



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA



**QUIMICA ANALITICA
DEL NIQUEL**

**LUZ DEL CARMEN VARGAS
VILLANUEVA**

QUIMICO

1 9 8 0

M-42491



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis 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. Carlos Kobeh Hedere.
VOCAL : Profra. Alicia Benitez de Altamirano.
SECRETARIO: Profr. Alberto Obregón Pérez.
1er SUPLENTE: Profr. Jorge Mencarini Peniche.
2º SUPLENTE: Profra. Martha Rodríguez Pérez.

Sitio donde se desarrollo el tema:

Biblioteca de la Facultad de Química.

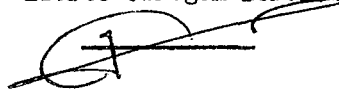
Nombre completo y firma del sustentante:

Luz del Carmen Vargas Villanueva



Nombre completo y firma del asesor del tema:

Ing. Alberto Obregón Pérez.



Con mucho cariño y eterna gratitud
a mis padres:

Sr. Profr. Rafael Vargas B.

Sra. Romana Villanueva A.

Por su incomparable ayuda a mis hermanos :

RAFAEL Y TRINIDAD

LILIA

HILDA ROCIO

GUILLERMO

ROGELIO

PATRICIA

JUAN

BLANCA ALICIA

A mi sobrino RAFAEL

A mi hijito:

José Refugio González Vargas.

Por su impulso, comprensión e inigualable
colaboración a mi esposo:

Q. Esteban González Ramírez.

Con profundo agradecimiento al
Ing. Alberto Obregón Pérez por
su entusiasta y paciente direc
ción para la realización de es
te trabajo.

INTRODUCCION

Contribuyendo al trabajo de recopilación de Métodos Analíticos para cada uno de los elementos de la tabla periódica, desarrollada como una serie de monografías se ha seleccionado al elemento níquel debido a su importancia ----- industrial.

Este trabajo consta de las siguientes partes:

GENERALIDADES

INDICES CRUZADOS: con información tomada del -----
Analytical Abstracts de 1972 a 1976
inclusive.

REFERENCIAS SELECTAS: Extractos seleccionados de ---
acuerdo a su mayor interés.

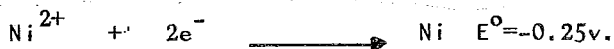
BIBLIOGRAFIA.

FAMILIA DEL HIERRO :hierro, cobalto y níquel.

Estos elementos muestran propiedades químicas más parecidas entre si que los demás elementos por debajo de ellos en la tabla periódica. De acuerdo a esto los tres se tratan como miembros de una familia horizontal conocida con el nombre de tríada de hierro.

El níquel posee un color blanco plata y tiene propiedades típicamente metálicas. Relativamente blando ; dureza 3.8, tenacidad intermedia a la del cobalto y del hierro; menos dúctil y maleable que el último. Su conductividad térmica y eléctrica es elevada. Funde a 145 °C y puede trefilarse , laminarse y pulirse. A temperatura ordinaria y al estado compacto es muy resistente al ataque del aire y del agua. El metal finamente dividido reacciona con el aire y en ciertas condiciones puede llegar a ser pirofórico.

El metal es moderadamente electropositivo.



Se disuelve fácilmente en ácidos minerales diluídos. Al igual que el hierro, no se disuelve en ácido nítrico concentrado porque este reactivo lo pasiva.

El níquel presenta fuerte ferromagnetismo en menor grado que el hierro, pero más intenso que el cobalto. Las sales de níquel por otra parte exhiben

propiedades paramagnéticas.

El hábito cristalino del níquel es una red de empaque cúbico centrado en las caras, con aristas de 3.516 Å y distancias Ni-Ni de 2.492 Å. No existen otras variedades alotrópicas. El llamado níquel hexagonal que se llegó a considerar como un alótropo es en realidad níquel impurificado por hidruros, nitruros, carburos o carbonitruros.

TABLA DE CONSTANTES DEL NIQUEL

Símbolo	Ni
Número atómico	28
Configuración Electrónica	$1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 3d^8 4s^2$
Color	blanco plata con tinte gris
Peso atómico	58.71
Peso específico	8.90
Volumen atómico ($\text{cm}^3/\text{átomo gramo}$)	6.7
Punto de fusión	1452°C
Punto de ebullición	2840°C
Calor específico (cal./g.)	0.107
Calor de fusión (Kcal./kg.)	71.5
Calor de vaporización (Kcal./Kg.)	1487
Dilatación lineal (coef. $\times 10^6$)	13.3 (25°C)
Conductividad térmica ($\text{cal./cm}^2/\text{cm./seg.}$)	0.215 (25°C)
Resistividad eléctrica (microhmios/cm.)	7.8 (20°C)
Electronegatividad (Escala de Pauling)	1.8
Calor de atomización (Kcal/mol a 25°C según el N.B.S.)	101.61
radio metálico (en Å)	<u>1.246</u>
Radio iónico (M^2)	0.78
Estado de oxidación	2+, 1+, -1, 0 3+, 4+

GENERALIDADES

Se tienen noticias de que en la antigua China se fabricaron armas con una aleación llamada packfong, la cual preparaban usando menas que contenían níquel.

El Rey Bactriano (235 A.C.) acuñó monedas con un contenido de 77.58% de cobre y 20.04% de níquel.

Los mineros alemanes obtuvieron un mineral que se parecía al mineral de cobre, pero del cual no pudieron obtener ningún metal y además desprendía olores sulfurados y arsenicales, lo cuál lo atribuyeron a la intrusión de espíritus malignos. Lo anterior hizo pensar que el nombre de níquel proviene, según unos autores de "Old Nick" que era el nombre de un duende; según otros de la palabra alemana ---kuper-níquel, que quiere decir cobre falso.

El níquel metálico fué descubierto por Cronsted en 1751 en un mineral de la mina de cobalto de Haelsingland. En el año de 1847 se inicia el beneficio industrial del níquel.

MINERALES.

El níquel se halla asociado en grandes cantidades en el núcleo terráqueo, también en los meteoritos metálicos. Se encuentra muy distribuido por toda la tierra en unos 35 minerales, asociado a otros metales, generalmente al cobalto y al hierro. Los principales minerales que contienen níquel son: pirrotita níquelífera, en la cual el metal se encuentra presente como el mineral pentlandita ($\text{NiS} \cdot \text{FeS}$); Garnierita un silicato hidratado complejo de níquel y magnesio $(\text{NiMg}) \text{SiO}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ y el arseniuro llamado nicolita (NiAs).

La pentlandita se encuentra en Sudbury Ontario y la garnierita en Nueva Caledonia.

Otros minerales que contienen níquel son : el mineral de cobalto esmaltita $(\text{Ni}, \text{Co}, \text{Fe}) \text{As}_2$; cloanita o mineral de níquel blanco NiAs_2 ; níquel lustroso (NiAsS) ; milerita NiS ; anaberguita o flores de níquel $[\text{Ni}_3(\text{AsO}_4)_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}]$

OBTENCION

El beneficio de los minerales del níquel se lleva a cabo de diversas maneras dependiendo de la naturaleza de los mismos y de las otras sustancias metálicas con las que se encuentra este metal.

La metalurgia del níquel es complicada y existen gran variedad de procesos para obtener el metal.

En los procesos más utilizados se parte de: una tostación en un horno rotatorio; fusión en horno de reverbero; tratamiento en un convertidor Bessemer, con aire y cuarzo para escorificar el fierro en forma de silicatos, al producto obtenido se le llama mata Bessemer, y de esta se puede obtener directamente una aleación de níquel 80%, Cu 20% utilizable en la acuñación de monedas.

REACCIONES QUIMICAS.

EJEMPLOS:





MINERALES CON FIERRO



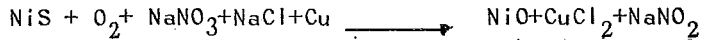
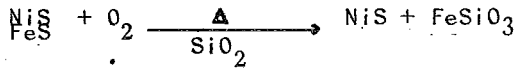
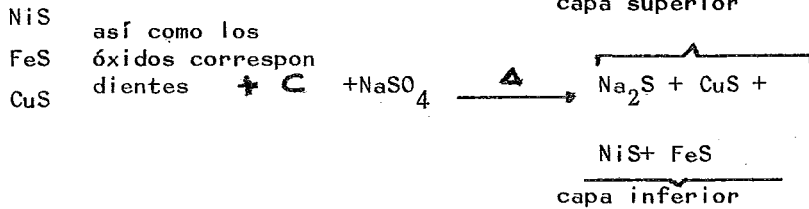
Para obtener níquel de la mata Bessemer se puede seguir cualesquiera de los procesos descritos a continuación --

Proceso Orford.- En este proceso se utiliza el hecho de que el sulfuro de cobre se combina con sulfuros alcalinos, en tanto que el sulfuro de níquel no lo hace.- La masa se funde con una mezcla de sulfato de sodio y carbón, obteniéndose una masa fundida que sedimenta en dos capas principales, la capa superior contiene la mayoría del cobre y la del fondo la mayoría del níquel.- Se separan las dos capas y se repite la fusión al sulfuro, con la capa inferior se obtiene un producto que contiene sulfuros de níquel

y hierro. Estos sulfuros son tostados para remover azufre - y fundidos para dar sulfuro de níquel libre de sulfuro de - hierro y de escoria de silicato ferrosò. El sulfuro de ní- quel se tuesta con la adición de pequeñas cantidades de ni- trato de sodio para asegurar la oxidación completa y de sal común para convertir cualquier traza de cobre en su cloruro. El óxido así obtenido, una vez lavado esta listo para la re- ducción y obtención del metal que se lleva a cabo por lo -- general electrolíticamente.

REACCIONES QUIMICAS

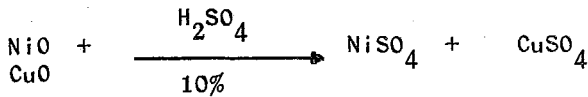
MATA BESSEMER
conteniéndo



PROCESO HYBINETTE.- Este proceso es similar al proceso Oxford, difiriéndo en la manera de separar el cobre, lo cual es hecho por lixivación con ácido sulfúrico al 10% luego de tostar la mata final para eliminar el azufre. Se obtiene un residuo insoluble que contiene cerca de 65% de níquel y de 3. a 8% de Cu. Este residuo se funde y se refina electrolíticamente.

REACCIONES QUIMICAS

MATA BESSEMER



PROCESO MOND.- Originalmente este proceso partía de la mata obtenida en el proceso Orford, en la actualidad se parte de óxido de níquel o de níquel metálico. Es de gran utilidad para la separación de níquel y cobalto que presenta grandes dificultades por otros métodos debido a su similar conducta química.

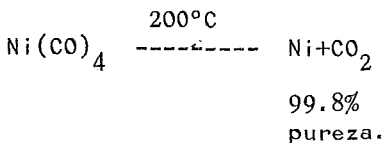
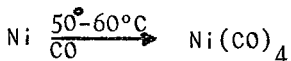
Cuando se parte de óxido de níquel primero es tostado brevemente y luego se reduce a 300- 400 grados centígrados en gas de agua - conteniendo cerca de 52% de hidrógeno.

El níquel así obtenido o níquel como materia prima que se desea refinar es molido finamente y calentado a 50-60 grados centígrados. Se le hace pasar una corriente de monóxido de carbono con lo que se forma el compuesto tetracarbonilo de níquel $Ni(CO)_4$ que por tener un punto de ebullición de 43°C se volatiliza fácilmente. En seguida se hace pasar a una torre de descomposición en donde la mezcla de gases recibida se calienta a 200°C, temperatura a la cual el tetracarbonilo de níquel se descompone en níquel metálico y monóxido de carbono.

El níquel queda mezclado con monóxido de carbono en forma de partículas finas y se separan haciéndose pasar ésta mezcla a través de masas de granalla de níquel. El monóxido de carbono es recirculado y las partículas del níquel se tamizan, y las más finas se vuelven a pasar por filtros de granalla.

El níquel así obtenido tiene una pureza de 99.8%.

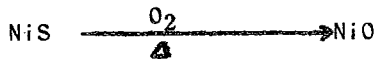
REACCIONES QUIMICAS.



OTROS PROCESOS

El mineral de Nueva Galedonia en el cual el níquel se encuentra - principalmente como silicato se beneficia de la siguiente manera: se funde en un alto horno para formar una mata de sulfuros de níquel y hierro, pero como el mineral no contiene suficiente azufre se le agrega yeso. La mata, es tratada en un convertidor Bessemer para remover el azufre y parte del hierro, para dar una mata rica con el contenido de 75-80% de níquel el cuál es tostado para remover prácticamente el azufre y obtenerse entonces óxido de níquel. El óxido mezclado con un agente reductor es acomodado en cu bas y se somete a reducción en una retorta a $1200^{\circ} \rightarrow 1300^{\circ}\text{C}$ para dar níquel cerca de 99.25% de pureza.

REACCIONES QUIMICAS



REFINAMIENTO ELECTROLITICO

El material tratado fué por muchos años la mata obtenida por el proceso Oxford, con un contenido de 72% de níquel. Más recientemente se ha usado como materia prima el óxido de níquel sinterizado (sinterización : aglomeración de partículas por fusión incipiente para formar una masa porosa) el cual primero se reduce por tostación en un horno de reverbero; el fundido es entonces tratado con níquel-silicio y el níquel impuro (95% de níquel) se coloca como anodo en una cuba electrolítica que contiene una solución de sulfato de amonio y de níquel, o bién de sulfato de níquel y ácido bórico a 20-25°C; como cátodo se usa una lámina de níquel puro (pulida) y sobre ella se deposita el metal de una pureza de 99.0%

En los lodos anódicos se encuentran metales del grupo del platino los cuáles pueden ser aprovechados .

Desde hace algunos años se ha venido usando cada vez en mayor escala un método nuevo de tratamiento, de flotación y separación magnética.

COMPUESTOS DEL NIQUEL

El níquel forma predominantemente compuestos en que se encuentra en estado de oxidación $2+$. Da lugar a sales simples y complejas con igual facilidad.

Las sales del níquel $2+$ y en general los compuestos níquelosos hidratados son de color verde claro y dan soluciones de igual color por causa del ión acuoso $[\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$ - aunque, los compuestos anhidros son amarillentos. Las sales níquelosas son estables en el aire, la mayoría solubles en agua a excepción del sulfuro, carbonato, fosfato y las hidroxisales.

Al estado de oxidación $1+$ parece que se encuentra al níquel formando el nitruro, Ni_3N . No se sabe con certeza si existe el hidruro , a pesar de que el metal finamente dividido absorbe considerables cantidades de hidrógeno.

ESTADO OXIDACION +2

(COMPUESTOS NIQUELOSOS)

CLORURO DE NIQUEL II .-NiCl₂: cristales amarillos. Peso esp. 3.55, sublima a 993°C, Hierve en tubo cerrado a 1001 °C. Paramagnético. Posee cuatro hidratos: un hexa, un tetra, un di y un hepta hidrato, y se presume la existencia de un monohidrato. El cloruro de níquel II actúa como catalizador en la obtención de cloro por el método de Deacon. Obtiénese disolviendo el metal en agua regia y evaporando la solución.

* OXIDO DE NIQUEL II, NiO. Polvo cristalino negro verduzco; p. esp. ;7.45: p. fusión 1990° C aunque entre 400 y 480 °C ya - inicia su descomposición y da el NiO₃. Prácticamente insoluble en el agua. En la naturaleza constituyó el mineral bunse nita. Se prepara calentando hidróxido, carbonato o nitrato - de níquel II.

CARBONATO DE NIQUEL II :-NiCO₃. Cristales rómbicos, verde -- claros. Prácticamente insolubles en agua: coef. de solubili_l dad 0.0093 a 25°C; más soluble en agua carbónica. Se descompone por el calor; dá primero el hidroxicarbonato y luego -- óxido de níquel II; con desprendimiento de anhídrido carbóni_l co.

- (*) NITRATO DE NIQUEL II, $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Cristales monoclinicos, de color verde esmeralda; delicuescentes; peso específico 2.05; punto de fusión 56.7°C ; punto de ebullición 136.7°C . Muy solubles en agua, coeficiente de solubilidad 238.5 a la temperatura de 0°C . Además del hexahidrato estable a la temperatura ordinaria, existen un di y un tetrahidrato. La sal puede obtenerse anhidra a partir de los hidratos, a condición de someter al calor al hidrato junto con ácido nítrico concentrado y pentóxido de nitrógeno. Prepárase el nitrato añadiendo níquel u óxido de níquel II, a ácido nítrico, y cristalizando.
- (*) DIOXIDO DE NIQUEL HIDRATADO, $\text{NiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$. -Óxido de composición no bien definida. Puede aceptarse que sea un óxido de composición NiO_2 . El estado de oxidación del níquel en este compuesto debe asignarse a $2+$ por contener al grupo peroxo $-O-O-$ bivalente; tratado con ácido produce agua oxigenada. Es un sólido negro verdoso.
- (*) HIDROXIDO DE NIQUEL II, $\text{Ni}(\text{OH})_2$, -Cristalino, o de aspecto amorfo; color verde claro; peso específico 4.1; estable en el aire; casi insoluble en agua, fácilmente soluble en ácidos. Soluble también en solución acuosa de amoníaco, debido a la formación de aminas complejas. El obtenido por precipitación esta hidratado con cantidad de agua mayor a la representada por $1\frac{1}{2}$ moléculas. Los oxidantes fuertes lo convierten el hidróxido de níquel III. Se prepara haciendo reaccionar un hidróxido alcalino y el nitrato de níquel II.

* SULFURO DE NIQUEL II.- NiS amorfo o cristales romboédricos de color negro ; peso específico 5.3 a 5.65; punto de fusión 707 °C. Prácticamente insoluble en agua. Se descompone en agua -- caliente. Constituye en la naturaleza los minerales milerita o pirita capilar y beiriquita, aunque inicialmente muy soluble en ácidos , transcurrido algún tiempo estos solo le atacan con gran lentitud debido a que al quedar expuesto al aire sufre oxidación y se forma $Ni(OH)S$. Atacable por el agua re-- gida en caliente. Para su obtención se precipita con sulfuro de amonio, la solución de una sal de níquel II, neutra o débil -- mente acidificada con ácido acético.

.SULFATO DE NIQUEL II, $NiSO_4$. Cristales cúbicos, amarillo ver-- dosos ; peso específico 3.68; se descompone a 840°C , con des-- prendimiento de SO_3 . Insoluble en agua fría aunque se hidrata lentamente. Presenta hidratos , al menos el heptahidratado es estable a la temperatura ordinaria, dos variedades del hexa-- y del monohidrato. El heptahidrato presenta cristales rómbicos de color verde; peso específico 1.94 .En la naturaleza consti-- tuye la morenosita. El hexahidrato constituye sales dobles-- entre ellas tiene especial interés el sulfato de amonio y ní-- quel $(NH_4)_2 Ni(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ en solución amoniacal, por su em -- pleo en el níquelado electrolítico. El heptahidrato se prepa-- ra evaporando la solución de ácido sulfúrico a la que se halla añadido níquel u óxido de níquel o carbonato de níquel.

FOSFATO DE NIQUEL $\text{Ni}(\text{PO}_4)_2$. -Polvo verde claro. Insoluble en agua. Soluble en ácidos y amoniaco. Bajo ignición da amarillo de níquel, pigmento usado en pinturas de agua y de aceite. Probablemente cristaliza.

HALOGENUROS DE NIQUEL

Se conocen los cuatro halogenuros de níquel al estado anhidro, con excepción del fluoruro, que se prepara calentando la sal doble $(\text{NH}_4)_2\text{NiF}_6$, se les prepara por síntesis directa a partir de los elementos. Todos los halogenuros son solubles en agua (el fluoruro solamente un poco). Es posible precipitarlos de sus soluciones acuosas como hexahidratos, con excepción del fluoruro que da $\text{NiF}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$. De estos hidratos pueden obtenerse hidratos inferiores por pérdida de agua al ambiente o por calentamiento.

COMPUESTOS COMPLEJOS DE NIQUEL II

ION HEXACUONIQUEL II .- Las soluciones acuosas de níquel II que no contienen agentes complejantes energéticos, contienen al ión hexacu níquel II, $[\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$ de color verde.

Este ión también se encuentra en cierto número de sales hidratadas de níquel II, como por ejemplo: $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{Ni}(\text{ClO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$; pero no en el $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, que contiene en cambio unidades trans- $\text{NiCl}_2(\text{H}_2\text{O})_4$.

El ión acuo es bastante lábil, como lo son los complejos del níquel II en general.

COMPLEJOS DE NIQUEL II Y CIANURO

Al agregar iones cianuro a soluciones acuosas de níquel II precipita el cianuro hidratado, de color verde. Este hidrato se convierte en el $\text{Ni}(\text{CN})_2$ de color amarillo pardo, por calentamiento a 180 - 200°C.

El precipitado verde que se forma si se redisuelve en exceso de cianuro forma el ión $[\text{Ni}(\text{CN})_4]^{2-}$.

EL TETRACIANO NIQUELATO II DE POTASIO . - $K_2 [Ni(CN)_4]$. An--
hidro presenta cristales amarillo pálidos. El monohidrato --
cristaliza en grandes prismas anaranjados, muy solubles en -
agua.

Los cuatro grupos ciano estan coordinados al átomo de ní -
quel. Tiene gran estabilidad. El monohidrato es preparado ---
haciendo reaccionar la solución de una sal de níquel II con -
otra de cianuro de potasio en exceso.

Si se añade a la disolución de tetraciano níquelato II de
potasio, agua de bromo y lejía sódica, se forma un precipita-
do negro de hidróxido de níquel III. Esta reacción se utiliza
para la separación de níquel y cobalto , los que ya se sabe -
tienen conducta química muy similar. La disolución de hexacia
no cobaltato III de potasio, que se forma de manera análoga,
no separa en estas condiciones hidróxido de cobalto III.

El complejo $[Ni(CN)_4]^{2-}$ puede incorporar un nuevo ión cia-
nuro formandose el ión $[Ni(CN)_5]^{3-}$, de color rojo: este es -
uncomplejo débil que solo puede existir en solución. Los inten
tos para precipitarlos solo conducen a sales derivadas del ---
 $[Ni(CN)_4]^{2-}$.

Estudios de su espectro I.R. indican que es pirámidal cuadran-
gular.

TIOCIANATO DE NIQUEL II.- Se obtiene de la reacción entre sul-
fato de níquel y tiocianato de bario, ambos en fase acuosa .-
Se precipita sulfato de bario y la solución verde producida se

concentra hasta obtener un precipitado de color amarillo pardo (probablemente hidratado).

Con exceso de SCN^- reacciona para formar los iones complejos $[\text{Ni}(\text{SCN})_4]^-$ y $[\text{Ni}(\text{SCN})_6]^{4-}$ que pueden aislarse formando parte de complejos cristalizados..

AMINAS DEL NIQUEL

CLORURO DE HEXAMINNIQUEL II $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6] \text{Cl}_2$.- Cristales -- octaedricos azules. Se prepara por reacción entre amoniaco y exceso de cloruro de níquel II .

YODURO DE HEXAMINNIQUEL II $\text{Ni}(\text{NH}_3)_6 \text{I}_2$.-Cristales del sistema cúbico, azul pálido; peso específico 2.10. Lo descompone el agua ; también el calor. Preparación análoga a la amina -- anterior.

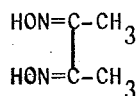
SULFATO DE DIACUOTETRAMINNIQUEL II $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_4(\text{H}_2\text{O})_2] \text{SO}_4$.- Cristales de color violeta azulado.

SALES COMPLEJAS ORGANICAS DEL NIQUEL.

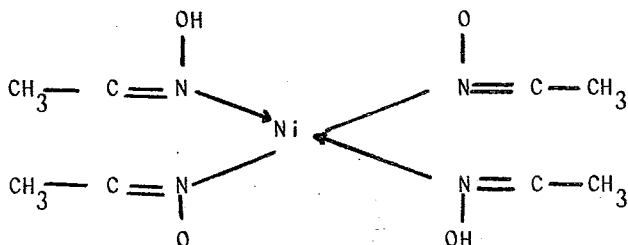
En oposición al cobalto, el níquel puede formar sales complejas internas insolubles en agua. De estas reacciones algunas tienen importancia analítica . Así se puede separar el níquel de cinc y de cobalto, mezclando la disolución de sal de-

níquel con sulfato de diciano diamina. Entonces se separa en disolución alcalina una sal complejo interna del níquel con diciano diamina en forma de un precipitado insoluble cristalino de color amarillo .

Si se mezcla una disolución amoniácál de sal de níquel -- con diacetil dioxima (dimetilglioxima)



se obtiene un precipitado rojo voluminoso de níquel -diacetil dioxima.



Esta reacción es muy sensible , tanto, que con ella se pueden investigar muy pequeños vestigios de níquel.

OTROS COMPUESTOS DE NIQUEL II.

Por reacción directa del níquel con diversos no metales como P, As, Sb, S, Se, Te, C, B, se pueden obtener compuestos binarios del níquel que contienen probablemente níquel II, pero que no todos son estequiométricos.

ESTADOS DE OXIDACION +3

(COMPUESTOS NIQUELICOS)

OXIDO DE NIQUEL III - $4\frac{1}{2}$ agua ; $Ni_2O_3 \cdot 4\frac{1}{2} H_2O$.- Entre los óxidos del níquel solo se ha definido , perfectamente, al óxido de níquel bajo, NiO : los elevados, como tales existen únicamente hidratados, según creen Hütig y Peter. 1930 . El óxido de níquel Ni_2O_3 , con $4\frac{1}{2}$ moléculas de agua es el que se obtiene por precipitación ; de el se prepara el monohidrato $Ni_2O_3 \cdot H_2O$. Los estudios con rayos X parecen descubrir en dicho hidrato una composición mixta de óxidos Ni_2O_3 y NiO_2 y el hidronio H_3O^+ . El óxido considerado como Ni_2O_3 anhidro es un polvo grisáceo; insoluble en el agua; y que pierde oxígeno a $600^{\circ}C$. Su conducta química se parece a la de óxido --

similar de cobalto, $\text{CoO} \cdot \text{OH}$ ó $\text{Co}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$. Para su preparación se calcina suavemente en el aire el nitrato de níquel II.

En forma de hidrato $\text{Ni}_2\text{O}_3 \cdot 4\frac{1}{2}$ se obtiene como un precipitado negro, al oxidar con bromo, la solución de una sal de níquel II en hidróxido alcalino.

HIDROXIDO DE NIQUEL III, $\text{Ni}(\text{OH})_3$.- Se forma por la oxidación de hidróxido de níquel II con cloro, bromo HClO y análogos.



Es un precipitado negro coposo.

COMPLEJOS DE NIQUEL TRIVALENTE

Frecuentemente se ha afirmado que la oxidación de los complejos del níquel II tetracoordinados conducen a complejos de níquel III, pero en numerosos casos, particularmente con aminas u oximas como ligantes, los hechos experimentales no apoyan adecuadamente esas afirmaciones. La óxidación del ---

$[\text{Ni}(\text{diars})_2 \text{Cl}_2]$ por oxígeno en presencia de exceso de ión cloruro da un precipitado de color verdoso amarillento de ---
 $[\text{Ni}(\text{diars})_2 \text{Cl}_2 \text{Cl}]$.

Existen los complejos análogos con bromuro y tioscianato.

COMPLEJOS DE NIQUEL TETRAVALENTE.

No existe un gran número de estos complejos, pero algunos de ellos están caracterizados y demuestran sin lugar a dudas que este estado de oxidación puede estabilizarse mediante una coordinación apropiada. Entre ellos contamos la heteropolisal -- $3\text{BaO} \cdot \text{NiO}_2 \cdot 9 \text{MoO}_3 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$ de color púrpura oscuro y el fluoruro complejo $\text{K}_2 \text{Ni F}_6$ de color rojo.

ESTADOS INFERIORES DE OXIDACION DEL NIQUEL.

Cada uno de los estados -1, 0, +1 está representado; los -- compuestos del níquel 0, son decididamente los más numerosos. En todos los casos, los ligantes son ácidos π fuertes y por lo tanto los números de oxidación formales no deben interpretarse como si tuvieran mucho significado físico.

El estado de oxidación -1 está representado por ión carbonilato $[\text{Ni}(\text{CO})_6]^{2-}$, de estructura desconocida. También existe

un anión carbonilato $[\text{Ni}_4(\text{CO})_9]^{2-}$. En el cual el estado de oxidación es de $-\frac{1}{2}$. Este ejemplo se presenta para enfatizar que una amplia deslocalización de electrones y probablemente un enlace Ni-Ni tienen importancia en estos compuestos, en forma tal que la clasificación en base a estados de oxidación resulta puramente formal.

Al estado de oxidación de cero al níquel se encuentra formando moléculas tetraédricas (exceptuando el caso de las moléculas orgánicas), en las cuales el átomo de níquel está rodeado de cuatro ligandos que son ácidos pi. El tetracarbonilo de níquel es el que mejor ejemplifica esto, y además el que tiene mayor importancia industrial; $\text{Ni}(\text{CO})_4$ es un líquido incoloro, volátil e inflamable; peso específico 1.32 a 17°C ; punto de fusión -25°C ; punto de ebullición 43°C . Soluble en benceno. Diamagnético. Se descompone a 100°C en níquel y monóxido de carbono. Muy venenoso.

Otros ejemplos de níquel al estado de oxidación cero son diversos derivados $\text{NiL}_x(\text{CO})_4 - x$ y algunas moléculas análogas, NiL_4 , en las cuales L es un ligando fuertemente pi ácido como PF_3 , PCl_3 , $\text{P}(\text{OCN})_3$ ó $\text{P}(\text{OR})_3$. También existen los complejos anfónicos tales como el $\text{K}_4[\text{Ni}(\text{CN})_4]$ que tiene el color de cobre, y se obtiene tratando $\text{K}_2[\text{Ni}(\text{CN})_4]$ con exceso de potasio en amoníaco líquido; y el acetiluro $\text{K}_4\text{Ni}(\text{CCH}_4)$ - ambos son extremadamente inestables al aire y frente a los solventes hidroxílicos.

COMPLEJOS DEL NIQUEL AL ESTADO DE OXIDACION +1 . Son muy es---
casos. Se ha reportado la existencia del $K_4[Ni_2(CN)_6]$ un com-
puesto inestable . Los iones $[Ni(S_2 C_2 X_2)_2]^{+1}$, también son for-
malmente complejos del níquel 1 si se considera que los ligandos
son ambos radicales $(S_2 C_2 X_2)^{-1}$.

La reacción entre el ClNO y el $Ni(CO)_4$ en fase gaseosa, --
producen un polvo gris verdoso, de fórmula $NiCl_2(NO)$, que es-
estable hasta $1500^{\circ}C$. Parece ser polimérico y posee dos elec-
trones no apareados por átomo de níquel.

USOS DEL NIQUEL.

Por su resistencia a los agentes químicos ordinarios el níquel puro se emplea como recubrimiento de otros metales. Este recubrimiento se puede hacer mediante depósitos electrolíticos (níquelado) o soldando láminas delgadas de níquel chapeado. Además el níquel admite un hermoso pulimento, por lo que se aplica con fundamentos ornamentales.

La mayor parte del níquel producido se consume para producir aleaciones.

DIFERENTES TIPOS DE ALEACIONES

FERRONIQUEL. Aleación del hierro con más de 25% de níquel (con menos de este porcentaje se consideran aceros al níquel) notable por sus propiedades magnéticas, físicas y anticorrosivas.

El Término comprende a un gran número de aleaciones con porcentaje definido de níquel y que tienen diversos nombres comerciales.

INVAR .- Marcas registradas de una aleación consistente en acero con 36% de Níquel, notable por lo ínfimo de su coeficiente de dilatación. Se le aplica especialmente en el campo de los instrumentos de medida; alambres y cintas para medir distancias en agrimensura y topografía; espirales y péndulos para relojes muy precisos (el invar tiene además la ventaja de no ser magnético).

PLATINITA.- Liga de hierro con 46% de níquel y 0.3% de carbono, cuyo coeficiente de dilatación es igual al del vidrio, -- por cuya razón se emplea en la fabricación de lámparas eléctricas, tubos electrónicos e instrumentos científicos mixtos de metal y vidrio.

PERMALLOY.- Marca registrada de una aleación de níquel 78% y de hierro 22% que en razón de su elevada permeabilidad magnética (50 veces superior a la del hierro) se emplea en la fabricación de cables submarinos, núcleos de bobinas, elementos para aparatos electromagnéticos, etc.

ELINVAR.- Aleación de 45% de hierro, 40% de níquel y 15% de cromo con una ínfima proporción de Tungsteno. Tiene la propiedad de conservar su elasticidad en un rango de 50-100 C. se usa especialmente para la fabricación de espirales de reloj -

NICROMO.- Marca registrada de una aleación que contiene 80% de níquel y 20% de cromo (si bien se reemplaza a veces una parte de este por hierro, con objeto de obtener un metal más barato. Esta aleación se caracteriza por conservar sus propiedades mecánicas a temperaturas elevadas (1100°C), por cuya razón se emplea en la construcción de hornos y en resistencias eléctricas. También se aprovechan sus excelentes propiedades anticorrosivas en construcciones navales y en la de aparatos recipientes, y tuberías para la industrias químicas y alimenticias.

INCONEL .- Metal marca registrada de una aleación compuesta de 80% de níquel, 14% de cromo y de 6% de hierro, notable por su resistencia a la corrosión y a la oxidación, incluso a temperaturas elevadas: con el inconel se hacen bidones para transportar la leche, recipientes para jugos de frutas, tubos de escape, calentadores de agua y elementos para hornos.

CROMEL.- Nombre comercial de una aleación de níquel que contiene 10 a 20% de cromo.

El cromel junto con el alumel, constituye un par termo eléctrico corrientemente usado para medir las temperaturas comprendidas entre 500 y 1100°C.

ALUMEL.- Marca registrada de una aleación de níquel con 2 % de aluminio, 2 % de manganeso y 1% de silicio, particularmente resistente a la corrosión oxidante incluso a temperaturas superiores a 1000°C.

CONTRALD.- Aleación que contiene 58% de níquel, 15 % de cromo, 14 % de fierro, 5 % de wolfranio, 3 % de cobalto, 3 % de molibdeno, 2 % de manganeso. Posee gran resistencia química, siendo estable incluso el agua regia.

CUPRONIQUEL.- Aleación de cobre y níquel.

Todos los cuproníqueles se caracterizan por su alta resistencia mecánica que conservan hasta 500-600°C, y su resistencia a la corrosión, incluso alcalinosódica. Los que contienen de 25-30% de níquel son maleables y se usan en maquinaria naval para estampar monedas y medallas. Las aleaciones con 45 % de níquel son poco conductoras de la electricidad y se usan para hacer reóstatos. Los cuproníqueles complejos contienen un tercer metal que les confiere alguna propiedad particular y así existen cuproníqueles al hierro, al cromo, al silicio, al estaño, al berilio, etc.

NIMONIC .- Metal marca registrada de una aleación refractaria a base de níquel, molibdeno y niobio, a los cuales se agregan pequeñas cantidades de cromo, titanio, cobalto, etc.; los álabes de los turborreactores suelen ser de aleaciones tipo-nimonic.

CONSTATAN.- Aleación de 55% de cobre y 45% de níquel que, dada su poca conductividad se usa para fabricar resistencias eléctricas y elementos termoelectrónicos (pares cobre - constatan y hierro-constatan).

MONEL.- Marca registrada de una aleación de níquel y cobre.

El monel ordinario se compone de 67% de níquel, 28% 30% de cobre y de 1.5 a 3% de hierro. La composición de los minerales de níquel canadiense permite obtenerlo directamente al cabo de las operaciones de conversión de los mismos en metal. No obstante, se logran también calidades especiales de monel agregando azufre o silicio a los componentes ordinarios o sometiendo el metal a tratamientos térmicos. El monel conserva excelentes propiedades mecánicas hasta la temperatura de 600°C, pero es sobre todo notable por su resistencia a los agentes corrosivos (ácidos y bases, aire salino) sus principales aplicaciones: calderas, e instalaciones de vapor sobrecalentado, bombas, condensadores, aletas de turbinas, etc., así como construcciones marítimas y por último, tuberías y recipientes de las industrias alimenticias.

MAILLECHORT .- Aleación de cobre, zinc. y níquel a la cual se le agrega a veces plomo o estaño.

Según su composición varía del blanco plateado al amarillo pálido.

La proporción de cobre suele ser de 55-70%, la del zinc de 15-30%, y la del níquel de 8-30%. Se obtiene así una gran diversidad de metales característicos por su maleabilidad-

La facilidad con que pueden ser labrados, su brillo natural, su resistencia a la corrosión y su resistividad eléctrica. Haciendo variar su composición para mejorar preferentemente alguna de sus cualidades se obtienen maillechorts para orfebrería y platería, material eléctrico, instrumentos de óptica, etc.

Algunos ejemplos de estas aleaciones son : plata alemana, al paca, plata meneses, y pakfong usada en China.

El níquel se agrega también al hierro, en pequeñas proporciones a veces junto con cromo, para obtener acero inoxidable y otros aceros especiales. También mejora la fundición gris. Así mismo, se añade níquel a ciertas aleaciones de cobre para conferir las propiedades anticorrosivas y mejorar su resistencia mecánica.

Los compuestos de níquel encuentran amplia aplicación en la industria química y en la cerámica. Los más importantes son el sulfato de níquel hepta hidratado y óxido de níquel y que son obtenidos como subproductos en grado comercial en el beneficio de los minerales del metal.

Otras sales de importancia industrial son el cloruro, formato, hidróxido, carbonato y nitrato; que se obtienen a partir del sulfato o disolviendo el metal puro directamente.

En la industria de la galvanoplastia se emplean principalmente el sulfato de níquel y amonio. En menor cantidad se emplean el formato, el nitrato, el hidróxido y el carbonato: estos dos para controlar la acidez del electrólito.

Usando cloruro de níquel se ha conseguido una mayor cantidad-

de electrodepósito de níquel.

El niquelado no se usa siempre con finalidades decorativas; es también un buen método para reparar partes dañadas, aumentar el tamaño de partes que por error han quedado más pequeños de lo deseado y además renovar partes gastadas.

También el niquelado se usa como base para el depósito electrolítico de otros metales; tal es el caso del cromado, del que se ha observado que su durabilidad aumenta sustancialmente cuando se aplica una capa base de níquel.

El níquel metálico se usa también como catalizador en gran número de reacciones químicas; siendo las más importantes de ellas la hidrogenación o endurecimiento de grasas y aceites para su uso en la industria jabonera y alimenticia. En menor escala se usa para la manufactura de hidrógeno a partir de gas natural o de gases obtenidos en la refinación del petróleo; en la producción de hidrocarburos saturados ligeros (gasolinas), en la industria carboquímica; en la remoción de monóxido de carbono y sulfuros orgánicos en la atmósfera de las ciudades; en la obtención de ácidos acético a partir de acetileno.

En la industria de la cerámica, el óxido de níquel tiene aplicación como base o como agente curante para procesos de vitrificación de láminas de acero o de fierro. También se le usa para impartir color a algunos recubrimientos impartiendoles una tonalidad grisásea cuando se le usa en combinación en recubrimientos blancos.

En utensilios de cocina se usa el sulfato de níquel, solo o mezclado con el cobalto para impartir un acabado de coloración gris o moteado.

Se usan algunas sales de níquel para la fabricación de pilas alcalinas, en sus tipos Edison o celda níquel hierro y Junger o celda níquel-cadmio.

La siguiente sección esta formada por una colección de INDICES CRUZADOS: Material Analizado- Técnica Analítica - empleada, en estos índices se localizan los extractos que que relativos a la química analítica del níquel se en cuentran publicados en la Revista Analytical Abstracts.

METODOS ANALITICOS

1.- ABSORCION ATOMICA

- a) Espectrofotometría
- b) Espectrometría
- c) Espectrografía
- d) Espectroscopía

2.- ACTIVACION

- a) por fotones
- b) por neutrones
- c) por protones
- d) rayos gama

3.- ADSORCION SELECTIVA

4.- AMPEROMETRIA

5.- CATALISIS

6.- COMBUSTION EN MATRAZ CON OXIGENO

7.- COLORIMETRIA

8.- CONDUCTIMETRIA

9.- COULOMETRIA

10.- CROMATOGRAFIA

- a) En capa fina
- b) En columna

c) De gases

d) En papel

11.- DENSITOMETRIA

12.- DESTILACION EN VACIO

13.- DILUCION ISOTOPICA

14.- ELECTRODIALISIS

15.- ELECTROFORESIS EN PAPEL

16.- ELECTROLISIS

17.- EMISION

a) Espectrografia

b) Espectrometria

c) Espectroscopia

18.- ENZIMATICO

19.- ESPECTROFOTOMETRIA

20.- ESPECTROMETRIA DE MASAS

21.- ESPECTROSCOPIA EN INFRARROJO

22.- EXTRACCION

23.- FLOTACION

24.- FLUORESCENCIA ATOMICA

25.- FOTOMETRIA

26.- GRAVIMETRIA

27.- IDENTIFICACION

- 28.- INTERCAMBIO IONICO
- 29.- OSCILOPOLAROGRAFIA
- 30.- POLAROGRAFIA
- 31.- POTENCIOMETRIA
- 32.- PRECIPITACION
- 33.- QUIMILUMINISCENCIA
- 34.- RADIOMETRIA
- 35.- REFLECTANCIA
- 36.- RESONANCIAMAGNETICA NUCLEAR
- 37.- RAYOS X
 - a) Emisión
 - b) Fluorescencia
- 38.- TERMOMETRIA
- 39.- VOLTAMETRIA
- 40.- VOLUMETRIA
 - a) Formación de complejos
 - b) Intercambio de electrones
- 41.- VARIOS

REFERENCIAS SELECTAS

Vol. 22 1972

- 159 Precipitación homogénea de salicilaldoxima de níquel de una solución; mezcla de solventes orgánicos .-Moh sin Q. and Waqif H. (Chem Labb; Muslim Univ. Aligarh India). Chim Analyt., 53(3), 173-175 (1971) (en francés).

A la muestra en solución acuosa (70 ml.) son adicionados 70ml de acetona, 20ml de etanol, 10ml de solución al 1% de salicilaldoxima y acetato de amonio 4M., el PH es ajustado a 7.5 con hidróxido de sodio. Por evaporación lenta (por 4 h a 60-70 °C) de los solventes orgánicos de esta mezcla, el níquel es selectivamente precipitado como cristales de salicilaldoximato, el cual puede ser rápidamente colectado, secado y pesado como la sal anhidra. En presencia de concentraciones relativamente altas de Mn, Ba, y Ca. No -- Hay coprecipitación. El error (7 determinaciones) para arriba de 10 mg. de Ni, fué de aproximadamente +0.04 en contraste con el método de dimetilglioxima que tuvo +0.16 mg.

W. J. Baker

782 Determinación rápida de fierro, cobalto y níquel en Kovar y -
aleaciones sellantes similares por extracciones por solven- -
tes. Kurz, E., and Kober, G. (Min. of Defence, P.O.B. 7055, -
Tel-Aviv, Israel). Z. analit. chem., 254 (2), 127 -128 -- -
1971) . Después de la extracción de fierro con isobutil metil
cetona de una solución de la aleación en HCl, el Co y Níquel
en la fase acuosa son separados por adición de NH_4SCN y la -
extracción del cobalto con isobutil metil cetona. Cada me--
tal es entonces determinado por titulación por retroceso del
EDTA agregando en exceso, con $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ en solución a un PH
de 5.3-.5.5 con naranja de xilenol como indicador, el fierro
es primero reextraído en agua, el cobalto es titulado en la
fase orgánica y el níquel es determinado en la fase acuosa -
restante. El coeficiente de variación para el fierro, cobal-
to y níquel fué de 0.15, 0.24, y 0.08% respectivamente (5 de
terminaciones). El procedimiento lleva 1 hora.

J. Krkisch.

2088 Cromatografía en capa fina de cationes sobre sílica gel sistemas de acetato de amonio. Wojnowska, Maria and -- Wojnowski, Wiesław (Inst. Inorg. Chem., Polytech., -- Gdansk Poland). Chemia. analit., 16 (3), 677-680, (1971) (en Polaco) .- La separación de cationes esta gobernada principalmente por el valor de PH de el solvente y con un PH constante, el valor del R_f se incrementa generalmente con la concentración de acetato de amonio. Una separación rápida de cationes Ni, Co, Cu, y Zn de Hg, Cd, Pb y Bi son obtenidos con una solución de acetato de amonio al 15% ajustada a PH 8.4 y 8.7 respectivamente. Los solventes usados no son sensibles al fierro presente en la sílica gel.

P. Brych.

2776 Determinación de microcantidades de níquel y cobalto en materiales suspendidos en agua de mar. Yatsimeriskii, K.-B., Emel'yanov E. M., Pavlova, V.K., y Savichenko, Ya S.-Okeanologiya 1970, 10 (6), 1111-1116; Referat. Zn., Khim., 19GD, (11), Abstr. No. 11G203 (1971). (en Ruso) .- La muestra de agua de mar (0.5 -31) es filtrada a través de una membrana (con tamaño de poro 0.7 μ M), la cuál es calcinada y disuelta. El níquel es separado de la solución resultante por la extracción del complejo de dimetilglioxima y es entonces determinado por la catálisis de la reacción de tirón y difenilcarbazona con H₂O₂ con medición espectrofotométrica a 413 nm. El cobalto es primero separado como el complejo 2 nitroso-1-naftol y es determinado por la catálisis de la oxidación de alizarina con peróxido de hidrógeno a PH 12.4. La sensibilidad (en partes 10¹² en el agua de mar) - con un error (%) para Ni 0.8 \pm 20; y cobalto 0.04 \pm 27 a 53.

V. Smith.

3640 Separación por cromatografía en papel e identificación de Cu, Cd, Hg, Zn, Cr, Ni en efluentes de la industria de la galvanoplastia Thielemann, H. Wasser tyrmstrasse 10, Halberstadt, Germany). Mikrochim. Acta, (3), 523-525 1971 (en alemán) Son separados Ni, Cu, Cr, Cd, y Zn son separados por cromatografía en fase ascendente con 1,4-dioxano- $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{O}$ (200:2:5) como solvente detectada -- con alizarina etanólica. Para la separación de Cu, Cd y Hg, los cromatogramas son revelados con butanol saturado con HCL 3-N y las manchas son detectadas con una solución de ditizona en cloroformo.

S.M. Marsh.

3836 Método adicional en espectrofotometría. 11 determinación de iones metálicos de sus colores intrínsecos de sus soluciones acuosas. Bondorf, H., and Mohr, C. (Inst. Analyt. Chem., Univ, Marburg a. d. Lahn Germany) Z. analit. Chem 256 (2), 110-112, (1971) (en alemán) Un método descrito - para la determinación de $\text{Cu}^{2+}, \text{Ni}^{2+}, \text{Fe}^{3+}$ to Cr^{3+} en solución de una composición desconocida. El coeficiente de absorción para cada especie iónica es determinada por la adición de una cantidad conocida del elemento. El hierro trivalente es primero reducido a Fe^{11} y la extinción debida al Fe^{11} medida a 920nm. Para el cromo se debe oxidar a CrO_4^{2-} y entonces ser reducido otra vez bajo condiciones estandar, la extinción de la solución es medida a 590nm. La determinación de Cu, Ni o Co es lineal y la presencia de cantidades razonables de HCL, HNO_3 , H_3PO_4 y cationes - metálicos incoloros no afecta. Esto es posible para la determinación de 2 ó 3 elementos en la presencia de otro de manera similar.

J. Korkisch.

71 Determinación complejométrica de cobre y níquel en aleaciones de cobre - níquel. Bhaduri, B.P., and Jayaprakash, K.C. (Central Mening Res. Sta., Danbad, India).- Metallurgia Metal Form, 38 (10), 290-291 (1971). Determinación de cobre.- La muestra (0.1g) es disuelta en HNO_3 (1:) 10ml y la solución es evaporada a un jarabe, se diluye con agua y se filtra. Al filtrado se adiciona entonces NH_3 (1:) (aq.) 2M hasta que la solución queda justamente turbia, se agrega HNO_3 2M para clarificarlo, y a agua a 100 ml. Una alícuota (5-12mg) de cobre (pH 2.5 a 5.5) se afora a 50 ml, se adiciona gota a gota 20ml del reactivo precipitante, que se prepara (piridina 6 ml, ácido benzoico 3 g, en 14 ml de agua y se diluye 10 veces.

El precipitado de benzoato de cobre es recogido y disuelto en caliente, se adicionan HCl 0.5M (5 ml), NH_4Cl -2M (5 ml.) y NH_3 (aq.) para dar color azul, la murexida es adicionada para dar un color amarillo y la solución resultante es titulada con EDTA 0.01M a color violeta.

Determinación de níquel.- Al filtrado después de separarlo del precipitado de benzoato de cobre se le adicionan 10ml de NH_4Cl -2M., murexida y NH_3 (aq.) si es necesario para dar un color amarillo, la solución es entonces titulada con EDTA 0.01M a color violeta con adición de 10ml de NH_3 aq. cerca del punto final. ESTo no es posible para la determinación de níquel en presencia de Fe,

Mn y Zn. En presencia de Fe y Cu es determinado como se indica arriba, después de enmascarar el Fe con NH_4F .

C.A. PALLISTER.

296 Fotometría de níquel (II) y cobre (II) con aldehído picólinico tiousemicarbazona. Cano Pavon, J.M. ; Vazquez Ailer, J., Pérez Bendito D., and Pino Pérez, 1 Infcción Quim. Analit.pura Apl.- Ind., 25(5), 149-158 (1971). (en español).- Condiciones óptimas para la determinación de Ni^{II} y Cu^{II} con estos reactivos han sido establecidos.

La extinción es constante desde PH 7- 11 para el complejo de cobre, la ley de Beer obedece para cantidades mayores de 5 ppm de níquel o 7 ppm de cobre. Si la extinción es medida a 415 nm la interferencia del reactivo se reduce, pero la sensibilidad es mejor con la medición en la región 360-400 nm. Muchos cationes y algunos aniones interfieren, con mezcla de Ni y Cu, el Cu a PH 9.6 el contenido de níquel ha sido encontrado por diferencia.

El complejo de Cu^{II} ha sido aislado como la sal sólida de perclorato.

L. A. O'NEILL.

1282 Determinación espectrofotométrica simultánea de níquel y cobalto en algunas aleaciones. Jayawant, D.V., and Murthy, T.K. S. (Chem Engng Div., Bhabha Atomic Res. Centre, Bombay, India Indian J. Technol., 9 (10), 396-400 (1971).

El método está basado en la medición de la extinción de Cu^{II} , Ni^{II} y

y Co^{11} a 820nm, 395, y 515nm. respectivamente en un medio de ácido sulfúrico 0.5M. El contenido de los tres metales es calculado por medio de tres ecuaciones simultáneas incorporando el valor de la extinción específica a la respectiva longitud de onda. La interferencia es únicamente de Cl^- y (en determinaciones de Ni) por Fe^{111} , la especie examinada de Fe^{111} en concentraciones menores de 5% de la de níquel es enmascarada por H_3PO_4 , pero a altas concentraciones de hierro debe ser extraído con eter isopropílico del medio de HCl 8M antes de evaporar la solución acuosa, con HNO_3 y H_2SO_4 para remover los Cl^- . El procedimiento es descrito para aleaciones cuproníquel, aluminio bronce. El error es menor al 1%

C.J. HARRINGTON.

1471 Nuevo método sensitivo para la extracción y determinación espectrofotométrica de níquel. Barrat, R.S., Belcher R.; Stephen, W.I., and Uden, W.I., and Uden, P.C. (Dep. Chem.; Univ. of Birmingham, England). Analitica Chim. Acta, 58(1) 107-114 (1972).- El níquel bivalente es cuantitativa y rápidamente complejoado y extraído de una solución acuosa de PH regulado a 4.6 por una solución de 1,1,1 trifluoruro-4- mercaptopent-3 en-2 ona en hexano - medidas de la extinción a 251 nm del complejo de níquel en hexano dan máxima seguridad y exactitud, y la gráfica de calibración es lineal de 0-4 ppm de Ni; el límite de detección es aproximadamente de 0.01 ppm. Hay seria interferencia por Hg (1), Hg (11), - Co(11) y Cu(11), pero aquella debida a cobre (11) puede ser evitada por un tratamiento previo con H_2S . Una muestra de acero con teniéndo 2.89% de Ni fué analizada por este método y dio un valor medio de 2.83+0.15% de Ni.

W.C.D.

2494 Separación y determinación de paladio y níquel por el uso de tritocarbonato de potasio. Jori, K.N., and Mital, I.P. (Dept. Chem., Univ. Of. Delhi, - Indian J. Chem., 9(11), 1305-1306 (1971).- Una solución (50ml.) conteniendo Pd II y níquel, a PH - 0.5 a 1.0, se calienta a cerca del punto de ebullición, y se agrega gota a gota solución 0.1 M de K_2CS_3 en agua hasta que la precipitación de Pd II como sulfuro es completa. El precipitado es digerido, se filtra y se lava con agua caliente, bisulfuro de carbono, etanol, éter etílico. Se seca en vacío y se pasa. El filtrado es neutralizado al rojo de metilo con amoníaco acuoso y se agregan de 5 a 10 ml. de solución reguladora PH 10 y de 2 a 3 ml. de solución acuosa al 1% de $K_2C S_3$ (como indicador); la solución se titula con EDTA 0.1 M hasta que el calor cambia verde amarilloso, para la determinación de Ni.

T. G. ALLISTON.

4209 Determinación por absorción atómica de Zn, Cu, Ni, y cobalto en compuestos fosforados (usados como fertilizantes). Fratkin, Z.G., Sokolov, A.A., and Bogdanova, N.N. Trudy Leningr. Nauchnoissled. Proekt. Inst. Osnov. Kim Prom., (4), 283-290 (1971). - Referat. Zn. Khim I9GD, (5) Abstr. No. 5 G202 (1972) (en ruso).- La solución de por ejemplo superfosfato doble es rociada en una flama de propano--aire-butano para medir su absorción atómica. Se previene la interferencia por SO_4 en la determinación de Ni o Co, por la adición de calcio a la solución testigo. los rangos de concentración determinables son.- Cu 0.01 a 1 %; Zn 0.01 a 1 %; Ni o Co 0.02 a 1 %; para concentraciones más altas de Zn se hace una dilución para tener 1 a 5 ug de Zn por ml. a las diluciones usadas, el ión fosfato no interfiere.

V. Smith.

2694 Determinación complejométrica de catalizadores de aluminio níquel -cobre. Abdirakhimova, M.K. , andschamsiev, S.M. -- Dokl. Akad. Nauk uzber. SSR, (4), 36-37 (1972); Referat. Zh. Khim., 19 GD, 16, Abstr. No. 16G174, (1972) (en ruso) .- La muestra (0.5 a 1 g) es disuelta en 30-35ml de HNO_3 --- (1:1). La solución es evaporada a 10-15 ml y se agrega de 10 a 15 ml de agua para nuevamente evaporar; se afora a -- 250 ml (solución A). Para la determinación de aluminio a 5 -10 ml de la solución A se agregan más de 10ml de solución de EDTA, la solución se neutraliza y se regula con solución reguladora de acetato PH 6. Se hierve 2-3 min., se agrega como indicador naranja de xilenol y se titula el exeso de Edta con solución de nitrato ce zinc, en seguida se agregan 20 ml de solución saturada de yoduro de sodio para descomponer al complejo aluminio-EDTA; la solución se hierve 2-3 min. y se agrega más indicador y el EDTA se titula con solución de nitrato de zinc.

A la solución A se agrega 5 ml de trietanolamina, se hierve y se enfría; se agrega murexida y se neutraliza con amoníaco acuoso (exceso el cual disuelve el precipitado que se forma) el total de Cu Y Ni es titulado con una solución de EDTA. Para la determinación de níquel exclusivamente a 10ml de la solución A se agregan 5 ml de solución reguladora amoniacal de PH 10, 0.05 de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ y murexida como indicador.

El níquel se titula con solución de EDTA. La cantidad de Cu es encontrada por diferencia

V. Smith.

2903 Separación e identificación de ditizonatos metálicos por cromatografía en capa fina y sus aplicaciones en análisis toxicológicos. Tewari, S.N., and Bhatl, N.- (Toxic Sect. Chem Examiner's Lab, Agra, India. Chromatographia, 5 (10), 624-626 (1972).- Residuos de plomo Cu, Hg, Cd, Zn, Mn, Ni, y Co en tejidos biológicos, - pueden ser detectados por cromatografía en capa fina de sus ditizonatos, sobre placas recubiertas de sílica gel G. Los valores del Rf de los derivados en tetracloruro de C-cloroformo- (5:2), tolueno, xileno y benceno se reportan.

G.B. Cox.

3511 Determinación de níquel en compuestos organoníquelicos por reducción del metal. Petukhov, G.G.; Guseva, T.V., and Boresova, L.N. (N.I. Lobachevskii Sci-Res. Inst. Chem Gor'Kei, USSR). Zh. Analit. Khim, 27(8), 1632-1634 -- (1972). (en ruso).- El método para determinar el níquel en tales compuestos, también conteniendo carbono H, O, y considerables cantidades de P, Ge, Cl, y Br está basado en la reducción del compuesto por el metal sodio y 2-etoxtanol en 1,4 dioxano, el precipitado de níquel es separado por filtración y disuelto en HCl concentrado caliente y agua oxigenada. El procedimiento se completa con la titulación complejométrica o espectrofotométrica. El error absoluto en la determinación de aproximadamente 9-39% de níquel fué menor de 0.3%. La determinación lleva aproximadamente 50 minutos.

M. POLASEK.

Vol. 25 1973.

206 Extracción por solventes y determinación espectrofotométrica del níquel II con tiotenoiltrifluoro-acetona (1,1,1,- trifluoro-4-mercapto-4 - (2-tienil) - but-3-en-2ona). Mulye, R.R., and Khopkar, S.M. (Dept. Chem., Indian Inst. of Technol. Bombay, Indian). Sepns. Sci., 7(5), 605-610 -- (1972).- Níquel (5-40 ug) es extraído cuantitativamente-

de 10 ml. de una solución a, PH 6.0-6.5 por este reactivo (mM) en cloroformo (10ml), en seguida se agita por 10 minutos; el complejo puede ser determinado espectrofotométricamente a - - 480 nm y da una gráfica de calibración rectilínea. El complejo es estable por 96h.

Metales alcalinos y alcalino terreos, Th 111, Be y aniones comunes son tolerados en exceso de 200 veces, pero W VI y V (V) en exeso de 10 veces son tolerados y Mn 11, Th y $S_2O_3^{2-}$ (75 veces) interfieren.

A Townshend

- 1579 Microdeterminación por titulación de Níquel y Cobaltoseparadamente y en la presencia uno de otro. Saxena, S. and Pandey, - J.D. (Chem. Lab., Univ. Allahabad, India) Z. analit. chem, (2 63)(3), (208), (1973).- Determinación de Ni o Co solo. A la solución de la muestra, conteniendo 60 a 4000 mg. de níquel o - Co, a PH 4.3(para Ni) 8 PH 4.9 (para Co), se adicionan 2 o 3-gotas de naranja de xilenol al 0.1% y se titula con ácido hipúrico 3.4 m N, a un color que cambia de rosa a amarillo (Ni) o de púrpura a amarilla (Co). La determinación de Ni y Co en mezcla se hace : aproximadamente 20ml. de la solución muestra PH 4.6, conteniendo de 80 a 400mg. de Ni y de 60 a 235 mg de Co, se adicionan de 3 a 5 gotas de cromo azulol al 0.05% (C. - l. mordant blue-29). El níquel se titula con una solución de ácido hipúrico con un cambio de color naranja a rojo; luego - se adicionan de 2 a 3 gotas de solución de naranja de xilenol y se titula el cobalto con ácido hipúrico; virando el indicador de amarillo a rojo fuerte.
- El error es de menos del 2%; se enlistan especies interferentes.

R. WASPE.

- 3804 Determinación de níquel metálico en catalizadores, en presencia de óxido de níquel. Bahr, Hallina; and Pauer-Krystyna (Zakl. Anal. im. M. Struszyńskiego, Inst. Chem.-Przem, Warsaw, Poland). Przem. Chem., 52(3), 228(1973). (en polaco) .- Esta determinación (en catalizadores usados en hidrogenación de grasas) esta basada en la reducción de Fe^{3+} a Fe^{2+} con hidrógeno nascente formado por la reacción de ácido con el níquel metálico. El catalizador (100 a 200 mg) fué disuelto en 25 ml de una solución de cloruro férrico en HCL (1:4) con continuo calentamiento en un baño de vapor y la introducción de CO_2 seguida por la titulación de hierro 2^{+} con sulfato cérico 0.1N, usando ferroína como indicador. El promedio de error fué 1.63% y el tiempo de análisis fué menor de 20 min. Otros tres metales semejantes, como Cu interfieren.

CHEM. ABSTR.

- 4195 Estudio espectrográfico de trazas de elementos en aguas minerales. I. Análisis directo de residuos secos. Pepin, D, Gardes, A., Petit, J, Berger, J, and Gaillard, G, (Inst. Hydrol. et I.N.S.E.R.M., Clermont Ferrant, France). Análisis, 2(5), 337-342 (1973). (en frances).- plata, Be, Cu, Ge, Mn, Mo, Ni, Pb y Ti fueron detectados por espectrografía de emisión, después de evaporación de la muestra en un crisol de platino sobre un baño de arena o vacío a 100°C. Las condiciones óptimas del procedimiento para la determinación de Mn fueron establecidas. El residuo fué mezclado con grafito y se hicieron medidas de las líneas Mn 2801.08 y Ge 2754.59 Å (Germanio como estándar interno. Para 50 a 5000 Ug. de Mn por litro el error fué de 6%.

Vol. 26 1974

- 148 Determinación complejométrica de níquel en aleaciones de níquel-platino. Rubel, S. and Golinowaski, J. (Inst. - of fundamental Chem. Problems, Univ., Warsaw, Poland) - Chemia analit. 18(2), 443-446 (1973). (en polaco) .- Di solver la aleación muestra (0.5 a 0.8 g) en 10 a 15 ml - de agua regia con calentamiento, evaporar la solución, - adicionar 5 ml de Hcl concentrado, evaporar a sequedad, - se repite este procedimiento dos veces, diluya el reci- duo a 100 ml con agua. Diluya una alicuota de la solu- ción que contenga de 10 a 14 mg. de níquel con agua. Adi- cione una solución reguladora amoniacal PH 10.4 (20ml), caliente la solución a 80° C, adicione 0.3% de murexida en NaCl (30 mg) y titule la solución con EDTA a color - violeta. Para una muestra que contiene 8.39% de Níquel - el error fué 0.01% (en 11 determinaciones).

B.K.

639 Espectrometría de energía de rayos X. Porter, D., E. and -- Waldeseth, R., (Kevex Corp. 898 Maheler Rd., Burlingame, -- Calif., U.S.A.) *Analyt Chem.*, 45 (7), 604 A 606A. 608A, 612 A., 614, (1973).- Un reporte es presentado sobre los principios de instrumentación y aplicaciones en análisis de espectrometría de energía de rayos X con el uso de un detector Si (Li) enfriado y un analizador multicanal. Aplicaciones para detección de Ag en películas fotográficas, Cl en hule, trazas de estaño en arsenico de galio. El uso de una muestra delgada permite análisis cuantitativo de: Cr., Mn, Ni, Nb., Mo en - aceros inoxidables.

W.C.D.

1541 Flotación de los cationes Co y Ni de solución acuosa Waksmundzki, A., and Jurkiewics, K., (Dept. Phys. Chem; and Curie-Sk lodowska Univ. Lublin Poland) *Roczn. Chem.* 47 (7-8), 1449-1456 (1973).- Varios aniones tensoactivos fueron investigados para la extracción de espuma de Ni^{2+} o Co^{2+} (0.1mM) de solución - acuosa. El efecto de Na_2SO_4 , $NaNO_3$ y NH_4NO_3 en la extracción - eficiente fueron estudiados. En general el incremento de la - concentración del ión ocasiona disminución en la eficiencia - debido a que la solución pierde capacidad para formar espuma.

T.G. ALLISTON.

2081 Aplicación del método de abrasión para identificaciones de aleaciones de alto acero. Ohls. K., Brauner, J. and Friendhoff, P. (-Hoesch Huettnerwerke) A.- G., Dortmund, W. Germany Z analit chem., 265 (5), 342-346 (1963 (en alemán)). Una muestra limpia del acero es lijada a mano por aproximadamente 3 min. con un disco de corundo químicamente limpio (34 mm de diam) hasta que la capa del metal (0.5 a 1 mg.) se deposita sobre el disco. El disco espesado y se somete a espectrofotometría de fluorescencia de raayos X. por referencia a gráficas calibradas el contenido de Si, Cr, Ni, V, W, Mo, Ti, y Nb. pueden ser determinados. El análisis para 5 elementos toma 10 min. Los resultados son más favorables que los obtenidos por vía húmeda. Se sugieren aplicaciones para control de calidad.

CJ. HARRINGTON.

2101 Determinación simultanea de halógenos y metales en sustancias orgánicas. Volodina, M.A., and Khamed, M. D. (M.V. Lomonosov State Univ., USSR) Zh analit. Khim., 27 (9), 1828-1833 (en ruso) mezcla de 5 a 8 g. de muestra en un tubo de ensayo de silica con 4 a 6 veces su peso de $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ y caliente este tubo de combustión a 800°C a 900°C 10- 15 min. en un baño de amoniaco (4 ml por min.). Disolver el sublimado de haluro de amonio formado sobre las partes frias del tubo en agua y titular los iones haluros potenciométricamente (Electrodos de calomel y plata) (1) con nitrato de plata 0.01 N después oxidando S^{2-} por ebullición de la solución con 7 u 8 ml de agua oxigenada acuosa al 30%. Pese al residuo del metal, su sulfuro o su sulfato en el tubo de prueba.

El método a sido aplicado por ejemplo al 2-(2-piridil) etiltio) benzoato de Ni o Co en mezcla con ácido clorobenzóico y derivados clorados de ferroceno.

N. STANDEN.

2128 Mejorando el límite de detección para metales en productos de petróleo. Bektimirova, T.G., and Masirova, L.G. (ALL- Union Sci. Res. Inst. Petrol. Refining, - Moscow, USSR) Zav. Lab., 39 (9), 1086-1087 (1973). -- (en ruso).- Los efectos fueron estudiados de un número de aditivos para mejorar la sensibilidad de la determinación espectrográfica de menos de 0.1 ppm de V, Ni, Cr, Ca, Mo, y Fe. Soluciones de estos elementos a plicadas e electrodos de C y el aditivo fué introduci do en una mezcla con polvo de C. una mezcla de los si guientes aditivos da resultados más favorables.- NaCl 1.1.%, SrCl₂ 0.8%, Ga₂O₃ 0.8%, AgCl 0.7%. Por este medio la intensidad de las líneas de V, Ca y Cr fue -- ron incrementadas de 10 a 11 veces y aquellas de Ni y Mo 5 veces.

Vol 27 1974

616 Determinación de cationes por cromatografía en capa fina. Gabrysch, P., (Hirsch Apotheke, Ulm, W. Germany Dt. Apothztg, 113(50), (1973) Apothekerpraktikant pharm.- tech. Assist., 19(12), 89-93 (1973). (en -- alemán).- El principio de la cromatografía y el procedimiento son dados brevemente para la separación y determinación de cationes por cromatografía en capa fina sobre celulosa MN- celulosa anicel (1:) con -- ácido acético- piridina- HCL 6 N- hexano- 2,5, diona (400:6:20) o una mezcla de 135 ml. de butanol-HCl 3N (2:1) con 1.4ml. de hexano- 2,5 diona como revelador. Los cationes como Fe, Mn, Pb, Mg, Cu, Zn, Sb, Ni y - Hg. son detectados con quercetina o 1- (2-piridilazo) -2-naftol seguida por la exposición a vapores de amoníaco o con solución amoniaca de sulfuro de amonio- seguida por la exposición de vapores de HCl, con subsecuente examinación en red u.v. La identificación- es hecha mediante los valores de Rf.

R. F. Smith.

Vol. 27 1974

701 Determinación de óxido de níquel en catalizadores de níquel-
óxido de níquel con soporte de silicato. Manoliu, C., Bulac,
E., Jijovici, C., and Ciobanu, C., *Revta Chem*, 24 (10), 838 -
840 (1973). (en rumano). El método esta basado en la solubi-
lidad cuantitativa de NiO, pero no de níquel en NH₃ acuoso.
Procedimiento.- La muestra de catalizador (0.3-0.6 g) es mo-
lida y pesada en una caja de guantes en una atmósfera de ni-
trógeno y es introducida en el recipiente el cual es equipa-
do con un condensador a reflujo, un embudo de adición y un-
tubo a través del cual el nitrógeno pasa, 25 ml de agua y 5g
de cloruro de amonio se adicionan y además también se adicio-
nan 25 ml de amoniáco concentrado. La mezcla de reacción es-
lentamente hervida con agitación magnética y la solución cla-
ra se filtra, el níquel es determinado complejométricamente.
En el filtrado.

A.B. May.

2034 Detección y determinación de trazas de metales sobre las manos. Hudson, G.D., and Butcher, Sh. J., (Metropolitan - Police Lab. Bechbell Place, London, W.C.I., England) J. Forens. Sci. Soc., 14 (1), 9-18, (1974). El procedimiento indica recubrir las manos con lana de vidrio humedecida con jabón líquido para después extraer de los recubrimientos con HNO_3 2M a 70 °C. La solución ácida resultante es analizada para Cu y Pb por espectrofotometría (técnica chispa discrotante 15 kV a.c. Alternativamente los recubrimientos fueron extraídos con ac. nítrico al 5 % y el extracto analizado por espectrofotometría de absorción atómica, el ácido extraído es evaporado con grafito y el residuo es analizado por espectrografía en un arco de C- a 9- amp. Este procedimiento permite la determinación de Cu, Pb, Ni, Ba, Si, Al, Cr, Fe, Sn, Zn, Mn, y V. Resultados para las manos de trabajadores relacionados con manejo de metales y con aquellos individuos que no los trabajan. La significatividad en los casos de sospecha de metales robados es discutida.

B. Harris.

- 3613 Determinación por absorción atómica de metales en cerveza. Andrushchenko, A.V., and Prischep, N.N., L'vov Polytech. - Inst., Inst. Gen. Inorg. Chem., Acad. Scid. Sci Ukr. SSR) Zh prike. Khim., Leningr., 47 (5), 1051-1054 (1954). (en -- ruso).- Muestras sintéticas correspondientes al contenido mineral de las cervezas fueron analizadas para K, Mg, Na, - Ca, Zn, Fe, Cu, Pb, Mn, Li, Co, Ag, Ni, Sn, y Cr mediante absorción atómica sobre el rango de 0.01 a 500 mg. de me-- tal por ml. Una flama de aire-acetileno fué usada para Ca, Cr y Sn. Con una flama aire-gas natural para los otros ele-- mentos. La exactitud, (excepto para Ca) oscilan entre 95- 105 %. El Ca no fué determinado en presencia de Fe, Al, P- y otros elementos que poseen señal de atenuacion y entonces mejor se determinó con titulación con EDTA. Al y Pb son - determinados fotométricamente. Los otros elementos presen- tes no interfieren. La técnica ha sido aplicada a muestras de cerveza comercial. Sensibilidad para varios elementos - oscila de 0.50 mg. por ml.

M.R. Maner.

- 1B174 Acenaftenodioxima como un reactivo analítico para níquel. Borisova, T., Stamler, A.B., Zinkova, Eu., and Markman, --- A.L., (Tashkent. Polytech Inst. USSR) Zh. analit. Khim, 28 (9), 1820-1822 (1973). (en ruso) Acenaftenodioxima (I) forma con el níquel II 1:2 (metal o ligando un complejo el -- cual es soluble en dimetilformamida y muestra una absor--- ción máxima a 390 nm (E igual a 15 000). La ley de Beer -- obedece a una concentración de 2 a 440 μM de Ni. El comple: jo puede ser precipitado de la solución acuosa (si la con centración de agua es al menos 40 %) y entonces puede ser- para la determinación gravimétrica de níquel.

M. Polasek.

- 1J29 Análisis químico espectrográfico de resinas intercambiado- ras de iones. Raginskaya, L.K., Manova, T.G., and afremova, V.I. (All-Union Sci. Res. Inst. Reagents and High-Purity - Chemicals, Moscow., USSR). Zh. analit. Khim, 28(91), 1843- 1845 (1973). (en ruso). Para determinar Cu, Cr, Ag, V, Al, Fe, Ni, Mn, Pb, Sn, y Co en resinas intercambiadoras de - cationes y aniones.

La muestra (50mg) se calcina en una estufa de silica a 450-480 °C durante una h, el residuo esmezlado con polvo de C (50 mg) y NaCl (2 mg) se coloca en la cavidad del electrodo de C y evapora da en un arc de C.D. La sensibilidad del método - por uso de la adición de st. es de 0.1 a 5 ppm de los elementos nombrados, un error no sistemático- fué observado. El análisis de 5 muestras lleva -- aproximadamente 2.5 h

M. Polasek.

3B16 Determinación polarográfica de talio, paladio, níquel, Zn, e In. con dietilentriamina. Rav., A.L.J., and Kumar, A., (Dept. Chem, -- Punjaki Univ, Patiola India) Analist., Lond 99 (1180), 439-441 (1974). El comportamiento polarográfico de los iones mencionados en -- dietilentriamina (I) como medio fué estudiado de conc. (0.1) - 0.8 M). En 0.4 M-1 ondas irreversibles fueron observadas permitiendo- determinaciones de $0.5 - 3M-Tl^{1+}$ y concentra-- ciones similares de los otros elementos de - varios elementos extraños que se analizaron, la única interferencia fué de Sb y de cantidades más grandes de Bi y Mn.

R. Waspe

- 5B15 Titulación complejométrica de metales con Cu (II) EDTA-4-2 tiazilazo) resorsinol como indicador.- Yamada, H., Maida, T., and Kojima, L. (Lab. Analyt. Chem., Fac. Engng. Gifu-Univ., Kagamigahara, Japan). Analytica chim Acta, 72 (2)-426-429 (1974). Condiciones óptimas son descritas para la titulación de 0.01 a 0.3 moles de Mn, Ni, Zn, Cd, Hg, Pb, Sc, Fe, Ga, In o al con EDTA por el uso del sistema indicador que arriba se indica. Los resultados son exactos entre 0.01 mg y la precisión observada es satisfactoria.

R.G. Anderson?

5B188 Análisis de trazas de metales en asbestos. Lock Wood, Th. H., (Nat. Inst. Occup. Safety and Hlth, Cincinnati, Ohio, U.S.A.) Am. Ind. Hyg. Ass. J., 35 (5), 245-251 (1974).- Después de la descomposición de la muestra con HF a 130°C en un disco PTFE y volatilización de SiF_4 , con disolución del residuo en HCl 6N, Cd, Be, Cr, Co, Cu, Mn, Ni, y Tl fueron determinados por saa. La recuperación de los metales fué de 97 a 103%.

CHEM. ABSTR.

6B3 Cromatografía en capa fina. Husain, S.W., and Baybur di, A., (Analit. Lab., Chem. Dept., Univ. Tabriz. Iran). Analisis, 2 (10-11), 746-749 (1974-74).- El comportamiento cromatográfico de iones metálicos (algunos tóxicos) sobre sílica-gel HF₂₅₄ en 17 sistemas de solventes son discutidos y el efecto de los iones interferentes son reportados. Separación rápida fué llevada a cabo en la mayoría de los casos, como ej., Hg¹¹, Cd y Mo (IV) fueron separados de 30 metales con etil-metil cetona-acetona-10% HCL (3:2:1) como solvente. Zn y Ni de 30-31 metales con etil metil cetona-acetona-5% HCL (1:1). La separación de muchas trazas de metales fueron encontrados en agua tambien fueron llevadas a cabo.

S.M. MARSH.



6B117 Determinación de algunas trazas de elementos en estaño purificado por absorción atómica con un horno de grafito. Medina, R., (Inst. Tetallhuettenwes. u. Elektrometall., Tech. Hchch., Aachen, W. Germany Z. Analit. Chem 271 (5) 346-349 (1974). (en alemán).- El método es evaluado para la determinación de rutina de 0.05 a 4 mg. - cantidades de Co, Cu, Ni, Pb, Bi, Ag. y Cd en estaño. - Se programaron temperaturas de 100 °C por 20 seg. para secado, 239 °C por 15 a 40 seg. para atomización y la - determinación fué por el método de adición de estándar. Las interferencias fueron evitadas por sublimación selectiva. Los límites de la desviación St. 0.01 y determinaciones por abajo de 4 pg son reportados.

J.M. BROWN.

Vol. 29 1975

1F4 Determinación de constituyentes de jugos y frutas cítricas sicilianas por absorción atómica. Chiricosta, S., Ettore, B., and Clasadonte, MT., (Inst. Merceol., Univ. Messina, Italy) Essenze, 44(3); 259- 281, (1974) (en italiano).- Sodio, K, Mg y Ca fueron determinados en jugos de naranja y limón (los cuales fueron clarificados por centrifugación a 6000 rpm, acidificados con ácido clorhídrico y diluidos con H₂O por una absorción atómica directa en una flama de acetileno- aire con estandarización por el método de adición; las interferencias por Al fueron eliminadas por adición de lantano. Mn, Cu, Ni y Pb - fueron determinados en la misma solución por extracción de sus dietilditiocarbamatos con isobutil cetona y se -

y se prosiguió a una espectrometría de absorción atómica. Los errores fueron menores de + 4.6% en el rango de 5 a - 15 $\mu\text{g. ml}^{-1}$ de cada metal. otra porción de la muestra cen- trifugada fue digerida con ácido sulfúrico y ácido nítri- co, y Fe Zn en la solución resultante fueron determinados por extracción de sus dietilditiocarbamatos con isobutil- metil cetona seguida de espectrofotometría de absorción - atómica. El error fue menor a 6.3 en el rango de 1 a 3 $\mu\text{g.}$ por ml de Fe y de + 8.5% para 0.4 a 1.2 $\mu\text{g.}$ por ml de Zn . El método de Feldman y Purdy (Analítica Chim. Acta, 33, - 273 (1965). fué adaptado para la determinación de Cu por- espectrofotometría de absorción atómica, el cual fué pri- mero oxidado con KMnO_4 y extraído de la solución ácida re- sultante con isobutilmetil cetona sin uso de un reactivo. El fósforo fue determinado espectrofotométricamente por - el método de azul de molibdeno.

R.F. SMITH.

4B30 Separación extractiva y determinación colorimétrica de Cu, Ni, Co, Zn y Cd (como impurezas en Na Cl) Roszcki, Cezary; and Rofozinski, Janusz (Dept. Analyt., 1975, 20(1), 107 - 111 (en polaco).- Los metales citados fueron extraídos - (como complejos de EDTA) de una solución acuosa con cloro- formo combinados, se evaporaron a sequedad, el residuo - fué mineralizado y los elementos se determinan colorimétri- camente con el uso de ditizona (Cu, Zn y Cd.) 1-nitroso-- 2-naftol (Co) o dimetilglioxima (Ni). El procedimiento des- crito incluye una fase de coprecipitación con $\text{La}(\text{OH})_3$. Pa- ra una muestra de 500. DE NaCl las cantidades (μg) de ca- da elemento determinado, con sus desviaciones St. fueron- Cu 5 ± 0.13 , Co 2 ± 0.3 , Ni 20 ± 1.5 , Zn 8 ± 0.6 , Cd 4 ± 0.1 .

B.K.

- 6B1 Análisis cualitativo de metales y aleaciones "por toque"
Tournier, C., *Surfaces*, 14(91), 43-47 (1975) (en francés)
Las pruebas usadas son de tres tipos, o sea pruebas a la
mancha, pruebas con papel filtro impregnado (más general-
mente aplicable). Con esta última el metal que va a ser-
probado se coloca en el cátodo un papel filtro impregna-
do con electrolito y un reactivo de identificación se co-
loca entre el ánodo y el metal, se aplica un potencial -
de 4.5 V por 0.5 a 1 min.
Se mencionan condiciones para Al, Ag, Be, Bi, Cd, Cr, Sn
Fe, Mo, Ni, Pb, Ti, Zn, PO_4 y S.

L.A. O. Neill.

- 6D3 Determinación por absorción atómica de Zn, Cd, Co, Cu y
Ni (en materiales biológicos) después de su preconcen-
tración por extracción con el sistema difenil carbazona
piridina-tolueno. Brovko, I.A., Nazarov, Sh. N., and -
Rish, M.A. (Swmarkand State Uni., USSR). *Sh. Analit. -*
Khim, 29 (12), 2387-2390 (1974). (en ruso) Cd, Co, Cu,
Zn y Ni fueron extraídos de un medio cuoso a PH 6.5-7 -
(solución reguladora de acetato de sodio 2M) con toluen-
o conteniendo difenilcarbazona 5mM. y piridina 2.5 M.
El extracto fue atomizado con una flama de aire-
tolueno por espectrofometría de absorción atómica para Zn a
213.9nm, Cda 228.8 nm, Co a 240.7nm, Ni a 232.0nm y Cu-
a 324.7nm. La calibración de la gráfica fué rectilineo-
para ($\mu\text{g ml.}^{-1}$) Zn 0.002 a 2, Cd 0.002 a 2.5, Co 0.008
a 5, Ni 0.006 a 5 y Cu 0.007 a 10 El método fué usado -
para la determinación de metales nombrados (0.0012 a 0.
25ppm) en riñon de res e hígado y sangre de bovino: las
muestras (2g) fueron primero mineralizadas por calenta-
miento a 350-450°C con HNO_3 El error relativo fué menor
a +3% .

M. POLASEK

4B217 Estudio de formación de complejos por reacción de Ni-con-(4 antipirinizol)- 8- hidroxiquinoleína. Tolipov, Sh. T. Smaglyuk, N.G., and Khodzkaev, A Dokl. Akad. Naukasbek. SSR; (3), 37-38 (1974) Referat. Zn., Khim., 19GD, (18) Abstr. No 18GL 8, 1974 (en ruso) .-El reactivo nombrado en un medio de pH 3.5 a 6 forma con el níquel un complejo rojo claro que exhibe una máxima absorción a 485nm. La ley de Beer es obedecida a concentraciones de 0.04 a 4 $\mu\text{g. ml}^{-1}$ de Ni. El método fué usado para la determinación de rocas silíceas con error más menos 2%, la interferencia de Fe es prevenida por la adición de NaF.

V. SMITH.

2B139 Análisis de fluorescencia de rayos X en productos de - -
corrosión de aceros. Blomqvist, P.O. (Dept. Inorg. Chem.,
chalmers Univ. Technol. and Univ. Goeteborg, Sweden). X -
ray Spectrom., 4(3), 94-95 (1975).

Las películas delgadas de óxido son quitadas de la mues -
tra (previamente rescatadas para exponer el metal por la -
acción de Br metanólico aproximadamente al 6% en una at -
mósfera inerte) y estas películas son fundidas con Na_2O_2
y una vez enfriado el fundido es disuelto en HCl dil. Una
porción de cada solución es dejada a evaporación sobre -
un papel filtro impregnado con carbonato de sodio. El mé -
todo consiste en la depositación de óxido, hidrógeno y -
carbonato; estos son sujetos a análisis.

La calibración de las gráficas para Fe, Ni, Cr, y Mn mues -
tran relaciones rectilíneas entre cantidades de metal (-
por arriba de 40, 40, 10 y 10 μg respectivamente) e inten -
sidad con una presión de aproximadamente $\pm 15\%$. Cuatro ti -
pos de aceros fueron examinados.

R.A.C. ISBELL.

5B206 Determinación espectrofotométrica simultanea de Ni y Co en mezcla con tres hidroxipicolinaldehído azina [azinodi (3-hidroxi 2 picolina)].- García de Torres, A., Varcárcel, M., (Univ. Seville, Spain) Analitica Chim. - Acta, 79, 257-263 (1975). El reactivo citado 1 (cf. Talanta, 20 919 (1973) como solución en dimetilformamida-forma complejos con Ni y Co en mezclas (en razones que van de 0.1 a 10.0) en solución reguladora de acetato a PH 4.5. Las mediciones de la extinción se hacen a 480 y 540 nm contra un blanco y la concentración de los metales se calcula de una expresión dada.

El método fue aplicado a mezclas sintéticas conteniendo de 5-25 μg de Zn, Ni y Co en 25 ml. de solución final y a mezclas de los metales en catalizadores industriales Niveles de tolerancia para un amplio rango de especies extrañas. Si proporcionan EDTA interfieren seriamente - cuando este presente en concentraciones similares a las de Ni.

C.K. LAIRD.

5F5 Determinación de metales pesados en carne por espectroscopía de absorción atómica. Slavin, S., Peterson, G. E., and Lindahl, P.C., (Perkin-Elmer Corp. Norwalk Conn. 06856, USA.) Atom, Absorp. Newsl. 14(3), 57-59 (1975).- Las muestras fueron digeridas a 80°C con HNO₃ (1:1) las mezclas enfriadas fueron filtradas. La sol. fué difundida con agua y analizada por espectroscopía de absorción atómica (para Zn, Fe, Cr y en alguna instancia Mn y Cu) por una técnica de flama (o para metales presentes en bajas concentraciones Cd, Co, Ni, Pb y alguans veces Mn y Cu). con un horno de grafito. Condiciones usadas y resultados obtenidos en hígado de res y carne, también en carne de pavo, en hígado seco y congelado de bovino son tabulados. La ventaja de la técnica sin flama para bajas concentraciones de metales (ej por abajo de 0.06 ppm de Co, 0.03ppm de Cd, - 0.04 ppm de Ni o Pb) son sintetizados.

R.L. JORDAN

6065 Estudio y determinación de trazas de metales en en combustorio y derivados del petróleo por espectrofotometría de absorción atómica de emisión de flama. Serbanescu, Ana Banateanu, Gheorghe. Fedin, Tmara. and Gadea Sanda. Revta Chim, 26 (10), 863-869 (1975). en rumano.- Las condiciones son tabuladas para la determinación de Cu, Fe, Mg, Li en muestra semejantes por espectrofotometría de absorción atómica (flama de aire acetileno), muestras que son inicialmente descompuestas por evaporación con HCL y sol. acuosa de material residual son analizadas para la determinación de Na, K, Ca, Sr, Ba y Ni. Las muestras son descompuestas con HCl y la solución resultante (PH 2) es analizada por espectrofotometría de emisión de flama. Los límites de la detección en las sol. analizadas (ppm) son Cu 0.1, Fe 0.5, Mg 0.015, Li 0.0001, Na 0.0001, K 0.001, Ca 0.003, Sr 0.002, Ba 0.2, Ni 1. Resultados para un rango de las muestras son tabulados, resultados para Cu, Fe, Ni son comparados con aquellos obtenidos por espectrofotometría de absorción electrónica.

Vol 31 1976

1H32 Mejoramiento para análisis de fluorescencia de rayos X por un enriquecimiento rápido y fácil del método. Cesaro, P., and Gigante, G.E., (Inst. Fis. Fac Ingegn. Univ. Roma Italia) Inst. J. Appl. Radiat. Isotopes, 27 (1), 58-60 (1976).- La solución estandar 500 ml. conteniendo 50ppb a 50 ppm de Ca, Ti, VIV, Cr 111, Fe:11-Co 111, Mn 11, Fe 11, Co, Ni, Cu 11, As 11 y Br⁻, fué agitada por 5 min. con mezcla de resinas (aniónicas y catiónicas) Merck Ion Exchanger V con el PH ajustado a condiciones óptimas para los iones de interés. La resina se recupera y se seca, aproximadamente 400mg fueron analizados por fluorescencia de rayos X (con ²³⁸Pu 10-mCi) o 241Am (45-mCi) con un detector Si (Li) y un analizador multicanal. La concentración mínima detectable fué de aproximadamente 0.01 ppm. Este método ha sido usado para el control de contaminantes de agua de mar.

L. BARTON.

- 2B218 Determinación de níquel y cobalto por titulación complejométrica por retroceso con N- metilanabasina-azop-cresol 2- 5- (1-metil -2- piperidil)-2- piridilazo p- cresol como indicador. Krukoxskaya, E.L., and No - sovirskaia, A.A., Nauchi, Trudy Tashkentgos. Univ., - (462), 61-63 (1974) (en ruso) Referat Zh., Khim 19 GD, (14), Abstr. No. 14G80 (1965).
- 2G5 Determinación ecológicamente significativa, de algunos metales pesados en suelos. Anderson, A., (Dept. Soil.- Sci., Uppsala, Swiden) Swedish, J. Agric. Res., 6 (1), 19-25 (1976).- Fueron tres los sistemas de extracción- que se probaron. El acetato de amonio M es i) ajustado a PH 4.8 con ácido acético. ii) a PH 7.0 calentando du- rante una hora a 20°C y por último iii) con ácido ní- trico 2M., calentando por dos horas a 100°C. El Mn, Zn, Cu, Pb, Cd, Ni, Cr, Fe y Ca son determinados en el ex- tracto. Por espectrofotometría de absorción atómica, - con el uso de un atomizador de grafito. Las tablas - muestran el efecto del tiempo de extracción y el resul- tado de la extinción es reportado. La dependencia de la eficiencia de la extracción sobre el PH decrece en el- siguiente orden Fe, Cr, Pb, Cu, Zn, Ni, Cd, Mn, Ca. La cantidad tó

tal de los metales fueron determinados en suelos normales y en suelos contaminados después de la disolución de la muestra en HF. El primer sistema de extracción dio gran precisión en las determinaciones, pero el segundo no: El sistema HNO_3 disuelve de un 82 a 96 % de los metales pesados de suelos contaminados y de 57 a 92% de suelos normales.

O. Ballin.

- 3H8 Determinación rápida de cobre, níquel y fierro en aire. Zovorovskaya, N.A., Nekhorovheva, E.U., and Simonov, V. A. Nauch. Rabot. Inst. Okhr. Truda VTSSPS, (94), 65-59- (1975). (En ruso) Referat. Zh. Khim., 19 GD (22), Abstr. No. 22G 179 (1975).
- 4B218 Determinación espectrofotométrica de níquel con el uso de compuestos de tiozolidazo. Krysina, L.S., Kholondkoy skaya, T.N., Khomenko, V.M. Dokl.mosk. Sel.-Khoz.Akad. K. A. Timiryazeva, (208), 239-245 (1975). (en ruso). - Referat Zh. Khim., 19GD, (3), Abstr. No. 3G146 (1976).

BIBLIOGRAFIA.

Norton, W.J.
Inorganic Chemistry
The Blakiston Co.
Philadelphia (1949)

Riesenfeld, E. H.
Tratado de Química Inorgánica
Editorial Nacional
México (1955)

Partington, J. R.
Tratado de Química Inorgánica
2 da Ed.
Editorial Porrúa
México (1959)

De Galiana, T. M.
Pequeño Larousse de Ciencias y Técnicas
Editorial Larousse
México (1975)

Chopin, G. R. and Jaffe, B.
Química; Ciencias de la Materia, la Energía y el Cambio
Publicaciones Culturales S. A.
México (1969)

Gilreath, E. S.
Fundamental Concepts of Inorganic Chemistry
Mc Graw Hill.
Tokio (1958)

Bargalló, M.

Tratado de Química Inorgánica

2 da Ed.

Editorial Porrúa

México (1972)

Sidney, J. J.

Minerals for the Chemical and Allied Industries

John Wiley and Sons. Inc.

N.Y. (1954)

Cotton, F. A. y Wilkinson, G.

Química Inorgánica Avanzada

Editorial Limusa

México (1969)