una solución de ceniza en HCl 1 molar en LiCl ajustando el pH a 4.0 mas o menos 0.2 o (II) por el calentamiento con una solución de HCl 2M por 3 minutos; enfriando y ajustando el pH de una porción de la solución a 4.0 con LiOH 2M. La solución obtenida en una u otra instancia se aerea mediante el paso de argón y se registra el polarograma.

El Cd, Zn y el Ba exhiben picos bien marcados a  $-0.65$  V,  $-1.01$  V, y  $-1.90$  V respectivamente con ánodo de mercurio.

Cualquiera de los dos métodos son apropiados, pero el método (II) es más simple; sin embargo el método (I) es recomendado si la muestra problema tiene por ejemplo fosfitos.

H. Standen.

3103.- Determinación del Ba y cromato por precipitación y posteriormente determinación fotométrica a la flama.

Saradi, I., Z. Analyt. Chem. 1973, 266 (5), 364.

Para determinar el bario, a cada una de las series de tubos de centrifuga conteniendo un volumen igual de la solución por examinar se lea adiciona 5 mililitros de una solución compuesta por acetato de amonio en ácido acético (IM) y se van aumentando las cantidades (1 a 3 ml) de una solución de  $(\text{NH}_4)_2\text{CrO}_4$  (0.5M).

Se diluye cada solución a 50 ml, se deja reposar 20 minutos; se centrifuga y se mide la emisión del bario en una solución clara y con todos los resultados obtenidos se hace la gráfica de la curva de titulación.

El cromato puede ser determinado similarmente. El error es de más o menos del 2%.

H. Waspe.

## ANALYTICAL ABSTRACTS

VOL. 27 1974.

77.- Determinación del Bario en agua por espectrometría de absorción atómica después de la separación por la cromatografía de cambio iónico.

Sirta V, Miksovsky M. Colln. Czech. Chem. Commun., 1973, 38 (II), 3418-25.

La muestra (arriba de 1 litro) es titulada con el ácido 1-2 diamino ciclohexano N,N',N'-tetra acético (DCTA) con una concentración de 0.2M para dar un exceso de 0.01M sobre lo que se requiere para reaccionar con los iones divalentes (que han sido determinados por una titulación preliminar) y después de haber ajustado el pH a 5.5, la solución es pasada a través de una columna Dowex 50W-8 a una velocidad de 70 a 80 ml por hora.

La columna se lava con 200 ml de una solución de DCTA 0.01M (pH 7.2), entonces con 200 ml de HCl (1M) y el Ba<sup>2+</sup> es eluido con 50 ml de HNO<sub>3</sub> (4M) con una rapidez de 40 a 50ml por hora.

La solución eluida se evapora hasta sequedad y el residuo se disuelve en 0.5 ml de HNO<sub>3</sub> y se diluye con 5 ml de agua.

Finalmente, el Ba<sup>2+</sup> se determina por espectrometría de absorción atómica en una flama de aire-acetileno. Los varios períodos son considerados con detalle, con particular referencia a la separación del Ba<sup>2+</sup> de Na<sup>+</sup>, Ca<sup>2+</sup> y SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>.

Abajo de 0.01 mg de Ba<sup>2+</sup> por litro se puede determinar.

R. Waspe.

1845.- Extracción de los elementos alcalinotérreos mediante la salicilaldoxima.

Prokopchuk, Yu. Z. Soviet. Radiochem 1973, 15(I), 41-47.

El tributil fosfato ha sido usado como solvente para la salicilaldoxima - (0.5M) dando este un muy alto coeficiente de distribución para la extracción del Ca, Sr, y Ba.

Mediante una separación del Sr del Ba con una solución molar de salicilaldoxima en diamil metilendifosfonato.

Para la extracción la fase acuosa debe contener 5,20 g. de bario y Sr respectivamente por litro mas una solución de  $\text{HNO}_3$  (1M) y  $\text{NH}_3$  (0.5M).

A. B. Knight-Sweeney

2596.- Determinación del Ba en vidrios por termometría directa.

Doering, K. Revta. CHIM., 1974, 25 (I) 63-66

A una muestra finamente pulverizada, conteniendo 150 a 350 mg. de óxido de bario, se dispersa en 10 g. de KOH y 30 ml. de agua, entonces se adicionan - 50 ml. de una solución de HCl, y el volumen se lleva a 250 ml.

La concentración del bario en la solución resultante se determina por una titulación con una solución compuesta por sulfato de sodio y ácido sulfúrico y se usa el colorímetro que se ha descrito e ilustrado.

2495.- Determinación del Ba en electrolitos de fluoruro a partir de la separación de los metales de las tierras raras, por espectrofotometría a la flama.

Desyatkov, V.D. Referat. Zh., Khim., 1962, 1973, (18), Abstr. No. I8GI80.

La determinación del bario se lleva a cabo en la línea más sensitiva a 553.5 nm. Este hecho nos está mostrando que la interferencia de pequeñas cantidades de Ca, que tienen una banda con un máximo a 554 nm., se pueden evitar mediante el uso de estrechas aberturas o encisiones (0.01 a 0.015mm) y por el escudriñamiento del espectro, permitiéndonos así un registro de las líneas cercanas al Ba que se van obteniendo.

La muestra por analizar (0.5g) se disuelve en 15 ml de  $\text{HClO}_4$ , la solución se evapora hasta de 1 a 2 ml y el residuo se diluye hasta 100 ml y se rocía dentro de una flama de acetileno-aire. El análisis se lleva a cabo mediante el método de adiciones y por el método de diluciones limitantes en un aparato que comprende un espectrómetro, adherido un fotoeléctrico y un fotomultiplicador.

La solución estandar se prepara a partir del  $\text{BaCl}_2$  (de 0.1 a 1mg de Ba/ml.) Los resultados obtenidos se ponen de acuerdo con los obtenidos mediante el método gravimétrico. Para los contenidos de bario que son del 4 al 13%, el coeficiente de variación es del 6%.

V. Smith.

## ANALYTICAL ABSTRACTS

VOL. 28 1975

2B11.- Titulaciones con indicación dilatométrica. V. Indicación por la formación del complejo con el ácido etileno diamina tetra acético.

Wiese, G., Z. analyt. Chem., 1974, 270(2), 104-109.

Los cambios en el volumen que ocurren cuando los iones metálicos son titulados con la sal tetrasódica de EDTA presentan discontinuidades en su punto equivalente que permite la obtención del punto final para la titulación por ejemplo del  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$ . El coeficiente de variación para la titulación del Ca de concentración 0.1 a 15 mM es menos de 0.2% en diez determinaciones.

R. G. Anderson.

2B47.- Método simple micro-titulométrico para metales alcalinotérreos.

Fano, V., Analytica Chim. Acta 1974, 81(I), 218-221.

El Mg, Ca, Sr y Ba han sido determinados, con un error de menos del 6% a una concentración abajo de 2 micro Molar, por titulación con EDTA sal disódica en presencia de una pequeña cantidad de Cd y de una solución de ditionona en  $\text{CHCl}_3$ . UN extractivo punto final se obtiene por la determinación espectrofotométrica del ditionato del metal en medio de  $\text{CHCl}_3$ . Los metales alcalinotérreos se han titulado a un pH de 10.5. Una titulación preliminar a pH 9.5 con Cu en lugar de Cd permitiendo determinar el Ca en presencia de otros metales alcalinotérreos.

C. K. Laird.



2B48.- Titulación potenciométrica simultánea automática de soluciones no acuosas de sales de Mg, Ca, Sr y Ba.

Milaev, S. M. Zh. Analit. Khim., 1973,28(II),2157-2161.

Esto queda demostrado que las sales de estos metales actúan como ácidos de diferentes fuerzas cuando se titulan en un medio de butanol-acetona (1:5) por el KOH butanólico; similarmente sus hidróxidos se pueden titular con  $\text{HClO}_4$  butanólico. Se pueden separar mezclas como Mg-Ca (como nitratos, cloruros, Bromuros Ioduros o percloratos) y Mg-Ca-Sr (como bromuros, ioduros o percloratos) y Mg-Ca-Sr-Ba (como percloratos. El coeficiente de variación para 4 ó 5 determinaciones de Mg, Ca, Sr, Ba (2.5, 5.0, 10.0 y 21.6 mg por 25 ml respectivamente, como percloratos) fué del 2% o menos.

3B39.- Estudio espectrofotométrico de las reacciones del arsenazo III con metales alcalino-térreos.

Mikhailova W., and Koleva, N. Talanta, 1974,21(6) 523-532.

Los complejos azules formados (1:1) muestran unos picos en su espectro de absorción a 600 y 650 nm, la diferencia entre la absorción del complejo y el reactivo tiene su máximo a 650 nm; la formación del complejo tiene su máximo a un pH 9. La ley de Beer se obedece en rangos de concentración de microgramos por mililitro, 0.05 a 1.2 para el Ca; 0.1 a 1.9 para el Sr y - 0.15 a 3 para el Ba. Los solventes orgánicos (1,4-dioxano, etanol y acetona) mejoran la sensibilidad y las interferencias del Al, Fe, Ti y Mn quedan reducidas con la presencia de trietanolamina. La interferencia del Ba en la determinación del Ca y del Sr se puede prevenir con la ayuda del sulfato de sodio.

L. A. O'Neill.

4B48.- Nuevas titulaciones ácido-base con hidróxido de sodio en la presencia de dicromato de potasio I. Bario o plomo.

Gallego Andreu, R., An. Quim., 1974, 70(9-10), 699-703.

Si una solución de dicromato de potasio  $K_2Cr_2O_7$  ( que se comporta como un ácido débil) se adiciona a una solución de una sal de  $Ba^{II}$  o  $Pb^{II}$ , una cantidad de dicromato de potasio equivalente al catión se convierte en un ácido fuerte que debe ser titulado con una solución de hidróxido de sodio.

Las titulaciones se llevan a cabo potenciométricamente con electrodos de vidrio o de calomel (o con indicadores).

En la adición de la solución del hidróxido de sodio a la mezcla formada por la sal del metal y el dicromato de potasio, se presentan dos marcadas interrupciones o bajones en la curva de la titulación, la primera a un pH de 3 a 5 correspondiendo a la precipitación de los dicromatos del metal y la segunda a un pH de 8 a 10 que corresponde a la conversión en cromatos.

L. A. O'Neill.

## ANALYTICAL ABSTRACTS.

VOL. 29 1975.

2CI4.- Micro-determinación polarográfica de Cd (II), Zn (II), y Ba (II) en compuestos organometálicos después de una combustión en un frasco de oxígeno. Gawargious, Y.A. Indian J. Chem., 1974, 12(10), III3-III5.

La muestra por ejemplo lactato de Cd, acetilacetato de Zn, tartrato de Ba o una mezcla de compuestos de Cd o de Zn aprox. de 3 a 8 mg se queman en un recipiente adecuado conteniendo 7 ml de una solución de HCl M. El frasco se agita por 5 min. y se deja reposar por 3 min. después de la combustión. Para el Ba, la solución absorbente se evapora hasta sequedad, se adicionan 5 ml de agua, se repite la evaporación, el residuo es titulado con  $\text{CaCl}_2$  0.5M y 0.5 ml de una solución de gelatina; la mezcla es diluida a 25 ml con agua y se procede a hacer un polarograma a -1.7 V.

R. L. Jordan.

4BIO.- Titulación amperométrica de iones metálicos con EDTA y con el uso de un electrodo indicador de óxido.

Kainz Gerald Mikrochim. Acta, 1975, 1(2-3), 171-185.

El uso de un electrodo indicador de óxido revestido de platino en titulaciones con EDTA ha sido ampliado para la determinación de a).- Bi, Fe, Ga, In, Th, Tl o Zr a pH 1.5 a 2; con ánodo de  $\text{MnO}_2$  o  $\text{PtO}_2$ . b).- Cd, Ce, Cu, Hg, La, Ni, Pb, Sc o Y pH 4 a 5 con ánodo de  $\text{PbO}_2$  o  $\text{Tl}_2\text{O}_3$ . c).- Ba, Ca, Cd, Cu, Hg, Ni, Pb, Sr o Zn a pH 9.5 a 10; con ánodo de  $\text{Tl}_2\text{O}_3$  o  $\text{Co}_2\text{O}_3$ .

J. W. Price.

4B53.- Determinación por absorción-atómica de los metales alcalino-térreos bario y estroncio en sus mezclas de niobatos.

Yakovleva, A.F. Zav. Lab., 1975, 41(2), 185-186.

La muestra (50 mg) se funde a  $950^{\circ}\text{C}$  durante 1 hr con 3 g de  $\text{K}_2\text{CO}_3$ , el fundido se diluye a 100 ml con HCl (1:1) más 15 ml de una solución acuosa de  $\text{H}_2\text{O}_2$  al 30%. Para la determinación del Ba, una porción de la solución se rocía directamente a una flama de  $\text{N}_2\text{O}$ -acetileno; para el Sr, la solución se primeramente diluida cinco veces. El coeficiente de variación es 2.5% para el Ba y 2% para el Sr (en 20 análisis).

G. S. Smith.

5B53.- Rápida determinación indirecta de sulfato en agua natural.

Ponomareva, A.A. Trudy noroCherkas.politekh. Inst., 1974, (289), 49-52.

El método descrito involucra la precipitación del sulfato de bario y la formación de un complejo azul entre el bario sin consumir y el nitrochromazo (nitrosulfonazo III).

El color se desarrolla instantáneamente y permanece estable durante varios días. La extinción es inversamente proporcional al sulfato contenido en el rango de 0 a 20 microgramos de la muestra problema usada.

Antes de la determinación, los elementos que interfieren han sido separados por el método de intercambio de catión.

L. D. Hewitt.

IB41.-Influencia del acetato de sodio y del perclorato de sodio en la sensibilidad, precisión y exactitud de algunos métodos sobre la determinación del Ca, Sr y Ba.

Rokosz, Andrzej. *Chemia Analit.* 1975, 20(3), 525-537.

La determinación colorimétrica del Ca, con murexida y metalftaleína y del Sr y Ba con metalftaleína se ha llevado a cabo en presencia de varias concentraciones de acetato y perclorato de sodio. La titulación complejométrica del Ca en presencia de calcón ( C.I. Mordant Black 17) y del Sr y Ba en presencia de metalftaleína se ha llevado a cabo con EDTA 0.01M y con la determinación espectrofotométrica del punto final en presencia de acetato de sodio 0.1M; o perclorato de sodio 0.5M.

El ión sodio especialmente como acetato de sodio, disminuye la absorción en los métodos colorimétricos y la influencia en la forma de las curvas de titulación en las titulaciones complejométricas. La presencia del sodio causa también un incremento en el error sistemático y una disminución en la precisión.

B. K.

IB42.-Estudios sobre los ácidos hidroxámicos. I. Separación y determinación gravimétrica del Ba usando el ácido 3-Nitro-N-(m-tolyl) benzohidroxámico. Verma, P.C. *J. Indian Chem. Soc.* 1975, 52(2), 176-177.

La solución de  $BaCl_2$  (MM; 5ml) se diluye con 400 ml de agua y se mantiene a  $60^\circ C$ . Entonces 10 ml de una solución etanólica 0.1M del reactivo se adiciona gota a gota seguida de una solución acuosa de  $NH_3$  (mM) hasta una com-

pleta precipitación. Se han obtenido buenos resultados, el pH se ajusta de 2.5 a 3.0. Después de una digestión por espacio de 2.5 hr sobre un baño de vapor, la mezcla se filtra en un crisol y el precipitado se lava y se seca a una temperatura de 110°C. El complejo es pesado como  $(C_{14}H_{11}N_2O_4)_2 Ba$ . Se ha encontrado que el Ba se puede separar y precipitar cuantitativamente en presencia de Ag, Mn, Cu, Ni, Cd, Zn, Hg, Pd, y V por la adición de 5 ml. de una solución de KCN al 1% antes de la adición del reactivo. El uso de otros agentes enmascarantes (citrato, oxalato o Mg-EDTA) ya se han mencionado. El ajuste del pH a menos de 3.0 permite la separación del Ba de La, Pr, Nd y Sm.

#### E. Aspray.

2050.-Determinación del bario en aceites lubricantes desacostumbrados por medio de la espectrofotometría atómica de absorción.

Holding, S.T. Analyst, Lond., 1975, 100(1192), 465-470.

La muestra problema del aceite conteniendo 0.3 a 0.7 mg de Ba se adicionan 80 ml de alcohol terbutílico-tolueno(3:2), 10 ml de una solución de  $K^+$  (como naftenato de potasio) en el mismo solvente y 5 ml de  $H_2O$  y se diluye a 100 ml con el solvente. Se determina el Ba en esta solución por espectrofotometría atómica de absorción a 553.5 nm. con el uso de una flama compuesta por los siguientes gases  $N_2O$ -acetileno. Los resultados reportados para 20 muestras conteniendo también más del 2% de Ca, han dado muy buena concordancia con los obtenidos por fluorescencia de rayos-X, y por los métodos químicos por vía húmeda.

#### R. Waspe.

6860.-Uso del ácido 2,3,4-Trihidroxibencensulfónico como indicador complejométrico.

Horak, J. Scripta, 1974, 4(3), Chemia,(I), 9-12.

Se dan aquí los pormenores y detalles para la determinación del  $\text{Ca}^{2*}$ ,  $\text{Sr}^{2*}$ , y  $\text{Ba}^{2*}$ ,  $\text{Bi}^{3*}$  por sus reacciones con el ácido 2,3,4-trihidroxibencensulfónico.

Los primeros tres metales (calcio, estroncio, y bario) dan una solución de color azul oscuro-violeta en medios alcalinos, tornandose a color amarillo cuando se adiciona una solución de EDTA.

El bismuto da una solución de color amarillo en un medio fuértemente ácido, tornandose incoloro con la adición de una solución de EDTA.

Los sulfatos también pueden ser determinados indirectamente mediante la precipitación como sulfato de bario ( $\text{BaSO}_4$ ) con una solución de cloruro de bario ( $\text{BaCl}_2$ ) y mediante la titulación del bario ( $\text{Ba}^{2*}$ ) remanente.

L. M. Cecil.

3B38.-Separación del Ca, Sr y Ba por cromatografía de extracción en fase reversible  
Minczewski, Jerzy *Chemia Analit.*, 1976, (1), 235.

La columna cromatográfica, con tributil fosfato (sobre tarfleno) como fase estacionaria y una solución acuosa de NaSCN o KSCN como eluyentes han sido usados para la separación del Ca, Sr y Ba. La aplicación de la técnica para el aislamiento y determinación complejométrica de 100 p.p.m. de Ca en una solución de SrCl<sub>2</sub> y una solución de BaCl<sub>2</sub> para 10 p.p.m. se han comentado.

La extracción del Ca, Sr y Ba con tributil fosfato a partir de una solución neutra de SCN<sup>-</sup> también se ha estudiado.

B. K.

4B63.-Separación electroforética del Sr y Ba mediante electrofocusión de iones.  
Shvedov, V.P. *Zh. Analit. Khim.*, 1976, 31(2)385-388.

Esta técnica ha sido usada para separar el Ba<sup>2+</sup>, Sr<sup>2+</sup>, Ca<sup>2+</sup>, Mg<sup>2+</sup>, y Mn<sup>2+</sup> en mezclas sobre un papel especial (2043b) con etanediol solución buffer a un pH 2.9 a 3.5 como anolito y una solución buffer de acetato a pH 4.7 a 5.5 conteniendo EDTA 0.05M como catolito. La separación toma de 7 a 14 minutos con una aplicación de potencial de 700 a 900V. El método también ha sido usado para separar el Ba<sup>2+</sup> del Sr<sup>2+</sup> (en proporciones de 10:1 a 1:100) en mezclas en que la concentración de ambos metales es de 5mM.

M. Polasek.



4J23.- Síntesis y propiedades del intercambio iónico del tungstenatoarsenato de estaño(IV).

Qureshi, Mohsin. J. Chromat. 1976,118(2), 175-182.

La preparación y el comportamiento del intercambio iónico de este compuesto ha sido descrito. Separaciones cuantitativas de  $\text{Cu}^{2+}$  del  $\text{Ni}^{2+}$  y de  $\text{Ba}^{2+}$  del  $\text{Mg}^{2+}$  ya se han obtenido, y la capacidad del intercambio iónico también ha sido independiente del pH. El material es también estable en  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ , ácido fórmico, -butanol, dimetil sulfoxido y agua, y es estable a una temperatura arriba de  $500^\circ\text{C}$ .

F. Powell.

5B4I.-Aplicaciones analíticas de la base de Schiff y complejos de cobre. Estimación gravimétrica del Mg, Ca, Sr o Ba.

Rawat, Narendra S. J. Indian Chem. Soc., 1975, 52(12), 1218-1220.

El ácido formilsalicílico ha sido asignado para reaccionar en un medio de etanol con una cantidad hasta 2 Molar de etilendiamina, propano 1,2-diamina ó 2-metilpropano-1,2-diamina para formar la base de Schiff que se convertirá en una sal disódica del correspondiente complejo de cobre por la adición del acetato etanólico de  $\text{Cu}^{\text{II}}$  a una solución de la base en NaOH acuoso.

El complejo precipitado se seca, después se deshidrata por calentamiento al vacío durante 2 hr. y después a  $120^\circ\text{C}$  en un horno durante 2 hr.

Para las determinaciones, a una porción de 50 ml de una solución acuosa mM de una sal de Mg, Ca, Ba o Sr se diluye a 200 ml y se trata con 100 ml de una solución del complejo (mM) de cobre. Al precipitado formado inmediatamente se filtra, se lava con agua y etanol, se seca a  $100^\circ\text{C}$  durante 2 hr. y se pesa.

Cada precipitado contiene cantidades equimolares del complejo de cobre y un metal alcalino-térreo y pequeñas cantidades como 10 mg de un metal que puede ser determinado; el cloro, el bromo y el  $\text{NO}_3^-$  no pueden interferir.

J.P. Arnold.

6B49.-Determinación amperométrica de los metales alcalino-térreos en un bajo rango de concentración.

Srivastava, Hari Prasad J. Indian Chem., Soc., 1976, 53(2), 206-207

Se usan dos electrodos de platino, con un potencial ampliado de 0.9 a IV. La solución se ajusta aun pH con una solución buffer de cloroacetato de 1.5 a 2.0 para el Mg y 2.5 a 3.0 para el Ca, Sr o el Ba después se pasa una corriente de nitrógeno durante 5 minutos, posteriormente la solución se titula con EDTA, con agitación. La corriente residual que ha sido registrada poco después que el EDTA ha sido consumido para formar el complejo del metal hasta un punto equivalente, la corriente aumenta abruptamente. Cantidades de metales en los siguientes rangos aproximados (mg) se han determinado como sigue: Mg de 0.12 a 0.48; Ca de 0.15 a 0.4; Sr de 0.11 a 0.88; Ba de 0.34 a 1.37. El máximo error ha sido más o menos 2.5%; el promedio de error fue del rango menor al 1%.

W. G. Johnson.

## ANALYTICAL ABSTRACTS

VOL. 32 1977.

288.- Uso de electrodos Metal-Oxido como sensores en titulaciones complejométricas.

Hulanicki, Ada; Talanta, 1976, 23(?), 503-508

La titulación potenciométrica de ciertos iones con EDTA mediante el uso de electrodos indicadores que son preparados mediante una deposición anódica de óxido de plomo ( $PbO_2$ ) u óxido de manganeso ( $MnO_2$ ) en una laminita de platino de  $0.7\text{ cm}^2$  que servirá de electrodo se ha estudiado muy cuidadosamente.

El mecanismo de reacción ya ha sido propuesto y se han presentado ciertas anomalías en las curvas de titulación y se han discutido.

Determinaciones de cantidades de más o menos 100 micromol de bario y calcio a pH de 10 o cadmio y cobre a un pH de 9 han sido posibles con errores de menos del 1% si se usa siempre un electrodo de óxido de manganeso. Cantidades similares de Ca, Cu y Zn pueden ser determinadas con la ayuda de un electrodo de  $PbO_2$ , pero el error puede ser más del 8%.

Los electrodos son considerados como poco usados, siendo en un estado termodinámicamente inestable bajo las condiciones de la titulación, aunque el electrodo de  $MnO_2$  se puede ser usado bajo ciertas circunstancias.

A.S. Wilson.

2B56.-Extracción del magnesio y otros metales alcalino-térreos como en sus complejos de cupferronato.

Nadezhda, A.A. Ukr. Khim. Zh., 1976, 42(7), 760-763.

La extracción de cada uno de los complejos en solventes polares y no polares se ha estudiado cuidadosamente. La solución problema o testigo (20 ml), (8mM) en Ca, Sr, Ba o Mg se agita con una solución de cupferrón al 6% (5ml) y 20 ml del solvente orgánico. Después que se separan las fases, se extrae el metal con la ayuda de 20 ml de HCl (0.01M). La óptima extracción ha dado los siguientes resultados (99, 95, 80 y 55% de Mg, Ca, Sr, y Ba respectivamente). Las determinaciones se han llevado a cabo a un pH de 6 a 7 con tributil fosfato; el alcohol isopentílico es menos efectivo.

A. Burwood-Smith.

3B57.-Determinación espectrofotométrica del cloruro de bario en sales obtenidas durante la producción de magnesio.

Serikov, Yu. A. Zav. Lav., 1976, 42(7), 783-784.

La muestra (3 g) se disuelve en agua hasta hacer 100 ml, y el  $BaCrO_4$  es precipitado mediante la mezcla compuesta por una porción de 25 ml de la solución anterior, con 15 ml de una sol. que contiene 200g/l de acetato de amonio, 10ml/l de anhídrido acético y 5.5g/l de  $K_2CrO_4$  y con 10 ml de alcohol isopropílico. La extinción de la solución filtrada es medida a 440 nm. para determinar el  $K_2CrO_4$  residual y el contenido de Ba es encontrado mediante el uso de una calibración gráfica.

G. S. Smith.

4B50.-Sales alcalinas de los ácidos grasos usados como colectores para los iones de metales alcalino-térreos.

Skrylev, L. D., Ukr. Khim. Zh., 1976, 42(9), 910-913.

El uso de una solución acuosa y una etanólica de sales de potasio de ácidos grasos de  $C_8$  a  $C_{16}$  y de  $C_{18}$  usados como colectores del Sr, Mg, Ca y Ba ha sido investigado. Las sales de  $C_{12}$  a  $C_{18}$  se han encontrado que tienen propiedades colectoras, y la eficiencia de la colección esta basada en la actividad que tiene la superficie de la fase dispersante de la solución coloidal de los metales, teniendo esta su máximo para el Mg y Sr en su forma de dodecanoatos y un mínimo para los tetradecanoatos de Ca, Sr, y Ba.

M. R. Maner.

6B39.-Determinación de Bario(II) por precipitación como oxalato de bario a partir de una solución homogénea por el método de difusión.

Rao, Kaza somasekhara. Indian J. Chem., A. 1976, 14(3) 217-218.

A una solución (aprox. 100 ml) conteniendo aprox. 150 mg de Ba es tratada con una sol. conc. de HCl (2 ml) y oxalato de amonio 0.25M (8ml); se pasa a otro recipiente que contiene sol. acuosa de  $NH_3$  (100ml) a un desecador. El desecador se agita suavemente durante 1 o 2 hr, después que se ha formado el oxalato de Ba en la solución testigo se filtra en un crisol (No. 4 de porosidad), se lava con agua, se seca a  $110^{\circ}C$  y se pesa. El procedimiento ha sido usado con buenos resultados para determinar el Ba en el mineral barita; la muestra se fusiona con  $Na_2CO_3$  el fusionado se disuelve con agua, el material insoluble principalmente  $BaCO_3$  es filtrado y se disuelve en HCl diluido y la solución resultante se analiza para determinar el Ba.

R. L. J.

## ANALYTICAL ABSTRACTS

VOL. 33 1977.

3B39.-Separación cromatográfica de capa fina de los metales alcalino-térreos sobre celulosa microcristalina.

Ishida, Koji. *Talanta*, 1977, 24(I), 70-72.

El berilio, Mg, Ca, Sr, y Ba han sido separados en platos revestidos con capas de 0.25 mm de grosor de celulosa microcristalina por el revelamiento de una mezcla compuesta por metanol(14M) y  $\text{HNO}_3$  en una proporción de (3:1), los valores de sus  $R_f$  van decreciendo en el orden como fueron citados los metales. Pequeñas cantidades de 1mmol de cada metal se pueden separar de mas de 550  $\mu\text{mol}$  del metal adyacente el valor del  $R_f$  se desarrolla en menos de 75 min. a una distancia de 10 cm.

Después del desarrollo, el plato se seca y las manchas se pueden localizar rociando con una solución acuosa de clorofosfonazo III a 0.1%; pequeñas cantidades de magnesio se pueden detectar rociando varias veces con una solución acuosa de arsenazo I a una concentración de 0.5% y entonces se exponen los platos en una cámara con vapor de  $\text{NH}_3$ .

C. K. Laird.

3B43.-Precipitación del bromato de bario a partir de una solución homogénea compuesta por agua-solvente orgánica.

Firsching, F.H., SEp. Sci. 1977, 12(1), 65-70.

A una solución de Ba y Sr (1mmol de cada uno) se le agregan el ácido 1,2-diaminopropano tetra acético (0.9mmol) y  $\text{NaBrO}_3$  (10ml), el pH se ajusta a 5.5 y el volumen se lleva hasta 50 ml.

El bario es selectivamente precipitado mediante la adición de 50 o 75 ml de metanol o tetrahidrofurano por difusión o mediante gota a una solución en continua agitación, el 94% de bario se precipita con un menos 0.3% de estroncio.

M. J. Slucutt.

4B36.-Determinación complejométrica del Mg, Ca, Ba y Sr con un electrodo de oro - amalgamado.

Gallego Andreu, R., An. Quim., 1977, 73(3), 415-421.

El examen de unas series de electrodos (con 5, 10, 15, 20 y 25% de amalgama de mercurio) han demostrado que solamente las dos últimas concentraciones son satisfactorias para estas titulaciones. Para determinar Mg, Ca, Ba o Sr la solución testigo se trata con 4ml de una solución buffer amoniacal para dar un pH de 10 y una gota de EDTA-Hg 0.01M por cada 10ml de solución y las mezclas son tituladas potenciométricamente con EDTA, con la ayuda de un electrodo Calomel saturado.

La titulación no se ve afectada por el  $\text{Cl}^-$  o el  $\text{Br}^-$ , pero el  $\text{I}^-$  si interfiere.

L. A. O'Neill.

IB62.-Separación y determinación gravimétrica del bario usando la sulfadimetoxina salicilaldimina.

Jain, Prabuddha; *Microchem. J.*, 1977, 22(I), 92-95.

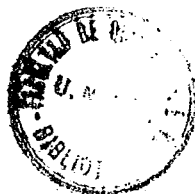
Una solución de este reactivo N-(2,6-dimetoxipirimidin-4-il)-4-salicilideneaminobensensulfonamida se adiciona, en ligero exceso, a la solución testigo que ha sido calentada; y el pH ha sido ajustado a 6. Después de calentar la mezcla durante 30 min. sobre un baño de agua, se empieza a formar un precipitado blanco que se filtra y se lava con agua caliente, y después con etanol-agua, se seca a  $115^{\circ}\text{C}$  a  $120^{\circ}\text{C}$  y se pesa como  $(\text{C}_{19}\text{H}_{17}\text{O}_5\text{N}_4\text{S})_2\text{Ba}$ .

2J102.-Electrodo selectivo del ion-bario basado en un transportador neutral NNH'N'-tetrafenil-3,6,9-trioxundecano-I, II-diamida.

Gueggi, M., *Anal. Chim. Acta.* 1977, 91(2), 107-112.

La síntesis del ligando y la preparación del líquido selectivo de  $\text{Ba}^{2+}$  y una membrana compuesta por poli(vinil cloruro) y I-(2-nitrofenoxi)-octano con el  $\text{Ba}(\text{SCN})_2$  al 1.1% como ligando complejo en una proporción de (I:I) se ha descrito. El electrodo responsable es lineal para la concentración del Ba de 0.1M a 8 micro molar. El electrodo tiene muy buena selectividad en presencia de iones alcalinos y iones alcalino-térreos.

A. S. W.





4B21.-Extracción de iones metálicos a partir de soluciones del ácido tricloro acético en solventes polares.

Kiba, Toshiyasu; Chem. Lett., 1977, (7), 805-808.

Se ha presentado un estudio referente a la extracción y comportamiento de los siguientes iones metálicos: Cr, Cs, Ca, Ba, Co, Mn, Hg, Al, Fe, Tm, Bi y Th a partir de un medio compuesto por el ácido tricloro acético-tricloro acetato de sodio y varios valores de pH que van de 0 a 8 en 19 solventes (principalmente alcoholes, ésteres, cetonas y éteres). La mayoría de los elementos han sido extraídos realmente, por ejemplo a un pH 4 se ha extraído el Cr en alcohol isopentílico teniendo un resultado de aprox. 93%.

H. H.

4B6.-Separación cromatográfica en capa fina de algunos iones inorgánicos en platos impregnados de EDTA. II.

Srivastava, S. P; Fresenius Z. Anal. Chem., 1977, 286(3-4) 255.

Los datos de retención han sido presentados para el Cu, Fe, Ni, Co, Cr, Mn, V y U separados sobre capas de sílica gel impregnadas con EDTA, con etanol al 1% y NaOH en proporción de (2:1) o una solución compuesta por metanol al 1% y NaOH en proporción de (3:2) como solvente revelador y una solución al 1% de  $K_4Fe(CN)_6$  en HCl al 2% como reactivo rociador. Los datos han sido presentados también para la separación del Ca, Sr, Ba, Mg, Li, K y Rb sobre celulosa impregnada con EDTA, y con etanol 1%-NaOH a razón (8:5) como solvente revelador y una solución al 1.5% del ácido violúrico que actúa como reactivo rociador.

J. K. C.

4851.-El 2',3',4'-Trihidroxiacetofenona usado como reactivo espectrofotométrico para la estimación del bario.

Deshgande, N. V., J. Indian Chem. Soc., 1977, 54(4), 410-413.

Este reactivo forma un complejo violeta-verde con el bario a un pH que va de 11.8 a 12.4 ; con medición a 560 nm, si obedece a la ley de Beer para 45 a 130 partes por millón de bario.

La solución testigo y la solución reactivo se mezclan, y entonces el pH se ajusta con agitación de la mezcla; el complejo formado es estable por más de 50 minutos. En las determinaciones de 66 p.p.m. de bario se detectan interferencias de 2 p.p.m. de Ca, Sr o  $Fe^{III}$  y 4 p.p.m. de vanadato, cromato o  $Mn^{II}$  y 25 p.p.m. de Mo, Zr o Th causando un error de un 2%.

El magnesio (20 p.p.m.) causa también la precipitación del bario. Los haluros de los metales alcalinos han causado una disminución en el valor de su (E) y si están presentes en la muestra, tienen que ser considerados para la calibración de la solución por determinar.

B. H.

## ANALYTICAL ABSTRACTS

VOL. 35 1978.

IB46.-Determinación espectrofotométrica del calcio, estroncio y bario con la 5'6'-dibromo-2',3',4'-Trihidroxiacetofenona.

Sane, R. T., Indian J. Chem. Sect. A. 1978, 16(I), 93.

La solución del Ca, Sr o Ba (de 3 a 8 p.p.m.) es tratada con 4ml con un reactivo etanólico(8 mM), y el pH se ajusta de 10.5 a 11 para el Ca o 12 a 13 para el Sr o Ba; la mezcla es diluida a 25 ml con agua, y la absorbancia es medida a 590 nm( a 570 para el Ca). Se usan sensibilidades Sandell( $\text{ng}/\text{cm}^2$ ) es de 7 para el Ca, 17 para el Sr y 26 para el Ba.

El Fe trivalente, V, Cr, y el  $\text{BrO}_3^-$  interfieren seriamente, y el Mg, Al, Cd, Co, Cu y Bi se precipitan bajo las condiciones usadas.

E. H.

5B42.-Micro-separaciones cromatográficas de mezclas binarias de cationes divalentes sobre molibdato de zirconio.

Gomez del Rio, M. F. Analisis, 1978, 6(4), 151-154.

El coeficiente de partición reportado en otra parte(ver el abstracto del procedimiento) que se ha usado para investigar la separación cromatográfica de mezclas binarias de Ca, Sr, Ba, Zn y Cd. Los experimentos se han llevado a cabo con el uso de columnas de molibdato de zirconio en mezcla con polvo de vidrio. Las condiciones óptimas para la separación de aprox. de cantidades 1 mg de los cationes mencionados.

J. M. B.

3B43.-Cromatografía de cationes alcalino-térreos acomplejantes con un ligando neutro ligado químicamente a la sílica gel.

Chmielowiec, J., *Chromatografia*, 1978, II(2), 99-101.

La mono amida del ácido 3,6-dioxacetanedioico con *N*-metilbutilamina se prepara a  $-15^{\circ}\text{C}$  en tetrahidrofurano en presencia de la *N*-metil morfolina e iso butil cloroformato. El Lichrosorb- $\text{NH}_2$  se trata con la mono amida en el mismo medio y la fase unida resultante, se pone en metanol, que después se empaqueta en columnas de vidrio (77 mmx5mm). Los nitratos de Ca, Ba, Sr y Mg han sido separados con la ayuda de una fase móvil de  $\text{NaNO}_3$  1mM (1.17 ml/min) y los correspondientes cloruros con  $\text{NaCl}$  1mM (1.23 ml/min); la selectividad de la absorción disminuye en la secuencia siguiente Ca, Ba, Sr, Mg. Se usa un detector de conductividad.

M. J. Sa.

4J15.-Síntesis y propiedades de intercambio iónico del compuesto molibdo arsenato estánico. Separaciones del bario magnesio o estroncio del ytrio.

Qureshi, Mohsin; Kumar, R., *Sep. Sci. Technol.*, 1978, I3(2), 185-192.

El material del intercambio iónico se ha preparado con las mezclas de las soluciones siguientes:  $\text{SnCl}_2$ ,  $\text{Na}_2\text{MoO}_4$  y  $\text{Na}_3\text{AsO}_4$  (los detalles se dan en el artículo correspondiente). La composición del material ha sido discutida y el coeficiente de distribución para 23 metales iónicos a pH 1, 2, 3 y 5 ya han sido reportados. En las separaciones citadas el Ba, Mg o Sr son eluidos con una solución de  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ ; y para los iones La o Y con una solución  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  al 4% en  $\text{HNO}_3$  (1.5M)

J. C. C.

Lista de los principales métodos para la determinación del bario en la revista "Analytical Abstracts" desde el volumen (18) hasta el volumen (35) correspondientes al período comprendido entre los años de 1970 a 1978.

Método No.	Determinación Analítica
I	Precipitación inducida
2	Espectrográfica
3	Conductimétrica
4	Espectrofotométrica
5	Espectropolarimétrica
6	Espectrofotometría de absorción atómica
7	Complejometría
8	Espectrofotometría de rayos-X
9	Activación de neutrones
10	Intercambio iónico
II	Cinética
12	Gravimétrica
13	Dilución isotópica
14	Radioquímica
15	Radiometría
16	Extracción por solventes
17	Cromatografía de intercambio iónico
18	Cromatografía en columna
19	Cromatografía en papel
20	Con el reactivo Sulfonazo III
21	Ionización a la flama

Método No.	Determinación Analítica
22	Fluorescencia de rayos-X
23	Magnetocromatográfica
24	Electroforasia en papel
25	Espectroscopía de emisión a la flama
26	Espectrometría de rayos gamma
27	Precipitación fotoquímica
28	Potenciométrica
29	Titulación fotométrica
30	Cromatografía en capa fina
31	Fotometría a la flama
32	Radioactivación
33	Volumétrica
34	Colorimétrica
35	Iodométrica
36	Espectroquímica
37	Amperométrica
38	Determinación en el infra rojo
39	Coulométrica
40	Polarográfica
41	Espectrofotometría a la flama
42	Termométrica
43	Con el reactivo 8-hidroxiquinolina
44	con el reactivo Nitromazo
45	Precipitación selectiva
46	Activación de protones

Método No.	Determinación Analítica
47	Con el reactivo tributil fosfato
48	Activación de fotones
49	Micro-cristalografía
50	Espectrometría de emisión atómica
51	Por flotación

La numeración que aparece antes del método, es la que se encontrará posteriormente en las tablas de los índices cruzados, en lugar del nombre del método para facilitar así el uso de las tablas.







# "Analytical Abstracts"

Vol. 19 Año 1970

Método No.	4	5	6	7	9	12	17	18	20	22
	4750	3727	925	433	3955	87	3700	79	2920	38
			1936	1010		3728		86		4754
			3081	1348						
				3158						
				4717						





























# Analytical Abstracts

Vol. 32 1977

Método No.	2	4	6	7	8	9	12	16	17	28	41	48	50
	1B193	3B57	2B59	2B8	1B170	6B164	6B39	5B49	1H29	4J116	1J63	2B11	2B59
	4E39		2B199	<del>4B52</del>	3B33	1B5		6J22	4B15	5J104	6B19	4B192	2B26
	1B47		2B26	3J91	1H29	3H20		2B56	6B15	3J91			
	4C66		6B78	2B56	1J46	3B149		6B39	3J9				
			4B56						6J22				
									4B185				









## BIBLIOGRAFIA

- 1.- Bargalló, M.  
Tratado de Química Inorgánica Fundamental  
Ed. Porrúa, S.A.  
México (1972)
- 2.- Wood H. Jesse  
Química General  
Ed. Harla S.A.  
México (1974)
- 3.- Kleinsberg J.  
Química Inorgánica  
Ed. Reverte, S.A.
- 4.- F.A. Cotton y G. Wilkinson  
Química Inorgánica Avanzada  
Ed. Limusa-Wiley, S.A.  
México (1973)
- 5.- Brauer, G.  
Handbook of Preparative Inorganic Chemistry  
Vol. I  
Ed. Reverte
- 6.- Heslop R.B.  
Química Inorgánica  
Ed. Alhambra, S.A. Madrid.
- 7.- R. Kirk, D. Othmer  
Enciclopedia de Tecnología Química
- 8.- Analytical Abstracts desde el volumen (18) al volumen (35)  
correspondientes al período comprendido desde 1970 a 1978.