



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

"QUIMICA ANALITICA DEL ESTAÑO"

T E S I S

Presentada por:

IMELDA CRUZ SILVA

Para obtener el título de:

Q U I M I C A

1978



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

TESIS 1978

NO. ~~M. 119~~ 113

113

ECHA _____

RGC _____



Jurado asignado
originalmente -
según el tema.

PRESIDENTE ALBERTO OBREGON PEREZ
VOCAL EMILIO BARRAGAN HERNANDEZ
SECRETARIO MARTHA RODRIGUEZ PEREZ
1er. SUPLENTE Ma. LUISA FLORES --
GARDIACIEDO
2do. SUPLENTE SARA OBREGON ROMO

Sitio donde se desarrolló el tema: Biblioteca de la
UNAM.

Nombre completo y firma del sustentante:
Imelda Cruz Silva.

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



Nombre completo y firma del supervisor técnico:

1

Por la realización de ésta,
agradezco la ayuda de mi -
asesor Ingeniero Alberto -
Obregón Pérez.

A mis maestros:

Química Martha Rodríguez Pérez
y Químico Emilio Barragan Hernández.

Con cariño a mis Padres,
Amigos y Hermanos.

A mi querida,
Facultad de Química.

CONTENIDO

	PAGS.
A) Introducción:	1
a) Generalidades.	3
b) Propiedades Químicas y Físicas.	7
c) Importación y Exportación.	14
d) Metalurgia.	18
B) Métodos de Investigación.	21
C) Tablas o Cuadros por volumen.	23
Que incluyen métodos para determinar- estaño.	
Se indica a modo horizontal los méto- dos y a manera vertical los materia-- les.	
D) Extractos.	42
Referentes a las determinaciones, que explican los pasos a seguir experimen <u>t</u> talmente.	
Bibliografía.	117

E S T A Ñ O

INTRODUCCION:

El estaño es uno de los metales que el hombre ha conocido desde los tiempos más remotos, pues to que se cita ya en la Biblia. Los antiguos Babilonios confeccionaron objetos de estaño, se han hallado en las tumbas egipcias de unos 1450 años a. de C.

Se cita en los libros de Moises con el nombre de bedil mientras que los habitantes de la India lo designaban con el nombre de naja. En la China primitiva, muchos miles de años antes de Jesucristo, se conocía la industria del bronce, y por lo tanto la existencia del estaño y sus aleaciones; también practicaban el estañado de los objetos de hierro para preservarlos de su oxidación en contacto del aire. Los Griegos primitivos conocieron el estaño por sus relaciones con la India y lo llamaron Kassiteros.

El nombre de estaño procede del Latín "stagnum y plumbum candidum", es citado en las obras de Plinio, mientras que con el nombre de stannum que ha conservado en la actualidad, se designaba una aleación de plomo y plata.

No se conocía al estaño como metal libre por más que se fabricase bronce. Los Fenicios obtuvieron estaño metálico del mineral casiterita que abundaba en las Islas Casiteridas, nombre antiguo de las Islas Scilly, Inglaterra. Se descubrieron importantes yacimientos de estaño en las Islas Británicas, por tal motivo las llamaron Casiteridas.

Los Fenicios perfeccionaron la obtención del bronce, llevando sus productos a todo el occidente-europeo. Marsella fué uno de los principales centros de exportación que los romanos monopolizaron.

Los alquimistas de la Edad Media conocieron el estaño y sus aleaciones y perfeccionaron los conocimientos sobre el mismo. Dicho metal, continuó-extrayéndose de Inglaterra, la producción fue posteriormente monopolizada comercialmente por Alemania, que tuvo en Colonia su principal centro comercial.

Hernán Cortés en sus Cartas de Relación, relata; los aborígenes mexicanos usaban piezas de estaño a modo de moneda. Siendo el estaño procedente de Taxco, Guerrero.

Más tarde se descubrieron numerosos yacimientos en Bohemia, desarrollándose mucho más la industria del mismo al descubrirse en Europa, hacia el siglo XVI, la fabricación de la hojalata o plancha-estañada.

En la actualidad la producción del estaño ha pasado a los países americanos y oceánicos, entre los primeros debe citarse a Bolivia, y entre los segundos la península de Malaca y la Insulindia, aunque también en Birmania existen yacimientos importantes que continúan en explotación.

En el siglo XVII, hubo un aumento en la producción de estaño; Drebbel enseñó la aplicación de las sales de estaño a la tintorería. En Italia, el estaño se empleaba para esmaltes y vidriados; mientras que los papeles de estaño en contraban aplicación para el azogado de espejos.

La industria del estaño tomo un impulso de gran importancia especialmente en Alemania por la invención de la fabricación de la hoja de lata. El estañado de artículos de hierro y acero se considera de invención alemana.

La recuperación del estaño de los residuos de lata se emprendió hasta 1848.

La producción de Alemania y también de Inglaterra en minerales de estaño ha sido completamente desbancada por la importación de éste metal de los países de fuera de Europa, principalmente de la India y después por los minerales de Oceanía y de Bolivia.

GENERALIDADES:

ESTAÑO.- Símbolo Sn, peso atómico 118.70, número atómico 50. Pertenece al grupo 4 del Sistema Periódico, en el cual constituye un elemento de marcado carácter metálico, en contraposición con los primeros miembros del grupo, el silicio y el carbono.

La configuración electrónica externa es $nS^2 - nP^2$, del estado fundamental; siendo la configuración de los electrones de valencia $5S^2 5P^2$.

El estaño es un metal blando de color blanco argentino, de brillo intenso, de tono azulado en frío, amarillo en caliente, y con acentuado brillo metálico que depende de la temperatura a la cual el estaño se ha sometido; cuando ha sido recalentado -

suele presentar en la superficie diversas irisaciones, mientras que si la temperatura no es suficientemente alta presenta aspecto mate.

Su peso específico es 7.3 y su textura cristalina. Su punto de fusión se encuentra a 231.8°C y a 1200°C empieza su volatilización, mientras que el punto de abullición se encuentra a la temperatura de 2275°C . El estaño es dimorfo, puesto que -- cristaliza en los sistemas tetragonal y ortorrómbico. Se obtiene siempre estaño tetragonal cuando se separa por reducción de la disolución de su proto--cloruro y cuando se enfría el estaño fundido a la temperatura normal; en cambio, la cristalización se efectúa en el sistema ortorrómbico cuando se enfría muy lentamente por debajo de su punto de fusión.

La resistencia mecánica y la dureza del metal son pequeñas. Es más duro que el plomo pero -- más blando que el oro y el zinc. El estaño es muy maleable a la temperatura ordinaria, que permite ba tirlo y laminarlo en hojas sumamente delgadas (pa--pel de estaño); aumentando esta propiedad hasta los 100° ; a partir de ésta temperatura la maleabilidad--va disminuyendo y a 200° ha desaparecido por comple--to, hasta el punto de que puede pulverizarse fáci--lmente; si se dobla una barra de estaño puro se nota un ruido particular que procede del rozamiento recí--proco de sus cristales y se denomina grito del esta--ño.

ESTRUCTURAS CRISTALINAS Y ALOTROPOS:

Posee dos variedades alotropicas conocidas - por estaño gris o α y estaño metálico ó blanco, ó β . Todos los alótropos son de estructuras atómicas, no moléculares, como las de los metales en general.

El estaño gris, con sus átomos dispuestos de modo semejante a la red cristalina del diamante; la distancia de Sn - Sn, es 2.80 °A.

El estaño blanco es el de uso ordinario. El estaño metálico cristaliza en el sistema tetragonal, cada átomo de Sn rodeado de cuatro a la distancia - de 3.022 °A y otros dos a 3.181 °A, formando los -- seis un octaedro distorsionado en torno al átomo -- central.

Otra variedad rómbica frágil ó estaño γ ; el- estaño un poco abajo de su punto de fusión (232 °C), llega a ser quebradizo, así que puede ser separado- bajo una pulverización. Una modificación polimorfi- ca, para lo cual esta propiedad fué antiguamente -- atribuida, no esta presente conforme a recientes es- tudios de rayos - X.

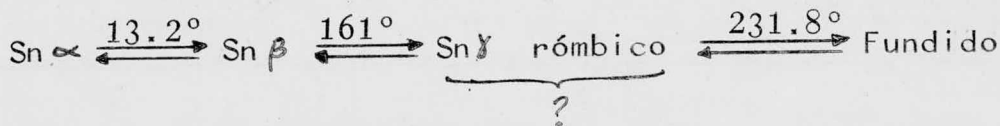
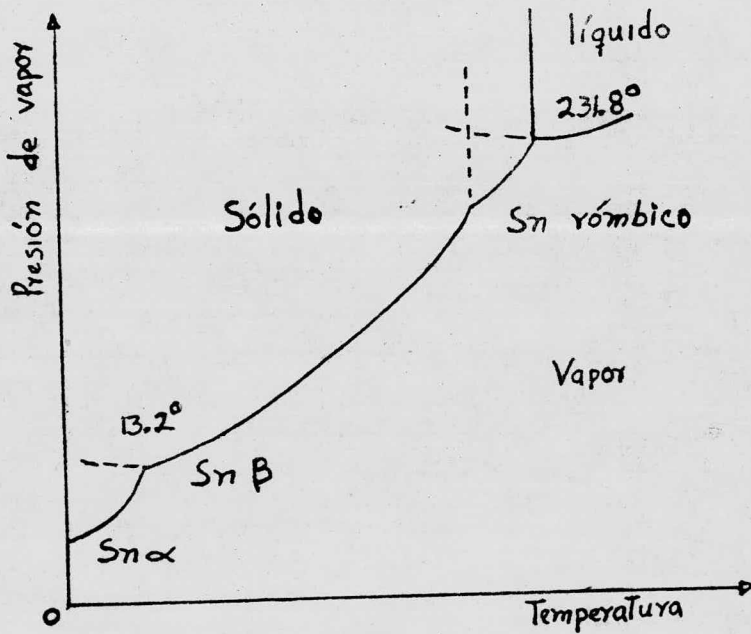


Diagrama de las variedades alotrópicas del estaño.



CAMBIOS ALOTROPICOS:

La variedad estaño gris es la estable hasta -13.2°C . Calentado por sobre dicha temperatura, se transforma en estaño blanco ó metálico; y enfriado permanece el estaño blanco en estado inestable.

PROPIEDADES FISICAS:

La influencia de un frío intenso inferior a -20°C , el estaño toma frecuentemente una estructura bacilar o prismática y a temperaturas más bajas, las varillas o prismas se resuelven en granos sueltos y quebradizos; entonces el estaño presenta color gris, aumenta de volumen y esta modificación se propaga rápidamente alrededor de los puntos donde se ha iniciado, convirtiendolo en poco tiempo en polvo gris y quebradizo. Este fenómeno es conocido con el nombre de enfermedad del estaño ó peste del estaño y fue observado por primera vez en Rusia.

La temperatura de equilibrio de transformación del estaño blanco en gris y viceversa se encuentra aproximadamente a 18° , de modo que sobre esta temperatura el estaño tiende hacia la forma blanca ordinaria y por debajo hacia la forma gris. El estaño gris tiene una densidad de 5.8, por consiguiente muy inferior a la del estaño ordinario.

Basta, pues calentar el estaño gris a una temperatura superior a 18°C . para convertirlo muy pronto en estaño blanco, mientras que la transformación inversa se verifica a temperaturas bajas.

PROPIEDADES QUIMICAS:

A la temperatura ordinaria el estaño es muy-resistente a los agentes atmosféricos, pero a tem-
peraturas elevadas tiende a oxidarse, convirtiendo
se en bióxido. Los ácidos orgánicos apenas lo ata-
can, y los minerales diluidos, muy poco; en cambio-
el ácido clorhídrico concentrado disuelve muy fácil-
mente el estaño, dando cloruro estannoso con des-
prendimiento de hidrógeno porque parte de éste áci-
do es reducido por el Sn; el ácido sulfurico tam-
bién lo ataca desprendiendo anhídrido sulfuroso. El
estaño se comporta en sus combinaciones como diva-
lente, dando compuestos estannosos, o como tetrava-
lente en los compuestos estánnicos.

El estaño es poco activo químicamente y re--
sistente a la corrosión, de acuerdo con la configu-
ración electrónica periférica de sus átomos.

Se oxida calentado en el aire. El agua pura
no reacciona con el estaño. En caliente le atacan-
también los halogenuros y el azufre.

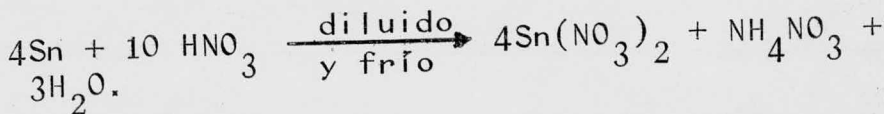
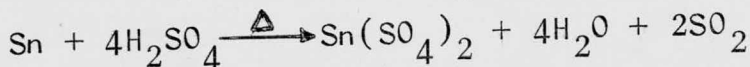
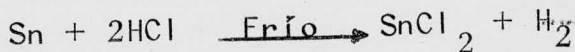
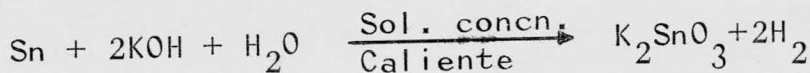
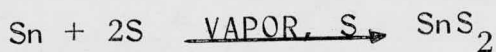
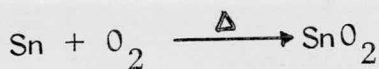
Los ácidos diluidos reaccionan ligeramente -
con él y se desprenderá hidrógeno y engendrará las-
sales respectivas de estaño. El ácido nítrico con-
centrado apenas ataca al estaño y produce ácido es-
tánnico; con ácido de concentración media, se forma
un óxido hidratado.

Con agua regia se forma cloruro estánnico. -
No desplaza al hidrógeno del vapor de agua, y menos
del agua; sus óxidos son reducibles por el hidróge-
no ó el monóxido de carbono, CO a altas temperatu-
ras.

Tiene conducta anfótera; sus óxidos dan sales frente a los ácidos; y estannitos ó estannatos frente a los hidróxidos.

En sus combinaciones actúa con estado de oxidación, +2, +4 Tiene mayor carácter metálico y iónico los compuestos que forma con +2 (sales de Sn); en cambio, son acídicos y de carácter covalente los compuestos que forma con +4. Así SnCl₂ es un líquido molecular, con enlace covalente. Con estado de oxidación +4 forma los compuestos más numerosos y estables.

Reacciones Importantes:



Se forma nitrato de estaño, Sn(NO₃)₂; pasa a Sn(NO₃)₄ por acción del ácido nítrico.

El estaño fundido disuelve con facilidad la-

mayoría de los metales, formando con ellos una serie de aleaciones. En aleación con el zinc y laminado constituye las hojas de plata falsa; en unión con el antimonio, bismuto, cobre o plomo forma importantes aleaciones conocidas con los nombres de bronce, soldaduras de hojalateros y plomeros; (75% de estaño y 25% de plomo), metal inglés o Babbitts - (90% de estaño, 8% de antimonio y 2% de cobre), metal Britania (90% de estaño, 10% de antimonio), metal antifricción (75% de estaño, 11.5% de antimonio, 16.5% de cobre), soldadura de aluminio (86% de estaño, 9% de zinc, 05% de aluminio), soldadura de fontaneros (50% de estaño y 50% de plomo; ó 34% de estaño y 66% de plomo).

MINERALES:

Estado Natural.- Se encuentra en la naturaleza el estaño, en pequeñas cantidades; en estado libre ó metálico, es muy rara la presencia del estaño, solo ó junto con oro y bismuto; su mineral más importante y casi exclusivo es la casiterita o bioxido de estaño SnO_2 , perteneciente al sistema tetragonal, que cuando es puro llega a contener 78.62% de estaño; sus impurezas principales están constituidas por óxido de hierro, manganeso y ácido silícico. Al soplete es infusible y químicamente es casi inatacable y soluble en álcalis fundidos.

Generalmente se encuentra en forma de pequeñas cristales incoloros a pardos y negruscos, de gran dureza (6 - 7), gran peso específico (6, 8 - 7) y brillo intenso. Los cristales están a menudo reunidos de un modo peculiar formando cristales gemelos.

La casiterita es el mineral más importante - del estaño, y uno de los pocos minerales de estaño, aparece en pequeñas cantidades; se encuentra únicamente en algunos depósitos comerciales.

La casiterita es extensamente distribuída en pequeñas cantidades, pero se produce a escala comercial en sólo unas pocas localidades.

Ha sido señalado como un constituyente original de rocas ígneas y pegmatitas, pero es más común que se encuentre en filones asociado con cuarzo, -- dentro o cerca de rocas graníticas.

Los filones de estaño generalmente tienen minerales que contienen fluoro, boro, tales como turmalina, topacio, fluorita y apatita y los minerales de las rocas están incluidos. Frecuentemente asociado con wolframita, cuarzo, arsenopirita, muscovita, lepidolita, bismutinita, bismuto nativo, molibdenita y menos abundantemente con pirrotita, pirita, galena y esfarelita.

La casiterita se encuentra también en placeres, en depósitos. La mayoría del mundo que suministran los minerales de estaño provienen de los Estados Federados Malayos, Bolivia, Indonesia, Congo-Belga, Nigeria. Cornwall, Inglaterra, ha producido grandes cantidades del mineral de estaño en el pasado. En Estados Unidos la casiterita no se encuentra en cantidades suficientes que autorice la explotación de minas, pero está presente en pequeñas cantidades en numerosas pegmatitas. Produce solo pequeñas cantidades de mineral.

Se conoce además la pirita de estaño o estannita, $Cu_4Fe_2Sn_2S_8$, que es sulfuro triple de hierro,

estaño y cobre, pertenece al sistema regular con un 27.6% de estaño, aunque muchas veces de composición variable. La pirita de cobre finalmente entre mezclada y otros minerales modifican esencialmente la composición del mineral. La dureza es 4 y el peso-específico 4, 3 - 4, 5. Al soplete sobre carbón es difícilmente fusible. El ácido nítrico lo disuelve con separación de SnO_2 y azufre.

La existencia de la estannita es bastante rara, se la encuentra en los filones de mineral de estaño en los Distritos de Guanuni y Potosí en Boli--via; también en Cornualles en Finlandia.

Otro mineral es la tealita (PbSnS_2); existen unos doce minerales en el que el estaño es uno de los metales importantes. Siendo los minerales más-importantes la casiterita, estannita, y la tealita.

Los filones de mineral de estaño se presen--tan siempre relacionados con los granitos, aunque a veces están también unidos a rocas eruptivas; así - mismo existen yacimientos secundarios en forma de - arenas de casiterita y placeres estanníferos, de -- los cuales son importantísimos los que se encuen--tran en las islas de Banka y Biliton (República de Indonesia) y en la Península Malaya, que producen - más de la mitad del estaño del globo. Siguen a és--tos los yacimientos de estaño de Bolivia, en la Amé--rica del Sur.

Estos placeres están formados por la disgre--gación natural de los filones primitivos, formando arenas estanníferas de mina y arenas estanníferas - de río.

YACIMIENTOS:

Los principales yacimientos de estaño (casiterita) pertenecen a los Estados Federados de Perak, Selangor, Negri, Sembilan y Pahang (Malasia). Les siguen en importancia los de Indonesia, Bolivia -- (en Patiño, Llallagua - Uncia, Huanuni y Potosí), - China (en Yunnan), Nigeria, Congo Belga; en Cornwall (Inglaterra) que fueron famosos hasta mediados del siglo pasado. Yacimientos de menor importancia en México, Canadá, Australia y Argentina.

YACIMIENTOS MEXICANOS:

Los yacimientos estanníferos de México tienen relativamente poca importancia. Pequeños yacimientos existen en un buen número de estados: son los más importantes los de Cacaria o Canatlán, Sierra de San Francisco, Sierra de Sacrificios, San Juan de Dios, Santiago Papasquiario y Tamazula (todos en el Estado de Durango), y diversas localidades de los Estados de Guanajuato, Jalisco, Aguascalientes, San Luis Potosí y Zacatecas.

Casi toda la casiterita extraída en México se beneficia en la fábrica de la "Compañía Estañera Mexicana" de San Luis Potosí.

Se explota, casi exclusivamente, los placeres, separando el estaño por lavado rudimentario.

En 1954 la producción total mexicana, fue de 355 toneladas con valor de 8 298 062 pesos m.n..

Panorama de la Minería Mexicana en 1974.

Producción:

Exportaciones ----

Importaciones.- El incremento en la importación se debió a los aumentos registrados en los precios internacionales para los minerales y metales, así como el crecimiento de la demanda interna de esta substancia requerida por diversas industrias del país.

Entre los minerales metálicos que sobresalieron por sus incrementos en el valor de las importaciones fué el estaño cuyo incremento fue del 68% -- con 190 millones de pesos.

En virtud de que la única empresa que produce estaño no alcanza a satisfacer los requerimientos de la demanda nacional, las compras externas de este producto han venido aumentando; constituidas -- principalmente por concentrados de este mineral.

Importación Mexicana de Minerales Metálicos.

Producto.	Forma de Presentación.	País de origen.
	Estaño	Francia
	Minerales de Estaño o sus concentrados	Australia
		Bolivia
		Canadá
		España
		Estados Unidos
		Indonesia
		Perú
		Singapur

Panorama de la Minería Mexicana en 1975.

Producción:

Exportaciones.-

Exportación Mexicana de Minerales Metálicos, Por pro--
ducto.

Producto.	Forma de Pre- sentación.	País de des- tino.	Kilogramo/Pesos	
Estaño	Minerales de estaño.	Estados Uni- dos.	200099	2,169516
	Estaño en -- concentrados	Estados Uni- dos.	200099	2,169516
	Estaño en -- bruto.	Nicaragua	5349417	7,678470
			5349417	7,678470

Importaciones.-

El crecimiento de la demanda interna para los -
productos minero - metalúrgicos debido al desarrollo -
experimentado por diversas industrias del país, que au-
mentaron sus requerimientos de materias primas, origi-
nó un incremento en el valor de la importación para el
estaño con 129 millones de pesos.

Las compras externas de estaño se debieron a --
que la producción nacional no alcanzó a cubrir las ne-
cesidades de la demanda nacional.

Aumentó la importancia de las compras al exte--
rior de estaño, en virtud de que cada día las empresas
consumidoras requieren de éste.

APLICACIONES:

Aproximadamente, la mitad de la producción mun-
dial se destina a la fabricación de la hojalata-
(lámina de hierro o acero cubierta de una ligera ca-

pa de estaño), a fin de preservarlos de los agentes atmosféricos.

El palastro ó lámina de hierro estañado, al lado de la tenacidad propia del mismo, presenta la inalterabilidad a los agentes atmosféricos propia del estaño, pero no debe quedar ninguna grieta o solución de continuidad en la capa de estaño, porque entonces el hierro puesto al descubierto, produce enseguida una mancha de orin que se extiende poco a poco por toda la superficie y acarrea la destrucción de la lámina.

La hojalata se fabrica sumergiendo en estaño fundido la lámina de hierro o de acero, previamente tratada con ácidos para su perfecta limpieza. Desde hace algunos años se recurre, también, a la precipitación por electrolisis de soluciones de una sal de estaño; se práctica sobre todo en U.S.A.. Le sigue en importancia la soldadura para plomeros y fontaneros.

La fabricación de latones y bronces; de envases y papel de diversas aleaciones; y del "Metal -- Babbitts". También es importante su aplicación para el estañado de objetos metálicos tuberías y vasijas, para protegerlos contra oxidación y corrosión; en la preparación de sus compuestos.

En vasijas se aplica un recubrimiento de estaño y plomo en lugar del estaño puro. Se hacen experimentos para encontrar el sustituible apropiado, para este propósito han sido tratados; aluminio, -- plata, y barnices orgánicos.

El estaño junto con el plomo se encuentra -- contenido en soldaduras y en bronces, se encuentra estaño en aleación con el cobre.

El estaño tiene aplicación muy extendida en la economía doméstica, en farmacias y en laboratorios, los utensilios de estaño o revestidos de estaño, se conservan bien.

El estaño es un metal relativamente caro.

Puede reducirse el estaño a hojas muy delgadas ó láminas delgadas (papel de estaño), usadas antaño para envolturas de golosinas y alimentos, se emplea para proteger las sustancias volátiles y alimenticias contra la evaporación y las alteraciones que provocan el aire ó la humedad, por lo cual es de uso casi universal en farmacia, droguería, repos tería y ultramarinos.

También se ha empleado el estaño puro en la fabricación de espejos, pero actualmente se ha sustituido el estañado por el plateado que es mucho más barato y menos peligroso para los obreros.

El estaño fundido disuelve con facilidad la mayoría de los demás metales y forma con ellos una serie de aleaciones de interesantes propiedades como bronce, metales para cojinetes, soldaduras, y metales para fundiciones artísticas.

El estaño que se encuentra en el comercio no está completamente libre de impurezas y estas, según su grado, ejercen una influencia decisiva en las propiedades del metal. El estaño es de precio bastante elevado; unas 20 veces el del hierro y 6 veces el del plomo.

El óxido artificial de estaño es un polvo pu lidor.

El Sn, encuentra escasa aplicación en Medici na. Es germicida para los estafílococos.

Al ingerir este elemento, a diferencia del plomo, no se acumula en el organismo y se elimina por la orina. Es un estimulante del S.N.C.

En la actualidad, el único compuesto medicinal es el fluoruro de estaño (11).

El óxido de estaño (IV), o también óxido estannico, se ha utilizado para combatir infecciones externas en forma de pomada.

También se ha ensayado su empleo como desinfectante de Hospitales, del óxido de bis (n - tributil) estaño. Para el tratamiento de suelos, paredes y filtros de acondicionamiento de aire.

METALURGIA:

Se extrae casi únicamente de la casiterita, SnO_2 , mineral que se presenta en diminutos granos en aluviones ó empotrados en vetas, y acompañado en ciertos casos, de metales preciosos.

1. Obtención de Laboratorio. Procedimiento.-

Para ciertos usos de laboratorio el estaño se obtiene de la casiterita ó dióxido de estaño, -- que se reduce mediante el cianuro potásico; éste se oxida y pasa a cianato:



Este procedimiento tiene la ventaja de que la reducción no exige temperaturas muy elevadas, pero no puede aplicarse en la industria a causa del precio del cianuro.

Preparación. Se mezclan 40 g, de casiterita finamente pulverizado con 40 g, de cianuro de potasio, también pulverizado; se funde la mezcla con el soplete en un crisol de porcelana de diámetro suficiente para que llene hasta los tres cuartos y se mantiene fundida la masa durante media hora. Se deja enfriar y se separa el estaño, que pesa de 25 a 30 g, y se lava con agua.

Para comprobar su pureza se determina su densidad, que es de 7.2 a 16°.

2. Obtención Industrial.

Las materias primas para la obtención industrial del estaño, son los minerales que lo contienen, las escorias que resultan del tratamiento de los mismos y los residuos de hojalata, de los cuales se recuperan notables cantidades de dicho metal.

3. Obtención del estaño de sus minerales.

El procedimiento que se sigue, para obtener el estaño de sus minerales consiste en reducirlos por medio del carbón, después de haberlos preparado convenientemente.



La preparación de los minerales de estaño -- consiste en la trituración de los mismos y separación de la ganga ó materias extrañas por levigación.

Se procede por concentración (seguida a veces de tostación clorurante), reducción y refinado.

a) El mineral, SnO_2 , debidamente pulverizado se concentra mediante lavados y tamizados que sepa-

ran las impurezas de titanato de hierro. También, - mediante flotación o por separación magnética.

b) Si le acompañan metales preciosos, se somete a tostación clorurante y se ataca, luego con - tiosulfato de sodio y ácido clorhídrico; para separar principalmente la plata y el cobre.

Se reduce, después, con carbón vegetal y fundente, fluorita por ejemplo, en un horno de reverbero y con preferencia de solera a gasógeno:



c) Si contiene wolframio, se funde con carbonato de sodio y se lava con agua para separar aquél-metal. Las escorias absorben parte del estaño, que - se recupera fundiéndolas.

d) Para su refinado se funde de nuevo el estaño a calor moderado; ó se somete a eléctrolisis, - empleando el estaño impuro en forma de barritas como ánodo, y con estaño puro de cátodo; sumergidos - en ácidos fluosilícico, H_2SiF_6 y sulfúrico.

METODOS EN EL ANALISIS DE ESTAÑO.

- | | |
|--------------------------------------------------------------|------------------------------|
| I) Gravimetría | XXIV) Schoniger* |
| II) Volumetría | XXV) Oscilopolarografía. |
| III) Complejometría | XXVI) Absorciometría |
| IV) Cromatografía | XXVII) Agentes dispersantes. |
| V) Coulometría | XXVIII) Espectrometría |
| VI) Espectrografía | XXIX) Fluorimetría |
| VII) Intercambio ionico | XXX) Iodimetría |
| VIII) Espectrofotometría ✓ | XXXI) Conductimetría |
| IX) Polarografía | XXXII) Reducción. |
| X) Fotometría | |
| XI) Voltimetría | |
| XII) Activación de neutrones | |
| XIII) Potenciometría | |
| XIV) Amperometría | |
| XV) Radiometría | |
| XVI) Colorimetría | |
| XVII) Electrolisis | |
| XVIII) Densitometría | |
| XIX) Galvanoplastia | |
| XX) B.S.I. (British -
Standards Institution) Volumétrico. | |
| XXI) Absorción atómica. | |
| XXII) Rayos - X | |
| XXIII) Fluorescencia U.V. | |

- I { Por precipitación homogénea.
Electrogravimetría.
- II { Privada de ánodo. XI { privada de ánodo,
- IV { de papel,
de columna,
de gases,
de placa fina,
de intercambio iónico,
en capa delgada,
de U.V.
gas - líquido,
líquido - sólido. XIV { biamperometría
- XXVIII { Mossbauer
de absorción ató
mica,
de fluorescencia
atómica,
de masa,
de emisión.
- VI { de rayos - X
de intercambio iónico,
de extracción,
por coprecipitación. * Los compuestos or-
gánicos previa mi-
neralización (la -
muestra se quema)-
y al final una ti-
tulación.
- VII { de cationes,
de aniones.
- VIII { de absorción - atómica,
de emisión - atómica,
de fluorescencia - atómica,
de extracción - solvente,
de intercambio iónico.
- IX { Oscilográfica.
- X { de flama,
por extracción,
por intercambio iónico.

VOL. 9 - 1962

METODOS

Material	VI	VII	VIII	IX	X	XII	XIX	XX	XXV
No, ident.			2695	139					
Aleaciones		5110							
Cu.									
Fe								1055	
Mo									1461
Aceros	3642								
Zn			3590						
Sb					608		608		
Pb ¹¹					5112				
Mo, Va, y Si			8						
Na y Zn			4122						
Sn ^{IV}				3641			1936		
Galvano - plastia soln.				1936					
Granito			2257						
Reactores N.			511						
Minerales	611								
Motores			3351						
Rocas Sil.						4713			
Impurezas			4124						

VOL. 10 - 1963

METODOS

Material	IV	VIII	IX	X	XIX	XXIV
No, ident.		1177			4104	1754
Aleaciones:						
Al	3133	2161				
As y Sb	4600	4549				
Sb			4621			
Be - Cu			4106			
Cu		2161	2166			
Fe y acero		4161				
Estibinita				4604		
Pb			2680			
Mo			2680			
Ni y Fe			3455			
Zn				57		
Zr			4117			
Minerales			2209			
Soldaduras		974				
Abonos		843				
Alimentos				4379		

VOL. 11 - 1964

METODOS

Material	IV	VI	VIII	IX	X	XIV	XV
No, ident.					3594	4791	
Aleaciones:							
Sn, Sb y Pb		5418					
Nb y Ta	3042						
Gr				1708			
Fe y Acero	1745						
Te	4831						
Zr	2616						
As ₁₁					104		
Sn					3594	4791	
Zn				2147			4210
Broncé	4735						
Silicatos	4209						
Ferrotungsteno.					1744		
Soldadura de oro.		2979					
Sal común			4725				
Compuestos							
Organicos	4365						
Cerveza				5163			

VOL. 13 - 1966

METODOS

Material	II	III	VI	VII	VIII	IX	X	XI	XII	XVII	XXIV	XXVII
No. ident.			4145		4148		5477					
Aleaciones:												
Cu, Pb, Zn y Sb.					1222							
Mo.									566			
Cr				6802								
Cu							1174					
Fe						1273						
Pb						117						
W	4147									5474		
Sb								3503				
Acero					3164	1273						
Fundición, Cu.			546									
Ferrotungs- teno.	4147											
Silicatos					4769							
Soldaduras		3502										
Minerales												1223
Rocas							3501					
Compuestos												
Orgánicos											4180	
Compuestos- Organomet.												2175
Soln. ácida						6073						
Carnes							1991					

VOL. 16 - 1969

METODOS

Material	II	IV	VIII	X	XII	XVI	XXX
Aleación:							
Metales			617				
B				2956			
Cu					1148		
Sn ^{IV}	36			92			
Sn ^{II} y							
Sn ^{IV}		1822					
Alimentos						2706	368

VOL. 17 - 1969

METODOS

Material	III	VI	VII	VIII	IX	X	XXIX
No, ident.				3386	1970		
Aleación:							
Sb - Pb						2052	
Fe	2740						
Pb - Sb				798			
Sb, Bi						36	
y Fe							115
B						116	
P							
Sn ^{IV}				797			
Metal,							
Ferroso.				864			
Minerales		3388					
Rocas,							
abono,							
Concn.			3479				
Mat. Org.				2397			

VOL. 18 - 1970

METODOS

Material	III	IV	VI	VIII	IX	XII	XXI	XXIII
Aleaciones:								
Al					813			
Cd					1525			
Cu			44					
Pb				3060				
Mn			184					
Hg					3796			
HgII			37					
Sn, Sb				860				
Ni				214				
Zn			67					
Se						3934		
Sn			3056					
Ti			3882					
Zr			3886					
Sb			2126					
Broncé			2999					
Ferro-silicon.				3991			3991	
Revesti-miento.					3876			
Minerales						3664		
Reactor - Nuclear.			2516					
Semicon-ductores.					3705			
Alcalís			1491					2211
Solventes	2323							
H ₂ O			3784					
CaSO ₄			3136					
NbO ₄			890					
AuCl ⁻ ac.		54						
Alimentos grasos.				539				

VOL. 19 - 1970

METODOS

Material	III	IV	V	VI	VIII	IX	X	XII	XXVII	XXX
No. ident.			3817	3817	1942		2840	112		
Aleación:										
Al				2112						
Al, Sb				4773						
Cu						2908				
Ge (IV)								1016		
Pb					4819					
Cd y P ⁻						1013				
Si - Cu	150									
Zn						89				
Yt				113						
Sb					2198					
SnII						156				
Silicatos				2276						
Acero						246				
Metales		40								
Meteorito								280		
Minerales					2168	2171		4815		
Fe										2248
Casiterita									1175	
Alumina				3749						
Comp. Org.	1387									
Polímeros					4985					
Alimentos- enlatados					2624					

VOL. 20 - 1971

METODOS

Material	I	II	III	V	VI	VIII	IX	X	XI	XII	XVI
No, ident.	3712	113		3606			2387				
Aleación:											
Sb					965						
As					1569						
Cu						885					
Ge										3710	
Fe - W								2452			
Pb					2986					2978	
Cr			139								
Ge y Pb											3709
Sn						1610					
U, fisión							23				
H				2305							
Ni								2390			
Latón, bronce.					3623						
Acero					4521						
Minerales					221						
Soldaduras					2392						
Material - Biológico.											2547
Alimentos		2671									
Frutas.											
Jugos.							3390				
Bebidas, dulces.							3390				

VOL. 23 - 1972

METODOS

Material	II	VI	VIII	IX	X	XII	XVI	XXVIII	XXX
No, ident.			2398	3007		1369	1400	193	
Aleación:									
Al			2290			4511			
Bi			3088						
Cu			74						
Ferroti- tanio.				280					
In			3088						
Fe			2290						
Pb						4511			
Ni			2290						
Liga, metálica.			4570						
Zn			4532						
Al, Mg, Ni					2399				
Be, Cu, Fe				4566					
In, Mn						197			
Si					198				
S									3089
Sn ^{II}	3884								
Sn ^{II} , Sn ^{IV}							237		
Latón		4523							
Bronce					3027				
Minerales			194						
Sedimentos			194						
Sílice						183			
Acero		4604							
Conservas vegetales.				4919					
Compuestos Orgánicos.					1368				
Bilis, As ⁻		3767							

VOL. 24 - 1973

METODOS

Material	II	III	IV	VI	VIII	IX	XIV
No, ident.	3318				3319	1511	3933
Aleación:							
Al						1512	
Cu				574		1512	
Fe					3470		
Mg					1467		
Zn				50			
Zr						1512	
Latón					675		
Bronce'					37		
Cd				3366			
Fe				3474			
Se				117			
Ta				3441			
As						2155	
Sn ^{II} , Sn ^{IV}			1430				
Ox. Ti (IV)				741			
Ferroman- ganeso.				3471	798		
Acero.					801		
Minerales				3416			
Petróleo.					3555		
Pigmentos				2269			
Bromatos- yodatos.				1448			
Conservas- alimenticias.		1150					
Frutas - vegetales.					2453		
Grasas.					3081		

VOL. 25 - 1973

METODOS

Material	II	VI	VIII	XI	XII	XV	XVI
No, ident.	1519			779	1491		
Aleación:							
Al		81					
Cu		1458					
Cr, níquel			163				
Pb		782			1521		
Mo		3064					
Bi			2235			2233	
Acero							2269
Ox. Ce (IV)		3009					
Ox., Y		3734					
Ac. Telérico		1549					
Minerales		3761	3760				
Otros,							
elementos.			690				
Silicatos			120				
H ₂ O de mar.			4192				
Materiales -							
biológicos.		3212			304		
Alimentos.			1902				

VOL. 26 - 1974

METODOS

Material	I	VI	VIII	IX	X	XI	XII	XXII	XXVIII	XXIX
No, ident.			3706		2603	1488				
Aleación:										
Pb			3194						85	
Au, níquel		1430								
Pb, Sn, Te	2606									
Pb, Se, Sn										86
As		1499								
Cd		2563								
Cu						3126				
Fe			3245							
Ti		2608								
U		1472								
Acero		865	3245							
Impurezas							2604			
Ox., Ta		1503								
Sal, Mg		1432								
Minerales	3192			3759						
Materiales						1381C				
H ₂ O		2932								
Conservas,										
alimenticias.		3023	489							
BN ⁻		1448								
Bilis, As ⁻		2020						639		

VOL. 27 - 1974

METODOS

	V	VI	VIII	IX	X	XI	XII	XIII	XVI
Material									
No, ident.	3847	16		3834				2522	
Aleación:						3199			
Cu		52		82					
Pb, Se									
Sb		1320							
Bi		92							
Cd		43				3199			
Cr							79		
Cu									
Acero		1936	620						
Fe, mate- riales.		1349							
Cu, fun- dido.		3133							
Minerales		3308							
Otros, metales.					78				
Materiales- semicon- ductores.		2421							
Impurezas		1693				482			
H ₂ O									
In, As -		2485							
LiF -		2432							
MgCl -		3139							
Petróleo			3367						
Muestras - marinas.						3003			1647
Alimentos			1648						
Cerveza			3613						

VOL. 29 - 1975

METODOS

Material	IV	VI	VIII	IX	XII	XIII	XVI	XXVIII	XXX
Aleaciones:			6B79						
Cd, Si, As.				5B73					
Cu			3B35						
In					5B96				
Fe			6B117						
Ni			6B117						
Nb					5B117				
Cd y Pb				2B121					
Ra					6B131				
Acero			6B118					4B202	
Bala de - plomo.			3A4C					2B124	
Gráfico	4B110								
Minerales ó rocas.			6B79					4B9	
Oxido de - Ti (IV)		1B121 2B133							
Sales de - uranio, U H ₂ O		3B85					1H29		
Arseniuro - de galio.					5B91				
Soln. de- Galvano- plastía.						3B3			
Compuestos- Organoes- tañados.			5C42						
Soln. ni - quelada.								4B127	
Eluatos de - In.	3E42								
Sn ^{II} - Sn ^{IV} - Ni			4B127						

ANALYTICAL ABSTRACTS

01. 9 - 1962

131. DETERMINACION COULOMETRICA FERRICO YODIMETRICA DE ESTAÑO. Mladinovic', S. N. Glasnik Hem. Društva, Beograd. 25-26 (1-2), 113 - 117, - - 1960 - 1961.

El método se basa en las reacciones de un ánodo de platino, de lo que resulta la oxidación de Fe^{2+} a Fe^{3+} (Mac Nevin y Baker Anal. Chem. 1952, - 4, 986) y la formación de yodo de I^- (Tutundzic' y Mladenovic Anal. chim. acta. 1953, 8, 184).

El mejor resultado de la determinación de 1-3 mg de Sn^{2+} se obtiene en 70 ml de H_2SO_4 -M, $18 \times 10^{-3}M$ a $36 \times 10^{-3} M$ en $(NH_4)_2 SO_4$. $FeSO_4$ y en KI - $5 \times 10^{-4}M$ a $30 \times 10^{-4}M$.

La electrólisis se lleva a cabo con una corriente constante de 8 ó 34 mA y el punto final se detecta con solución de almidón. El error es de - - 1%.

2257. DETERMINACION DE ESTAÑO EN ROCAS SILICATADAS. METODO ESPECTROFOTOMETRICO CON DITIOIOL. Martinet, B. Chim. Anal. 43 (11), 483 - 487, 1961.

El método descrito es apropiado para granito que contenga de 10 a 1 000 p.p.m. de Sn. La muestra de roca (0.5 g) se calienta al rojo apagado en un tubo de ensayo con NH_4I (1 g) hasta que todo el yodo se volatilice (de 15 a 30 min.). Cuando el tubo se ha enfriado, se añade una mezcla de H_2SO_4 10N - - (4 ml), H_2O (5 ml) y etanol (1 ml), y se agita hasta

que el sublimado se haya disuelto. La soln. se filtra en ácido tioglicólico (0.5 ml) y se diluye a 45 ml.

Se añaden preferentemente 2 ml de lauril sulfonato de sodio, seguidos por 0.5 ml de una soln. de ditiol al 0.5% en soln. de NaOH al 1%.

La suspensión se calienta por 10 min., en un baño maría a 60°, luego se enfría rápidamente y la extinción se mide a 530 m μ en una celda de 10 mm - contra agua o un blanco. El método es menos preciso (20% para 1 p.p.m. de Sn, en la suspensión final), pero es más conveniente para la comparación visual.

609. DETERMINACION CUANTITATIVA DE ESTAÑO POR EL METODO CROMATOGRAFICO EN PAPEL Y EN UNA COLUMNA-DE CELULOSA. Fisel, S., Franchevici, H., Balan, G. Rev. Chim., Acad. R. P. R. 6 (1), 175 - 180, 1961.

El estaño y el cobre se separan por cromatografía ascendente en papel por 5 hrs. en un tiempo-moderado con butanol saturado con HCl N.

Se describe un aparato para la aplicación de una transversal uniforme. Se agita la muestra soln., se determina el estaño en la tira de papel, rociando el cromatograma con difenilcarbocida simétrica, seguida por el registro densitométrico y la evaluación planimétrica. Los tres estándares (10, 20 y 30 μ g de Sn) se cromatografían al mismo tiempo.

El error máximo es de 10 a 50 μ g, la cantidad de Sn es de 4.5% de 0.2 a 2 mg. Las cantidades de Cu y Sn se separan en una columna de celulosa; - el estaño se eluye primero con butanol, satd., con-

HCl N y luego el Cu con butanol conc. + HCl (1:1). El estaño en el primer eluato se determina volumétricamente por titulación con KIO_3 o naranja de metilo. El error máximo es de $\pm 3.5\%$.

650. DETERMINACION ESPECTROQUIMICA DE BISMUTO, CADMIO, ESTAÑO, PLOMO Y ANTIMONIO EN TRIOXIDO DE CROMO. Shafran, I. G., Pevtsov, G. A., y Vzorova, I. F. Trudy Komiss. Anal. Khim., Akad. - - Nauk SSSR. 12, 317 - 321, 1960.

La muestra (20 g) se disuelve en 90 ml de -- HCl (sp. gr. 1.19) y la soln. se divide en dos partes iguales (A y B).

En A (control) se añaden 0.01 mg de Bi, Cd, - Sn, Pb, y Sb en soln. en HCl, y se añade a B una -- cantidad equivalente de HCl. Las soluciones se colocan en hielo y se añaden 10 ml de etanol, gota a gota, a cada una para pasar de CrO_3 a $CrCl_3$.

Las soluciones se diluyen con agua de 50 a -- 60 ml, se añaden 5.0 mg de Cu (como $Cu(NO_3)_2$), se añade como colector, la solución se neutraliza con la de NH_3 acuosa al 25%, se añade naranja de metilo y se pasa H_2S durante 5 min. a una velocidad de 2 - burbujas por seg. Después de 30 min., se filtra to do el precipitado.

El precipitado se disuelve en agua regia, el filtro se lava con 3 ml de agua y la soln. se evapo ra a sequedad en un baño maría. El residuo se di-- suelve en 0.15 ml de agua regia y los elementos se-- determinan espectrográficamente.

90. DETERMINACION SIMULTANEA POLAROGRAFICA DE IN--
DIO Y ESTAÑO. Phillips, S. L. and Morgan, E. -
Anal. Chem. 33 (9), 1192 - 1193, 1961.

A 30 ml de una soln. ácida conteniendo de 1-
a 10 mg de cada uno de los cationes Sn IV y de In--
III, se añade 0.1 g de pirogalol y 0,38 g de NH_4SCN .
Se agita hasta que se disuelva, se ajusta el pH de-
la a 1.2 con NH_3 acuoso, se diluye la soln. a 50 ml,
y se registra el polarograma.

El E 1/2 para Sn IV = - 0.16 V; para Sn II =
- 0.421 V y para In III = - 0.56 V contra el S. C. E.

1349. SEPARACION DE INDIO, ESTAÑO Y ANTIMONIO POR -
EXTRACCION LIQUIDO LIQUIDO. Kosaric, N. y Le-
liaert, G. Mikrochim. Acta (5), 806 - 810, -
1961.

Se estudió el efecto de la concn. ácida para
la extracción de Sb V de la soln. de HCl con acetato
de isoamilo y para la extracción de Sn IV y de -
In III de la soln. de HI con benceno o éter isopro-
pilico. El Sn IV y Sb V pueden separarse por ex- -
tracción de Sb V de HCl 7 M con acetato de isoamilo;
el Sn IV puede extraerse de una mezcla de In III Sb
V en HI 4 M, con benceno y el In III se extrae de -
la fase acuosa con éter isopropílico.

3533. DETERMINACION DE ORO, BISMUTO Y ANTIMONIO POR
APLICACION DE ELECTROLISIS INTERNA. SEPARA- -
CION DE BISMUTO DE ANTIMONIO Y PLOMO, Y SEPA-
RACION DE ESTAÑO DE ANTIMONIO. Deschamps, P.-
and Bonnaire, Y. Mikrochim. Acta (3), 463 - -
473, 1962.

Se da el estudio y descripción de la técnica

e electrólisis interna y su aplicación práctica a un número de problemas, especialmente a la separación y determinación de Au en presencia de Bi, Sb, Sn y Cu, con un ánodo de plata; la separación y determinación de Bi en presencia de Sb, Cu y Sn, con un ánodo de cinc; y la separación de Sn de Sb.

La técnica no es apropiada para el análisis de trazas, pero puede usarse para determinar cantidades en mg con una aproximación de 1 a 2%.

VOL 10 - 1963.

4549. DETECCIÓN DE ARSENICO, ANTIMONIO Y ESTAÑO -- CUANDO SE PRESENTAN JUNTO CON OTROS CATIONES-- POR PRECIPITACION EN PAPEL CROMATOGRAFICO. La bil, Y. M. Ukr Khim. Zhur. 28 (5), 641 - 643, 1962.

El arsénico, antimonio y estaño cuando se -- presentan al mismo tiempo (independientemente de -- sus estados de valencia) se detectan por precipitación por cromatografía en papel impregnado con 20 g de una soln. de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, 8 g de oxalato de potasio y 2 g de KI en 100 ml de agua (soln. B) o con una que contenga 20 g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, y 2 g de KI en 100 ml de H_2O (soln. A). Después de colocar la soln. prueba en la tira de papel se sumerge en moldes de para fina encerados (80° a 90°) de uno a dos minutos, y en el papel quedan las zonas concéntricas de As, Sb y Sn.

Los colores del cromatograma se describen en anillos. Puesto que el Sn, no forma una zona en ausencia de As y Sb, se detecta después añadiendo As y Sb a la soln. El papel impregnado con solución B se recomienda para un gran contenido de Sn.

La cantidad mínima detectable es, para el As de 5 a 10 μg , para el Sb de 2 a 10 μg y para el Sn de 6 a 15 μg en 0.005 ml de soln. Si los cationes de los metales pesados están presentes se precipitan con tiourea en medio alcalino, como sulfuros e hidróxidos, la soln. que contiene las tiosales de As, Sb y Sn y también las de Al, Zn y Cr, se tratan para precipitar los sulfuros de As, Sb y Sn, y el precipitado se disuelve en HCl y H_2O_2 y se trata como se describió antes.

4600. DETERMINACION DE ESTAÑO EN ALEACIONES. Stan, - M. An. Univ. "C. I. Parhon"; Bucharest, Ser. - Stiint. Nat. Chim. 10 (30), 215 -218, 1961.

Un método anterior (Ibid. 1961, 10, 57) para la determinación de Sn con soln. de yodo en acetona y adaptado para usarse en presencia de Pb (Ibid. -- 1961, 10, 61) y Cu (Stan y Zelingher, Anal. Abstrs, 1963, 10, 4601) se ha modificado, con él, las determinaciones pueden llevarse a cabo en presencia de Bi y Cd. El SnI_4 formado no se hidroliza inmediatamente, sino que la mezcla de reacción debe permanecer en reposo por un día, luego se diluye con acetona; esto produce un precipitado amarillo amorfo, el cual puede ser fácilmente recolectado en lugar de un hidróxido gelatinoso blanco.

Durante el tratamiento con yodo, se añaden de dos a tres g de KI en presencia de 0.2 g de Bi; de ninguna manera se debe añadir en presencia de Cd, porque el CdI_2 no se hidroliza.

El método se aplica a aleaciones de Sn - Bi - y Sn - Cd, que contienen cada una de 25 a 75% de --

Sn; los errores fueron $\leq \pm 0.1\%$ y $\leq \pm 0.2\%$ respectivamente. También se obtienen buenos resultados para una aleación de Bi - Pb - Sn - Cd que contenía $\approx 20\%$ de Sn. El método no se puede aplicar en presencia de Sb porque los errores se elevan a 6% .

2680. DETERMINACION POLAROGRAFICA DE COBRE, CADMIO Y ESTAÑO (0.0005 a 0.01%) EN MOLIBDENO METALICO. Yakovlev, P.Y. y Dymova, M.S. Sb Trud. -- Tsentr. Nauch. - Issled. Inst. Chern. Metallurg. (24), 133-5, 1962.

Para determinar Cu y Cd, se disuelve 1 g de muestra en 30 ml de agua regia, se evapora la soln. a sequedad, se disuelve el residuo por calentamiento con 15 ml de NH_3 acuoso, se añaden 0.5 g de NH_4Cl , 1 ml de una soln. de gelatina al 1% y 0.5 g de Na_2SO_3 y después de 10 ó 15 min., se registra el polarograma de Cu y de Cd de -0.1 a -0.8 V (relativo al ánodo de mercurio). Para determinar Sn, se disuelve 1 g de muestra en 30 ml de agua regia, se añaden 10 ml de H_2SO_4 (sp. gr. 1.84), se evapora a humos, se añaden 150 ml de agua y 1 ml de soln. de BaCl_2 al 1%.

Se deja en reposo por 30 min., y se filtra, se lava el precipitado (x 3 ó 4) con agua, acidificando con H_2SO_4 ; se añaden 4 ml de soln. de $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot \text{K}_2\text{SO}_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$ al 1% al filtrado, luego se añade NH_3 acuoso en ligero exceso. Se coloca la mezcla aparte en un crisol calentando por 20 min., luego se filtra. Se lava el precipitado dos veces con NH_3 acuoso al 0.25% y dos veces con agua. Se disuelve el filtrado con 10 ml de HCl 6 N, y se lava el filtrado con 10 ml de HCl 6 N, a la soln. re-

ultante se añade 1 ml de una soln. de gelatina al-
%, se eleva a 25 ml con HCl 6 N, y se registra el-
polarograma de -0.3 a -0.6 V (relativo al S.C.E.).-
La aproximación del método es de 0.0002 a 0.003% ab
soluta para un contenido de Cu, Cd o Sn de 0.0005 a
0.01%.

249. DETERMINACION DE ESTAÑO EN NIQUEL METALICO Y-
HIERRO. Yakovlev, P.Y., Razumova, G. P. y Dy-
mova, M. S. Sb. Trud. Tsentr. Nauch. Issled.-
Inst. Chern. Metallurg. (24), 168 - 71, 1962.

Después de disolver el níquel en HNO_3 , o el-
Fierro en una mezcla de HCl y HNO_3 , se precipita el
Sn, de la soln. con ácido arsénico 1 antraquinona -
(antraquas), y se determina, después de quemar, el-
papel filtro, polarográficamente en una solución bá-
sica de HCl de -0.4 a -0.6 V contra el E.S.C., o fo-
tócométicamente con fluoruro de fenilo a 500 μ . El
Sn en fierro se determina sólo polarográficamente;-
la influencia de Fe III, que absorbe en el precipi-
tado de antraquinona con el Sn, se elimina por con-
versión del Fe III en Fe II por medio de fierro me-
tálico reducido en H_2 .

2655. DETERMINACION POLAROGRAFICA DE ESTAÑO Y NI- -
QUEL EN ALEACIONES DE ZIRCONIO (BAJO CONTENI-
DO). Yakovlev, P. Y. y Malinina, R. D. Sb. --
Trud. Tsentr. Nauch. Issled. Inst. Chern. Me-
tallurg. (24), 140 - 6, 1962.

El método se aplica a la determinación simul-
tánea de 0.1 a 10 mg de Sn y de 1 a 3 mg de Ni.

El estaño se determina en una soln. Básica -
de HCl 6 N, cuando el Zr, no se reduce y no inter--

fiere. El níquel se determina en una soln. básica de NH_3 acuoso y NH_4Cl . Procedimiento.- Se disuelven de 0.25 a 0.5 g de aleación en 20 ml de HNO_3 en presencia de 0.5 g de KHF_2 , se evapora la soln. a sequedad, se disuelve el residuo en 20 ml de HCl (sp. gr. 1.19) y se añade suficiente NH_3 acuoso. Se precipitan los hidróxidos de Sn y Zr y se añaden 5 ml de exceso.

Se filtra y se disuelve el precipitado en HCl caliente (1:1), se enfría la soln., se añaden 10 gotas de soln. de gelatina, al 1%; se diluye a 100 ml con HCl (1:1), y se registra el polarograma para Sn de -0.4 a -0.6 V. Al filtrado se añaden 25 ml de soln. básica (500 ml de NH_3 acuoso, con 500 ml de agua y 25 g de NH_4Cl), 10 gotas de soln. de gelatina al 1% y 5 ml de una soln. satd. de Na_2SO_3 , después de 5 min. se registra el polarograma para Ni de -0.9 a -1.1 V.

El contenido de Sn y Ni, se determina por el método de adición.

VOL. 11 - 1964.

042. ESTUDIO DE INTERFERENCIAS EN LA YODOMETRIA DE ESTAÑO. SUS APLICACIONES AL ANALISIS DE MINERALES. III. INTERFERENCIAS DE TANTALO Y NIOBIO. Guedes de Carvalho, R. A. Rev. Port. Química. 5 (2), 55 - 7, 1963.

En la determinación de Sn, por titulación de todo, después de la reducción por el hierro y aluminio; la presencia de Nb o Ta causa una predisposición positiva o negativa, respectivamente. Los errores tienden a compensarse cuando las interferen

ias de los elementos están presentes en cantidades similares. En el método descrito, el Sn es precipitado con H_2S , el Nb y Ta dan complejos con el ácido tartárico.

Los resultados, sin embargo, muestran las mismas características que los que se obtienen cuando el Nb y el Ta están presentes.

418. ESTUDIO ESPECTROFOTOMETRICO DE LA FORMACION Y ESTABILIDAD DE LOS COMPLEJOS FORMADOS ENTRE EL ESTAÑO TETRAVALENTE EN SOLUCION ACUOSA Y DITIZONA EN ISOPENTANOL. DETERMINACION FOTOMETRICA DE ESTAÑO EN ALEACIONES DE ESTAÑO, ANTIMONIO Y PLOMO. Vancea, M. Stud. Cercet. -- Chim. Cluj. 13 (2), 203 -11, 1962.

El espectro de absorción de la ditizona a 10^{-4} M (1) en isopentanol, tiene un máximo a 440 y 400 $m\mu$ y un mínimo a 510 $m\mu$. El espectro de la soln. 1, la cual ha sido agitada por 3 min., con un volumen igual de Sn^{4+} acuoso, equimolecular, tiene un sólo máximo a 530 $m\mu$.

El complejo puede determinarse antes en presencia de un exceso de reactivo. La proporción de Sn, en ditizona es 1:1.

El complejo no puede separarse como un sólido; su constante de estabilidad es de 1.27×10^{-4} .

Procedimiento para las aleaciones.- Se disuelve la muestra en HNO_3 y ácido tartárico, se separa el Sb, por medio del polvo de aluminio, se precipita el Pd como $PdSO_4$; luego se diluye el filtrado, y se agitan las alícuotas a PH de 1.5, en un tubo de separación con la soln. 1, por 3 min. Se de

ja en reposo por 10 min., luego se mide la extinción de la capa orgánica a $530\text{ m}\mu$ contra isopentanol. Se trata la soln. de referencia, la cual contiene de 0.25 a 2.5 mg de Sn por ml, del mismo modo. El error es del 2%.

4735. ANALISIS VOLUMETRICO DE FOSFORO EN BRONCE. I. TITULACION VOLUMETRICA DE ESTAÑO. Furuya, M. y Tajiri, M. Japan Analyst. 12 (1), 59-61, -- 1963.

Para completar la formación del complejo de Sn, con EDTA (0.01 M, 25 ml) en un medio de HCl de 0.1 a 0.3 N, la soln. debe conservarse de 30° a 50° por 3 min. La mezcla luego se enfría a 15° y se trata con tiourea (1) en soln. (al 10%, 25 ml), para enmascarar al Cu, y el exceso de EDTA se trata con soln. de ZnCl_2 , a $\text{pH } 5 \pm 0.2$ con naranja de xilenol, como indicador. El fósforo, (< 3 mg para aumentar a 20 mg de Sn en 200 ml de soln.), debe convertirse primero en PO_4^{3-} .

11. TITULACION VOLUMETRICA DE ESTAÑO Y COBRE EN FOSFORO BRONCE CON NARANJA DE XILENOL COMO INDICADOR. Furuya, M. y Tajiri, M. Japan Analyst. 12 (4), 389 - 94, 1963.

Este método es apropiado para determinar ≈ 10 mg de Sn y ≈ 50 mg de Cu, con el error relativo respectivo de 1 y 0.1%; una determinación se lleva ≈ 18 min. El Cu se determina de la diferencia en parte de la muestra en soln. en presencia y ausencia de H_2O_2 .

Procedimiento.- Se calienta la muestra (1g) con 10 ml de HCl y 3 ml de HNO_3 , se diluye a 250 ml

se usa una porción para determinar Sn, como se describe en la Parte I. Se añaden 2 ml de HCl y 150 ml de agua caliente a cada una de las 2 porciones.

Se calienta de 30° a 50°, y se añaden de 40- a 60 ml de soln. de EDTA 0.02 M en ambas soluciones y se añaden 10 ml de la soln. de 12 al 10% a una de ellas.

Se deja la soln. en reposo por 3 min., se enfría a $< 15^\circ$ se ajusta el pH a 5 ± 0.2 con soln. de hexamina al 30%, y se titula cada una con $ZnCl_2$ - 0.02 M (como indicador naranja de xilenol).

1744. DETERMINACION FOTOMETRICA DE ESTAÑO EN FERRO-TUNGSTENO. Jankovsky, J. Hutn. Listy. 18 (4), 276 - 278, 1963.

Procedimiento - Se funde 0.5 g de la muestra pulverizada en un crisol de fierro con 2 g de Na_2CO_3 y 2 g de Na_2O_2 . Se disuelve esta en 150 ml de H_2O , se añade 5 ml de etanol, y se hierve con agitación por 5 min. Se lleva hasta 250 ml con H_2O , luego se filtra, eliminando la primera porción del filtrado; a la siguiente porción de 25 ml, se añade 5 ml de soln. de ácido tartárico al 10% y 1 gota de soln. de fenoltaleína al 1%; se neutraliza con H_2SO_4 10 N se añade 0.5 ml en exceso, y se hierve; se enfría, se neutraliza con soln. de NaOH al 10%, se hace ácida con 1 gota de H_2SO_4 10 N y se añade 10 ml de soln. buffer de acetato (pH 5.5). Se añade 5 ml de la soln. de dietil - ditiocarbamato de Na al 1% (1), y, después de 5 min., se extrae por 1 min. con 25 ml de $CHCl_3$.

Se repite el procedimiento con 2 ml de soln. e 1, y 10 ml de CHCl_3 . Los extractos se combinan, se añade una mezcla de 5 ml de H_2SO_4 10 N, 8 ml de H_2O y 2 ml de soln. de KMnO_4 al 2%, y se agita por 5 min., luego se añade 2 ml de soln. de H_2O_2 al 3%, y se agita hasta que la soln. llega a ser incolora. Se añade 5 ml de soln. de ácido tartárico al 10%, se agita y se elimina la capa de CHCl_3 . Se filtra la capa aq., y el filtrado y combinado aq. se lava (2 x 5 ml), se añade 5 ml de soln. de gelatina al 0.5% y 10 ml de soln. de fluoruro de fenilo al 0.03%. Se diluye con H_2O a un vol. conocido, y, después de 20 min., se mide la extinción con un filtro azul-verde (S 50) contra un reactivo como blanco y se compara con una curva de calibración. Los resultados del análisis de muestras contienen de 0.045 a 0.1% de Sn de acuerdo con esta determinación yodométrica.

1745. DETERMINACION DE ESTAÑO EN FIERRO Y ACERO POR TITULACION VOLUMETRICA. Wakamatsu, S. Japan-Analyst. 11 (11), 1151-1155, 1962.

Después de la descomposición de la muestra con $\text{HNO}_3 - \text{HClO}_4$, el Sn, ($\approx 0.01\%$) es copptd. a pH de 8 a 9 con Be en presencia de EDTA. El pptd. se trata con H_2SO_4 y KClO_3 (se descompone, acompañado de EDTA), luego se trata con ácido ascórbico, una cantidad conocida de soln. de EDTA y de una soln. buffer de acetato de amonio. Se ajusta el pH de 2 a 3, y el exceso de EDTA se titula con $\text{Th}(\text{NO}_3)_4$ 0.001 M, en naranja de xylenol. La influencia de Fe y W se elimina de este modo por completo.

VOL. 12 - 1965.

885. DETERMINACION DE ARSENICO, ANTIMONIO Y ESTAÑO EN CARBONIL FIERRO POR FLUORESCENCIA DE RAYOS X. De Bruyne, P. Fermentation. (1), 28 - 39, 1964.

El uso de agentes dispersantes y no dispersantes se describen en estas técnicas, y se discuten la exactitud y los límites de detección. Para muestras de hierro conteniendo carbonilo se añade As_2O_3 , Sb_2O_3 y estaño pulverizado, la velocidad de las oscilaciones se mide con un Geiger o contador de centelleo.

No se mejora exactamente por el uso de un filtro de aluminio titanio (20:1). La curva de calibración de proporción de pulsos vs. la concn. de impurezas, muestra que los mejores resultados se obtienen usando la técnica de dispersantes (se analizan ángulos de As, 34.1° , Sb, 13.65° , y Sn, 13.9°) - con altas oscilaciones parciales.

2147. DETERMINACION DE IMPUREZAS EN ALEACIONES DE PLATA. II. DETERMINACION DE ESTAÑO, ANTIMONIO, COBALTO, NIQUEL, ORO Y MANGANESO. Chwastowska, J. and Skorkotrybula, Z. Chem. Anal. Warsaw. 9 (1), 123 - 130, 1964.

El estaño y Sb se copptd. de la muestra soln. con MnO_2 , el pptd. se disuelve en HNO_3 y H_2SO_4 , y el Sn, se determina en una porción de esta soln. -- con fluoruro de fenilo; después de la extracción de Sb con soln. de dietil - ditiocarbamato de Na, la otra porción se usa para la determinación de Sb con rodamina B (C.I. violeta básica 10). La plata y co

re, se eliminan electrolíticamente de la muestra - soln. antes de la determinación de Co con 1 - nitro - 2 - naftol y Ni con dimetil - glioxima. El -- ro, el cual se separa con el gráfita durante la di - olución de la muestra, se determina subsecuentemen - e con p - dimetil aminobenzilidene - rodamina. - El método formaldoxima con KCN se usa para la deter - minación de Mn, después se elimina la Ag, como AgCl y Fe con ZnO.

03: DETERMINACION VOLUMETRICAS DE ESTAÑO (II) CON - FERRICIANURO DE POTASIO EN PRESENCIA DE INDI - CADORES REDOX. Basinska, H. and Rychcik. Ta - lanta. 10 (12), 1299 - 1302, 1963.

Se titula el Sn^{II}, de 10 a 300 mg en HCl 9N - con K₃Fe (CN)₆ 0.1 M con cualquiera de los dos, co - mo indicador 3,3 - dimetil naftidina u o - dianisi - lina, el punto final es muy marcado, y el error es - < 0.1%. El plomo, Ag, Zn o Al no interfieren, y el método se aplica a aleaciones de Sn y Pb.

181. DETERMINACION DE ALUMINIO, Y ESTAÑO EN ALEA - - CIONES DE TITANIO. Slama, J. Hutn. Listy. 19 (1), 51 - 52, 1964.

Procedimiento: (i). Para Al.- Se disuelve -- 0.5 g de la muestra en 40 ml de HCl conc., se añade gota a gota HNO₃ (1:1) hasta que la soln. violeta - se torna amarilla, luego se evapora hasta ≈ 30 ml.- Se añade 50 ml de una soln. de H₂SO₃ de 5 a 6% y 10 ml de H₃PO₄ (1:4), se diluye a 300 ml, y se hierve - por 15 min. Se transfiere el líquido con el pptd.- de Ti, a un vaso de 500 ml, y se diluye hasta la -- marca.

La mezcla se deja en reposo por 12 hrs., luego se evapora 100 ml del líquido, hasta \approx 40 ml, de la superficie nadante. Se enfría, se neutraliza en fenoltaleína con NH_3 aq., se elimina el color con HCl (1:1), y se añade 4 ml de este ácido en exceso.

Se añade 50 ml de la soln. del reactivo (15-g de EDTA (sal de sodio) en 500 ml de H_2O , 80 g de hexámina en 200 ml de H_2O y 14 g de $(\text{NH}_4)_2 \text{HPO}_4$ en 200 ml de H_2O , se mezcla, y diluye a 1 litro con H_2O) y, si el Cr o V está presente, se añaden de 0.2 a 0.3 g de cloruro de hidroxilamonio, luego se hierve de 1 a 2 min. Se enfría, se añade naranja de xlenol - NaCl (1:100), y se titula la soln. a verde brillante con ZnCl_2 0.05 M hasta que aparece un color violeta estable. Se añade 5 ml de la soln. de NH_4F al 20%, se hierve de 1 a 2 min., se enfría y se titula el EDTA liberado (equiv. al Al) con ZnCl_2 0.05 M.

El hierro (\rightarrow 50 mg) y Ti (\rightarrow 24 mg) no interfieren (ii) para el Sn. Se disuelve 1 g de la muestra en 50 ml de HCl concn. Se diluye con H_2O hasta 100 ml, se añade 2 g de la hoja de aluminio y 30 ml de HCl conc. (gota a gota), y se calienta en una atmósfera de CO_2 , hasta que la hoja se disuelva. Se enfría, se diluye a 300 ml con H_2O se añaden 5 ml de soln. de almidón, y se titula con yodo 0.05 N a 0.1 N. Los mejores resultados se obtienen para muestras que contienen \approx 5% de Al y \approx 2% de Sn.

5426. SEPARACION DE ESTAÑO POR INTERCAMBIO DE IONES DE ROCAS SILICATADAS. Huffman, C. and Bartel, A. J. U.S. Geol. Surv., Profess. Papers. - - (501 - D), 131 - 133, 1964.

Una muestra de 2 g, se descompone con HF, -- HNO_3 , HClO_4 y H_2SO_4 , el residuo final se recibe en HCl , cualquier residuo insoluble se funde con NaOH en un crisol de zirconio, y este se filtra, se neutraliza con HCl y luego se le añade la soln. principal 10 ml de ácido oxálico 0.5 M, y la soln. se diluye a 100 ml. En una columna Dowex 1 - x 8 se colocan las resinas (de 50 a 100 mallas, en forma de Cl^-) se pasa el oxalato para convertirse en 100 ml de ácido oxálico 0.1 M; la muestra en soln. se coloca en la columna, la cual luego se lava, y el Sn se eluye con 100 ml de H_2SO_4 M.

Una alícuota apropiada, se trata con 0.1 ml de ácido mercaptoacético al 80% y 3 ml de la soln. - aq. de dietilamonio dietilditiocarbamato al 1% (1) - y se extraen con 10 ml de CHCl_3 . La adición de 1 y la extracción con CHCl_3 se repite dos veces. Al combinado de extractos se le añaden 5 ml de HNO_3 , 4 ml de H_2SO_4 y 5 ml de HClO_4 , y la soln. se evapora hasta ≈ 0.5 ml, luego se enfría y diluye con 25 ml de H_2O . Se mezcla una alícuota apropiada (de 1 a 3 ml, contiene $<$ de 4 μg de Sn) con 7.5 ml de dimetilformamida seguida por 2 ml de la soln. de hidroxiflavona (0.05% en 95% de etanol), se diluye a 25 ml con H_2O , y se deja en reposo por 30 min.

La fluorescencia azul se mide en una celda - de 5 cm. Se presentan los resultados y discuten.

VOL. 13 - 1966.

4032. DETERMINACION COMPLEJOMETRICA DE BISMUTO, PLOMO Y ESTAÑO EN ALEACIONES BISMUTO - PLOMO - - ESTAÑO Y DE INDIO EN ALEACIONES INDIO - PLOMO ESTAÑO - PLATA. Shakhova, P. G. Zav. Lab. 31 (4), 408 - 410, 1965.

Análisis de la aleación de Bi - Pb - Sn. La muestra de 0.5 g se calienta con 50 ml de HCl, y la disolución se completa por adición de la soln. de H₂O₂ al 30%. La soln. se hierve para eliminar Cl, se enfría y diluye a 100 ml, el contenido de HCl debe ser $\leq 15\%$ (v/v). Una alícuota de 10 ml se trata con 1.5 a 3 ml de la soln. de ácido tartárico al 20%, 0.05 g de naranja de xylenol - KNO₃ y 30 ml de agua, luego se trata con la soln. de acetato de amonio al 20% que da un color naranja, y con suficiente agua da un color carmesi (pH entre 2 y 3).

El Bi, luego se trata con EDTA 0.25 M hasta un color amarillo. El punto final, se obtiene finalmente después de la adición de una soln. más de acetato de amonio de 1 a 2 ml. La soln. se titula con NH₃ aq. al 10% para dar un color rojo de pH ≈ 5 , se añade de 50 a 100 ml de agua, 0.03 g de naranja de xylenol-KNO₃ y de 10 a 15 ml de soln. de hexamina al 20%. El Pb, luego se trata con EDTA 0.25 M. Se determina el total de Bi, Pb y Sn, de una alícuota de 10 ml de la soln. original que se calienta por 5 min., con exceso de EDTA 0.025 M y 50 ml de agua; luego se enfría y se trata con 50 a 100 ml de agua, 0.05 g del indicador, suficiente soln. de acetato de amonio al 20% (se añade lentamente) para dar un pH de 5, y 15 a 20 ml de soln. de hexamina al 20%.

El EDTA, no consumido se determina por titulación con acetato de Zn 0.025 M, ó acetato de Pb.

Determinación de In, en aleación de In - Pb - Sn - Ag. La muestra de 0.2 a 0.5 g se disuelve en 15 ml de H_2SO_4 , y la soln. se enfría junto con el ppt. de $PbSO_4$, se diluye a 250 ml; luego se filtra. Una porción de 50 ml del filtrado se mezcla con 5 ml de soln. de ácido tartárico al 20% y 100 ml de agua, y se calienta a 70° . El pH se ajusta entre 3 y 4 con NH_3 aq. al 10%, y se añade 0.05 g de naranja de xilenol - KNO_3 . Luego, se añade una soln. de acetato de amonio al 20%, dando un color carmesí de pH entre 4.5 y 5, y el In se titula con EDTA 0.025-M hasta el punto final, amarillo.

2352. DETERMINACION ESPECTROFOTOMETRICA DE PEQUEÑAS CANTIDADES DE HIERRO EN ALEACIONES DE ESTAÑO-PLOMO CON EDTA COMO AGENTE ENMASCARANTE. Onuki, S., Watanuki, K. and Yoshino, Y. Japan -- Analyst, 13 (1), 23 - 27, 1964.

El Fe (0.002 a 0.1%) en cada muestra, se determina por el método 1, 10 - fenantrolina a pH 5.- El EDTA se usa para enmascarar Zn, Cu, Pb, Sn, Bi y Sb.

566. DETERMINACION DE IMPUREZAS EN ALUMINIO POR -- ANALISIS DE ACTIVACION. V. DETERMINACION DE -- ANTIMONIO, ESTAÑO, ESCANDIO, HAFNIO, CROMO, -- COBALTO, FIERRO, ZINC E INDIO. Kiesel, W., -- Hecht, F. and Sorantin, H. Mikrochim, echnoanalyt. Acta., (6), 954 - 966, 1964.

El procedimiento se describe para la determinación de los elementos nombrados, cada uno presen-

a la extinción de ≈ 1 p.p.m. Después de la activación de la muestra, y separación selectiva de grupos de los elementos por, e. g., destilación, extracción y pptn. los componentes de los grupos se analizan por rayos γ , espectrometricamente. (Para Part IV ver Analyt. Abstr., 1965, 12, 5059).

222. DETERMINACION ESPECTROFOTOMETRICA DE ESTAÑO - (IV) POR EXTRACCION DE YODURO ESTANNICO EN YODO - ETANO. Paul, A.D., and Gibson, J.A. Analyst. Chem., 36 (12), 2321 - 2324, 1964.

En una aleación de Sn, de $\approx 1\%$ que contiene además Cu, Pb, Zn y Sb, la determinación se efectúa por medio de la reacción de Sn^{4+} (0.0001 a 0.001 M) con KI 4 M en HCl 1.2 N, seguida por la extracción, resultando un complejo amarillo en yodoetano 0.1 M - se mide la extinción de la fase orgánica en una celda de 1 cm de 410 $m\mu$ a 440 $m\mu$ vs. un reactivo como blanco.

Es necesario eliminar Pb y Cu inicialmente, por tratamiento con una pequeña cantidad de KI. El precipitado formado por esta reacción y por oxidación al aire, durante la extracción se elimina, por la adición posterior de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Cuando el Sb^{3+} está presente en concn. > 0.001 M, la extinción debe medirse a 440 $m\mu$. Se discute la condición en el control de operación y de interferencia.

OL. 14 - 1967.

2. DETERMINACION ESPECTROFOTOMETRICA DE ESTAÑO -- CON RODAMINA B (C. I. VIOLETA BASICA 10). Arne sen, R.T., and Selmer Olsen, A.R. Analytica -- Chim. Acta., 33 (3), 335 - 338, 1965.

Cuando una soln. de rodamina B, en \approx HCl 2 N, se trata con acetato de etilo, se forma un color rojo en la fase orgánica, la intensidad del color se incrementa si el Sn^{IV} está presente. A 572.5 nm se cumple la Ley de Beer que aumenta a 0.7 mg de Sn -- por 20 ml.

El método que se describe, se basa en estos hechos, para la determinación de Sn, en aleaciones.

El zinc, Hg^{II}, Fe^{III}, Sb^{III}, Sb^V y Bi, interfieren y deben eliminarse antes de la determinación.

3. DETERMINACION DE ESTAÑO POR CONTROL - POTENCIAL COULOMETRICO. Wise, W.M., and Williams, J.P. Analyt. Chem., 37 (10), 1292 - 1294, 1965.

El método que se basa en la investigación de medidas (Analyt. Abstr., 1955, 2, 3551; ibid., 1959, 6, 141), consiste en la reducción electrolítica y oxidación de Sn, con un electrolito de mercurio -- con un soporte electrolítico de KBr 3 N, HBr 0.2 N, y una atmósfera de N. El electrodo auxiliar es una espiral de platino en H₂SO₄ 2 N en compartimiento -- con el ánodo, y se usa un electrodo de referencia, -- plata - AgCl.

El Sn⁴⁺ se reduce primero a Sn²⁺, que es único, se reduce a Sn a 0.70 V; luego la polaridad del electrodo se invierte y el Sn, se oxida a 0.30 V, --

hasta que la corriente de fondo es \leq de 0.01 mA. Esta corriente de fondo es generalmente una fracción mucho más pequeña del total de corriente que es de reducción de la corriente de fondo, así que también se obtiene el blanco más pequeño, y la mayor exactitud y precisión.

Las interferencias por Pb, Cd y V, pueden generalmente controlarse, excepto el Sb^{3+} , que debe eliminarse inicialmente por reducción a Sb (como amalgama) a 0.30 V, registrando Sn en la soln. aq. El error es $\approx +0.04\%$ (11 determinaciones).

El método se aplica a concentrados de minerales, vidrio y latón, bronce; y el procedimiento se describe por la disolución de cada uno de esos tipos de muestra.

1282. DETERMINACION DE ANTIMONIO, ESTAÑO, SELENIO, ARSENICO, GERMANIO, Y COBRE EN EL RANGO DE MICROGRAMOS Y EN PRESENCIA DE OTROS POR FLUORESCENCIA DE RAYOS - X. ESPECTROGRAFIA. Wlotzka, F.Z. Analyt. Chem., 215 (2), 81 - 85, 1966.

A la muestra de 0.1 a 500 μg de Sb, Sn, Se, As, y Ge en HCl 0.4 M, se añaden 100 μg de Cu^{2+} como portador y patrón interno, y se pasa H_2S a través de la soln. Se recolecta el ppt. en un filtro de membrana para dar un depósito aproximado de 15 mm en diámetro.

Se seca el filtro al vacío, y se examina por fluorescencia de rayos - X (pieza de tungsteno; 50-KV, 20 mA, LiF ó cristal de topacio). Cuando el Cu existe se determina; otro de los elementos, se emplea como portador y patrón.

362. DETERMINACION VOLUMETRICA DE ESTAÑO (II) USANDO ORTOVANADATO DE SODIO Y MEZCLADO DE 3, 3, - DIFENIL BENZIDINA - METILENO AZUL (INDICADOR). Wawrzyczek, W. and Wisniewska, K. *Chemia Analyt.*, 10 (6), 1287 - 1291, 1965.

La titulación de Sn^{2+} de 3 a 66 mg con la solución de Na_3VO_4 en una atmósfera de CO_2 , con el uso interno del indicador nombrado dada la mezcla, cuando el Pb^{2+} está ausente los resultados difieren por $\leq 0.5\%$ esto se obtiene por yodometría, y difieren por 0.92% cuando una cantidad igual de Pb^{2+} está presente. El método es rápido y simple, y el cambio de color, dos veces de azul intenso a incoloro a violeta - azul, es muy marcado.

939. SEPARACION Y DETERMINACION DE CLORURO DE ARSENICO (III) Y CLORURO DE ESTAÑO (IV) POR CROMATOGRAFIA DE GASES. Dennison, J.E. and Freund, H. *Analyt. Chem.*, 37 (13), 1766 - 1768, 1965.

La separación completa de los componentes de una mezcla de AsCl_3 , SnCl_4 (hasta 15 mg cada una) y FeCl_4 ; se efectúa en una columna preacondicionada de 24.5 ft x 5 a 6 mm con Halocarbon 6 - 00 al 24.5% (un polímero de clorotrifluoro etileno) en Chromosorb W (de 50 a 60 mallas) a $\approx 110^\circ$ con He (≈ 85 ml por min.) como gas portador y un detector de conductividad térmica. Se usa un aparato todo de vidrio, incluyendo un dispositivo para muestreo repetitivo y rápido de los líquidos reactivos en una atmósfera inerte.

Los errores ($\neq 6\%$) se deben principalmente a la volatilización prematura de la muestra durante la inyección.

940. CROMATOGRAFIA EN CAPA DELGADA DE LOS IONES --
 INORGANICOS. IV. SEPARACION DE ARSENICO, ANTI--
 MONIO Y ESTAÑO EN DITIZONA. Hranisavljevic, --
 J.M. and PejkoVIC - Tadic, I. Mikrochim. - --
 ichnoanalyt. Acta. (5 - 6), 936 - 939, 1965.

La soln. de prueba de 1 ml se ajusta para --
 er 6 N en HCl, se agita con 1 ml de la soln. de di--
 izona al 0.1% en benceno. La capa de benceno se --
 elimina, de la fase aq. se ajusta a pH de 3 a 4 con
 aHCO₃ sólido y se repite la extracción con ditizo--
 a. Una porción de 20 μ l de los extractos combina--
 dos se aplica a una capa (de 0.2 mm de espesor) de--
 celulosa MN 300, y se revela con hexano benceno (4:
); la separación se lleva 10 min. Los colores y --
 el valor de los R_F obtenidos se tabulan.

VOL. 15 - 1968

957. PRUEBAS DE MANCHAS EN ALEACIONES PARA LA DE--
 TECCION ELEMENTAL DE ARSENICO, ANTIMONIO, Y --
 ESTAÑO. Feigl, F. and Chan, F.L. Chemist Ana--
 lyst. 56 (1 - 2), 13 - 14, 1967.

El arsénico se detecta por cosublimación con
 NH₄Cl ó NH₄Br con cualquiera de los dos se deposita
 un precipitado negro, en las paredes frías del tubo,
 ó por síntesis pirolítica de As₂S₃ por calentamien--
 to de la muestra con azufre. El sulfuro se disuel--
 ve en NH₃ aq. ó soln. de carbonato de amonio, y la--
 adición de la soln. alcalina de Hg (CN)₂, produce --
 un ppt. negro ó gris, si el As está presente.

El antimonio se detecta por sublimación con--
 NH₄Cl ó NH₄Br y se humedece con el sublimado algo--

ón humedecido en $\text{Hg}(\text{CN})_2$ alcalino; una mancha negra en el algodón indica la presencia de Sb. El estaño, en fusión con NH_4Br , forma SnBr_2 , el cual im-
parte un color azul al algodón humedecido con soln.
de molibdato de amonio.

La prueba para As, también es sensible con μg , por lo cual la pulverización de la muestra es innecesaria; el As interfiere en la primera prueba, pero no en la segunda.

728. DETERMINACION DE CANTIDADES EN MICROGRAMOS DE ESTAÑO (IV) POR UN INTERCAMBIO IONICO / RAYOS X. TECNICA DE FLUORESCENCIA. Chamberlain, - B.R. and Leech, R.J. Talanta. 14 (5), 597 - - 601, 1967.

La determinación en μg de Sn en soln. de HF al 1% (se usa en el grabado de vidrio - el cual contiene Sn) por espectrografía fluorescente de rayos-X directa es insuficientemente sensible. En el método descrito, el Sn se extrae del primer círculo - (1.5 en diám.) durante el intercambio de iones en el $\frac{1}{16}$ papel (Rohm and Hass SB - 2 contiene Amberlita-RA - 400) en una soln. de HCl 6 M. Después de la inmersión por 18 hrs. el papel se seca y asciende a la espectrografía de la muestra, y la fluorescencia se mide (en una barra de cromo; se analiza la línea de Sn $L \alpha 3.6 \text{ A}^\circ$). Todas las muestras se comparan con una sola referencia para obtener la relación de muestra / referencia la cual se refiere en una curva de calibración preparada de la soln. estandar de Sn. El método se propone para la determinación de la 20 μg de Sn, pero puede usarse para aumentar a 250 μg ; 5 μg de Sn pueden detectarse con una exac

itud de $\pm 10\%$. Otros elementos presentes en el vi
rio no interfieren.

351. SEPARACION Y DETERMINACION DE TRAZAS DE ESTA-
ÑO EN LINGOTES DE HIERRO Y ACERO. Specker, H.
and Graffmann, G.Z. analyt. Chem., 228 (6), -
401 - 405, 1967.

Se disuelve 5.6 g de la muestra en 30 hasta-
10 ml de HCl caliente al 37%, se añaden nuevamente-
10 ml de HCl y, gota a gota de 5 a 7 ml de la soln.
de H_2O_2 al 30%. Se evapora la soln. hasta ≈ 20 ml,
se enfría, y se ajusta el vol. a 100 ml con el HCl.
De acuerdo con el contenido de Sn, se agita una alí-
cuota de 20 a 100 ml con un vol. igual de tributil-
fosfato 2.5 M en benceno por 1 min., se separan las
fases, y se lava la fase orgánica (que contiene más
de Fe) con HCl (2 x 5 a 10 ml). Al combinado aq. de
las fases se añade 10 ml de H_2SO_4 2.5 M se evapora-
a humos, se hierve con 10 a 20 ml de H_2O para disol-
ver los sulfatos, se enfría, y se añade de 20 a 25-
ml de NaI 4 M, $NaClO_4$ 4 M. Se añade 10 ml de $HClO_4$
al 70% y se reduce la mayoría del yodo liberado con
 Na_2SO_3 sólido, luego se agita por 15 seg., con 25 -
ml de benceno. Se trata una alícuota conveniente -
de la fase bencénica, que contiene SnI_4 , con un po-
co de H_2O y 4 ml de HCl, y se evapora el benceno --
por calentamiento en un baño de arena. Se añade 2-
ml de la soln. de ácido ascórbico al 2%, se neutra-
liza con tropaeolin 00 (C.l. naranja ácida 5) en --
soln. satd. de acetato de Na, luego se añaden 5 ml-
de la soln. de poli(vinil - alcohol) al 10%. Se mez-
clan, se trata con 2 ml de soln. de hemateina al --
0.05% en dioxano, diluido a 100 ml, y después de 30
a 60 min. se mide la extinción en un filtro S59. --

Desde 0.001% el Sn puede determinarse con un error relativo de $\pm 1.7\%$.

725. ANALISIS ESPECTROGRAFICO PARA ESTAÑO EN PRESENCIA DE MINERAL DE ESTAÑO. Tynichuk, P., Mykytiuk, A., Russell, D.S. Can. Spectrosc., 11 (5), 129 - 130, 140. 1966.

El método es apropiado para minerales conteniendo 0.03 a 10% de Sn, tiene un coeficiente de variación de 3.5% (10 determinaciones). Interferida por NaCl, cuando se presentan concn. $\geq 10\%$ puede sujetarse a dilución con Sn libre de minerales. El sulfuro de cinc se emplea como buffer espectrográfico y portador, y el GeO_2 se añade como patrón interno. La prueba mezcla, se excita por medio de una corriente directa de arco de 9- amp. entre dos electrodos de carbón.

La calibración es por medio de estándares preparados.

2004. DETERMINACION ESPECTROFOTOMETRICA DE ESTAÑO EN ACERO. Luke, C.L. Analytica chim. Acta. 37 (1), 97 - 101, 1967.

El Sn, es pptd. como sulfuro, luego se extrae de una soln. el ppt. en H_2SO_4 (1:9) en dietilamonio dietil - ditio-carbamato - CHCl_3 (Analyt. Abstr., 1967, 4, 67). El extracto se evapora y se calcina para eliminarse ácido, y el residuo se disuelve en HCl dil., se añade el fluoruro de fenilo para formar el complejo de Sn, el cual luego se extrae en isobutil metil cetona, y se mide la extinción a 530 nm. Si el H_2O_2 aq. y el oxalato se usan como agentes enmascarantes, solamente el Ge y Sb interfieren.

533. DETERMINACION DE ESTAÑO (II) POR TITULACION - DE EDTA NO CONSUMIDO CON ACETATO DE PLOMO EN- PRESENCIA DE VIOLETA DE CATECOL. Crisan, I.A. and Bolos, V. *Revta Chim.*, 18 (5), 307 - 308, 1967.

Las condiciones óptimas para esta determina- ción se han demostrado. Procedimiento - Se trata - 100 ml de soln. conteniendo de 5 a 50 mg de Sn con- un vol. conocido de EDTA 0.02 M, y se añade 1 ml de soln. de violeta de catecol al 0.01%; luego se aña- e hexámina aq. al 10% hasta que el pH es de 5 a 6- la soln. resulta amarilla. Se titula el EDTA no- consumido con $Pb(NO_3)_2$ 0.02 M hasta un color azul- verde, se añade además de 1 a 2 ml de la soln. de - hexamina justamente antes del punto - final. El -- rango de error es de ± 0.04 a ± 0.1 mg.

217. TITULACION POTENCIOMETRICA DE ESTAÑO (II) CON FERRICIANURO DE POTASIO. Basinska, H. and -- Rychcik, W. *Chemia analit.* 12 (5), 949 - 953, 1967.

El punto final en la titulación de Sn^{II} con- $Fe(CN)_6$ en medio de HCl 6 M, previamente locali- ado con indicadores redox (cf. *Analyt. Abstr.*, - - 1965, 12, 603) puede encontrarse potenciométricamen- e (electrodo de platino y E.S.C.). La comparación e estos resultados con los obtenidos yodimétrica- mente muestra una desviación de $\leq \pm 1\%$ en el rango- e 8 a 420 mg de Sn. No hay interferencia de Cd, -- Bi^{III} , Al, Pb^{II} , Zn, Co ($\leq 5\%$) ó Ni ($\leq 5\%$), pero - Cu^{II} , Fe y NO_3^- interfieren.

El método se aplica a la aleación de Sn - Pb.

VOL. 16 - 1969.

68. DETERMINACION YODIMETRICA DE ESTAÑO. I. EVALUACION DEL PULIDOR, METODO ESTANDAR PARA LA DETERMINACION EN ALIMENTOS. Fitak, B. and Rajpert, A. Roczn. panst. Zakt. Hig., 18 (4), 425 - 431, 1967.

Las soluciones se preparan 2 veces por disolución de estaño puro (≈ 5 mg) donde se llevan a cabo las determinaciones por un método yodimetrico-pulidor estandar PH - 59/A - 04014). La recuperación de Sn es del orden de 40 a 60% y la precisión es $\pm 6.74\%$; el método es por tanto, inapropiado para el trabajo de rutina.

517. DETERMINACION ESPECTROFOTOMETRICA DE ESTAÑO - EN METALES Y ALEACIONES. Luke, C.L. Analytica chim. Acta., 39 (3), 404 - 406, 1967.

El método de la isobutil - metil cetona - fluoruro de fenilo para la determinación de Sn en acero (Analyt Abstr. 1968, 15, 2004) se simplifica y se hace más selectiva para la extracción preliminar del Sn como del yodo. La separación de azufre, de la extracción de dietilditiocarbamato, y uso de oxalato y H_2O_2 , como de hecho de agentes enmascarantes son de tal modo innecesariamente suministrados.

Procedimiento.- La soln. muestra conteniendo de 1 a 15 μ g de Sn en ≈ 45 ml de H_2SO_4 9 N, se añaden 5 ml de NaI 5 M, y suficiente H_2SO_3 al 7.8% para reducir el yodo liberado, luego se extrae con 10 ml de benceno. Se lava el extracto con H_2SO_4 9 N, NaI 5 M (10:1), se elimina benceno y el yodo calentando el extracto en una corriente de aire, se destruye -

a materia orgánica con HClO_4 y H_2SO_4 y se expulsan los ácidos. Luego se añade HCl (1:3) y se determina Sn.

Se logra una buena separación para Sn de Fe, hasta 100 μg , de otros 10 metales que interfieren en el método espectrofotométrico, pero el w interfiere en cantidades apreciables. El método se aplica exitosamente a aleaciones de acero elevadas y varios metales no - ferrosos, pero no puede aplicarse para germanio, antimonio, selenio, telurio, plomo, cobre, bismuto, titanio, uranio ó torio, y las interferencias pueden aparecer si estos elementos están presentes en el análisis de otras aleaciones.

616. COMPARACION DE LOS REACTIVOS PARA LA DETERMINACION FOTOMETRICA DE ESTAÑO (IV). Babko, A. K. and Karnaukhova, N.N. Zh. analit. Khim. 22 (6), 868 - 875, 1967.

Los reactivos estudiados incluyen, haematoxilina, fluoruro de fenilo, quercetina, y violeta de catecol (en presencia y ausencia de gelatina), 4 - (2 - piridilazo) resorcinol, naranja de xylenol y 1 - (2 - piridilazo) - 2 - naftol. Las comparaciones se basan en (a) la magnitud de los cambios en la absorción máxima, durante la formación de los complejos con Sn^{IV} , (b) las diferencias entre los coeficientes de extinción molar de los complejos y reactivos, y (c) los rangos en el pH dentro de los cuales la extinción de los complejos permanece estable.

Se concluye que los reactivos preferidos son violeta de catecol, haematoxilina, y quercitina.

1822. SEPARACION DE LOS DIFERENTES ESTADOS DE VA--
 LENCIA DE ESTAÑO O TALIO POR CROMATOGRAFIA -
 DE PAPEL. Janardhan, P.D. and Paul, A. Sepn.
 Sci. 2(5), 597 - 615, 1967.

Se separa la soln. estandar 0.2 M de SnCl_2 y SnCl_4 , ambas en HCl conc., y las alícuotas de 20 μl cada una y de una mezcla de las dos se aplican en papel Whatman No. 1 (15 cm de diám.); los valores de R_F se determinan por una distancia fija, se hace correr por cromatografía radial. La mejor separación (R_F 0.31 y 0.97 para Sn^{II} y Sn^{IV} , respectivamente) se obtiene con acetato de etilo - salicilato de metilo (1:1) como solvente.

El estaño (11) se detecta por la formación de un color azul con ácido molibdofosfórico aq. al 5 %, y el Sn^{IV} por formación de un color amarillo con 8 - hidroxiquinolina etanólica al 5 %. También TiNO_3 0.2 M en HNO_3 4 M, HTiBr_4 0.2 M y mezclas de las dos fueron similarmente estudiadas. La separación fácil (R_F 1.0 y <0.45 para Ti^{III} , y Ti^{IV} , respectivamente) se obtiene con varios sistemas de solventes; propanol ó butanol conteniendo HNO_3 conc. al 1 % es recomendable (R_F 1.0 y 0 para Ti^{III} y Ti^{IV} , respectivamente). Ambas clases se detectan por tratamiento con KI aq. al 10 %, el Ti^{III} da un color amarillo y el Ti^{IV} un color rojo - café. El Ti^{III} y Ti^{IV} se separan también por pptn. La cromatografía con metanol contiene HCl conc. al 1 %; el Ti^{III} es pptd., en el origen pero el Ti^{IV} emigra.

La separación de las especies puede determinarse por polarografía en un electrolito básico de NH_4Cl 4 M, HCl M (1:1) para Sn ó HNO_3 M para Ti.

VOL. 17 - 1969.

2052. DETERMINACION FOTOMETRICA DE PEQUEÑAS CANTIDADES DE ESTAÑO EN ALEACIONES DE PLOMO - ANTIMONIO. Vasadi, K. Magy. Kém. Lap., 23 (6), 344 - 346, 1968.

El procedimiento fotométrico está basado en la medición del complejo ácido Sn - 4 - hidroxí - 3 nitro - bencenoarsénico.

Procedimiento. A 1 g de la muestra conteniendo de 0.001 a 0.03 % de Sn se le añaden 2 g de ácido cítrico, 3 ml de ácido láctico y 10 ml de HNO_3 (1:2). Se pesa el vaso, luego se disuelve la muestra de 70° a 80°, y a la mezcla caliente se le añaden 8 ml de HNO_3 (1:8), se enfría, se vuelve a pesar el vaso, y se añade H_2O hasta que el peso es de 9 g más que el peso original.

Luego se añaden 6 ml de la soln. de 1, al 2 % en metanol aq., se mezcla, y después de 3 hrs., se mide la extinción a 424 nm contra un reactivo blanco. El aluminio, As, Bi, Cu, Cd, Mo, Zn, Ni, Co, Mn, Ag, Cr, Fe, U, Ce, Mg, K, NH_4^+ , Sb, Hg y tartrato no interfieren, pero el Ti, Zr y Hg interfieren seriamente.

64. DETERMINACION DE ESTAÑO EN METALES FERROSOS.- METODO ESPECTROFOTOMETRICO CON FLUORURO DE FENILO. Leblond, A.M. and Boulin, R. Chim. anal. y t., 50 (4), 171 - 177, 1968.

En el procedimiento propuesto, el metal se disuelve en $H_2SO_4 - HNO_3$ opcionalmente con la adición de HCl ó HF . El Sn, luego se separa cuantitativamente de la principal interferencia de elementos por formación de SnI_4 , en la presencia de NaI M, ClO_4^- 4.66 M y H_2SO_4 M, medio del cual el SnI_4 se extrae en benceno y luego se extrae por segunda vez en H_2SO_4 0.25 M. Se forma, luego el complejo estable de Sn^{IV} con fluoruro de fenilo a un $pH \approx 1.4$ en soln. etanólica y en presencia de cantidades controladas de SO_4^{2-} acetato de Na, ácido acético y alcohol polivinílico. La extinción de este complejo se mide a 508 nm en celda de 1 cm. La curva de calibración es rectilínea que aumenta a 1.4 μg de Sn por ml, y el rango fundamental es de 10 a 55 μg por 50 ml de la soln. final. Si en una concn. más de cinco veces que la de Sn, el Mo, interfiere seriamente durante la extracción el Fe^{III} debe reducirse con ácido ascórbico, y si es $> 0.2 \%$ de SiO_2 debe eliminarse inicialmente. El fosfato, oxalato, F^- , Ge y Mo son las principales interferencias en la formación del complejo de Sn; el Fe^{II} y Cl^- se toleran arriba de ciertos límites de concn. Se indican otras dificultades durante la disolución, extracción y formación del complejo. Los resultados se reportan para cinco diferentes muestras (tres de las cuales contienen de 0.01 a 0.40 % de Mo) satisfactoriamente de acuerdo con los valores reportados.

387. DETERMINACION DE ESTAÑO EN MINERALES DE ESTAÑO Y CONCENTRADOS POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA EN LA FLAMA DE OXIDO NITROSO - ACETILENO. Bowman, J.A. Analytica Chim. Acta, 42 (2), 285 - 291, 1968.

La absorción de Sn, en soln. obtenida de minerales y concentrados después de una separación basada en la volatilización de SnI_4 , se mide a 224.6, 270.7, 233.5 ó 242.2 nm de acuerdo con las cantidades de Sn presente, así se evita excesiva dilución de la soln.; la sensibilidad disminuye en el ordenado.

Procedimiento. Se calienta 0.2 g de fina roca mineral ó concentrado con 1 g de NH_4I en un tubo de ensayo, tal que el sublimado conteniendo el Sn se condense en las paredes. Se disuelve el sublimado frío en 10 ml de HCl 2 N de $\approx 75^\circ$, se añaden además 20 ml de HCl 2 N, y se mide la absorción de la soln. clara a la longitud de onda apropiada.

Para cada soln. en HCl 2 N se usa para calibrar el instrumento, NH_4I al 3.3 %.

El límite de detección es de 0.02 % de Sn, y los resultados coinciden con los obtenidos por un método estandar que implica fusión con Na_2CO_3 - Na_2O_2 seguida por la determinación yodimétrica.

051. DETERMINACION FOTOMETRICA DE CONCENTRACIONES BAJAS DE ESTAÑO EN MINERALES Y ROCAS CON BUTIL - RODAMINA. Shumova, S.T.I. and Blyum, I.A. Zav. Lab., 34 (6), 659 - 662, 1968.

El método se basa en la extracción de SnII - como un complejo cloroestanoato - butilrodamina S, - en un medio ácido que contiene cupferrón; la función del cupferrón, cuya presencia es esencial, se desconoce.

Procedimiento: (i) Separación preliminar. - La muestra de 0.5 g se calienta con HF por 1.5 a 2 hrs., luego se añade de 2 a 4 ml de H₂SO₄ y la soln. se evapora a sequedad. El residuo se funde con 2 g de Na₂CO₃ - Na₂B₄O₇ · 10 H₂O (2:1) de 850° a 900°, y esto se disuelve en 15 a 20 ml de HCl y de 20 a 30 ml de H₂O. La soln. caliente se trata con exceso de NH₃ aq., y el ppt. coagulado se recolecta y se lava con NH₃ aq. dil. Esta primera pptn. del Sn (más otros elementos) sirve para separarlo de $B_4O_7^{2-}$ lo cual interferiría en la subsecuente pptn. - El ppt. se disuelve en 20 a 30 ml de H₂O y 20 ml de HCl, y la soln. así obtenida se trata con 10 ml de soln. de EDTA al 15 % y 0.5 ml. de una soln. de Be (5 mg).

Se añade, luego NH₃ aq. al coprecipitado de Sn con el Be, de esta manera se separa de los elementos que interfieren Ga, Sb, Cu, Hg, Pt, Te (en partes), In y Tl. Después de 1.5 a 2 hrs. la soln. fría se filtra y el ppt. se lava con HN₃ aq. dil. - frío.

(ii) Determinación: (a) Con Te y Sb las cantidades se elevan a 10 veces, respectivamente, para el Sn. El ppt. se trata con 10 ml de H_2SO_4 5.75 M caliente. Si la cantidad de Sn es $> 15 \mu g$ la soln. se diluye con H_2SO_4 5.75 M y se toma una alícuota de 10 ml. La soln. se trata con 1 ml de la soln. de butilrodamina S al 0.1 % y se agita con 10 ml de benceno y 0.3 ml de soln. de cupferrón al 4 %, luego se agita con 0.4 ml de la soln. de $TiCl_3$ conteniendo 2.5 % de Ti. Una porción de 7 ml del extracto se diluye a 10 ml con acetona (de hecho como estabilizador) y la extinción se mide a 560 nm. (b) Con antimonio y cobre en rocas, minerales y muestras de elevado contenido de Fe, el ppt. se disuelve en H_2SO_4 4.25 M y la soln. (ó una alícuota) se diluye en 20 ml de H_2SO_4 4.25 M, luego se añade 1 ml de soln. de cupferrón al 4 % y el Sn se extrae con 5 ml de acetato de butilo.

El extracto se lava con 5 ml de H_2SO_4 2.5 M y se vierte en una mezcla de 10 ml de H_2SO_4 5.75 M, 1 ml de soln. de butilrodamina S al 0.1 % y 10 ml de benceno. La mezcla se agita con 0.3 ml de la soln. de cupferrón al 4 % y luego con 0.4 ml de la soln. de $TiCl_3$, y se mide la extinción de 10.5 ml del extracto diluido en 15 ml de acetona.

El método es apropiado para determinar Sn, en un rango de 2 p.p.m.

OL. 18 - 1970.

753. APLICACIONES DE LA ABSORCIÓN ATÓMICA A LA ESPECTROFOTOMETRIA EN EL ANALISIS DE PRODUCTOS-METALURGICOS. VII. ALEACIONES DE Cu. Jiménez, S.J.L. and Gómez, C.A. Revta Metal. 5 (1), 33 - 47, 1969.

La muestra se disuelve en una soln. preparada por disolución de 120 g de ácido tartárico en 500 ml de H_2O y adición de 500 ml de HNO_3 y algunas gotas de HF. Diversos elementos se determinan en esta única soln. por espectroscopía de absorción atómica por adecuada dilución y uso de estándares apropiados. La longitud de onda en nm usada para los elementos es: para Fe 248.3, Mn 279.4, Sn 286.3, Pb 217.0, Zn 213.8, Al 309.2, Ni 232, y Cu 324.7. Se usa una flama de aire - acetileno para los otros elementos, para Sn y Al se usa N_2O - acetileno.

360. DETERMINACION ABSORCIOMETRICA DE ESTAÑO Y ANTIMONIO EN SU MEZCLA DE OXIDOS. Lapits-Kaya, E.V., Gorbenko, F.P. and Vel'shtein, E.I. Zav. Lab.- 34 (12), 1446 - 1447, 1968.

La muestra de 0.1 g, equiv. de 0.5 a 35% de Sb, y de 99.5 a 65 % de Sn, se disuelve en H_2SO_4 más $(NH_4)_2SO_4$, y una alícuota de la soln. conteniendo de 0.2 a 1.2 mg de Sb se mezcla con 25 ml de una soln. de NaI al 14% en soln. de ácido ascórbico al 1% y con 50 ml de H_2O . La extinción de la soln. (ácida de 2.2N a 3.6N) es medida a 425 nm. Una segunda alícuota conteniendo de 0.1 a 0.5 mg de Sn, se trata con 40 ml de H_2SO_4 (1:260), 5 ml de soln.-



de NH_4Cl al 20% y 25 ml de una soln. de 8-hidroxi--quinolina al 4% en H_2SO_4 (1:260), y el Sn se extrae con CHCl_3 (2 x 20 ml). Los extractos combinados se diluyen a 50 ml con CHCl_3 , y la extinción se mide a 385 nm.

214. SEPARACION POR MEDIO DE AMBERLITA LA-2, Y DE--TERMINACION CON FLUORURO DE FENILO, DE TRAZAS--DE ESTAÑO EN NIQUEL DE ELEVADA-PUREZA. Hofer,--A. Z. analyt. Chem. 240 (4), 229 - 232, 1968.

Se disuelve 1 g de níquel (de 0.001 a 0.005% de Sn) en 15 a 20 ml de HNO_3 (1:1), se evapora a sequedad y se calienta para descomponer los nitratos. Se disuelve el residuo en 50 ml de HCl (1:1), y se extrae con una soln. de Amberlita LA-2 al 10% en xileno (2 x 25 ml). Se lava el extracto combinado con HCl (1:1) (3 x 10 ml), se extrae otra vez Sn en HNO_3 0.5N (3 x 30 ml) y se lava el combinado aq. con 25 ml de xileno. A la fase aq. se añaden 0.5 ml de H_2SO_4 (1:1), se evapora a sequedad, y se calienta hasta humos con H_2SO_4 conc. y soln. de H_2O_2 al 30%. Se disuelve el residuo en 5 ml de H_2SO_4 -2N por calentamiento, fría la soln. se ajusta el pH a 5 con NH_3 aq., se añade 1 ml de una soln. de goma acacia al 1%, 1 ml de soln. de ácido tartárico al 10%, 1.6 ml de H_2SO_4 (1:1) y 10.0 ml de la soln. de fluoruro de fenilo (50 mg en 50 ml de metanol más 1 ml de HCl , diluido a 500 ml con metanol), y se afiora a 50 ml. Después de 30 min., se mide la extinción a 530 nm contra un reactivo blanco. El aluminio, Co, Cu, Fe, Mn y W no interfieren en cantidades moderadas; el Ni y Pb reaccionan con fluoruro de fenilo, pero no se extraen apreciablemente bajo este estado de condiciones.

7. DETERMINACION ESPECTROGRAFICA DE PEQUEÑAS CANTIDADES DE ESTAÑO, CADMIO, BISMUTO, ANTIMONIO, ARSENICO Y PLOMO. DESPUES DEL GRUPO DE EXTRACCION DE SUS DIETIL FOSFORODITIOATOS. EN PRESENCIA DE GRANDES CANTIDADES DE CINCO. Beloglazova, A.D., Krupnov, V.K. and Safaeva, F.Z. Zav. Lab. 34 (9), 1057 - 1058, 1968.

El método se designa para determinar impurezas en sulfato de cinc y en baño plateado de cinc. La muestra soln. de 100 ml, se lleva de 0.5 M a 1.5 M en HCl, se agita de 15 a 20 min., con 15 ml de dietil fosforoditioato- 0.5 M, lo cual precipita las impurezas como quelatos.

Estos se extraen con CCl_4 (7 u 8 x 5 ml). Los extractos combinados se pesan en un crisol de porcelana, se tratan con 10 mg de carbón pulverizado, la soln. se evapora cuidadosamente y el residuo se pesa.

Una porción de 40 mg del residuo se coloca en la cavidad de un electrodo de carbón, y el espectro se excita en una corriente alterna de arco de 6- amp. Se puede determinar desde un μM de concn. de Sn, Cd, Bi, Sb, As y Pb.

3882. DETERMINACION DE ESTAÑO, MOLIBDENO, Y ZIRCONIO EN ALEACIONES DE TITANIO POR FLUORESCENCIA DE RAYOS X. Vassilaros, G.L. and Mc Kavey, J.P. Talanta. 16 (2), 195 - 200, 1969.

Se establece la importancia de los efectos de interacción entre los diversos elementos presentes para la elección de un método estandar interno-después de la disolución de ≈ 1 g de la muestra en-

HCl - HNO₃ - HF (1:1:2). El antimonio es un estándar interno conveniente para Sn, y Nb, sirve también para Mo y Zr. El método es apropiado de 3 a 10 % de Sn, de 11 a 40% de Mo y de 6 a 20% de Zr; la desviación estandar es ≈ 0.1 %.

871. DETERMINACION ESPECTROFOTOMETRICA DE ESTAÑO - EN CONCENTRADOS DE CINC O TITANIO CON 4-(2-PIRIDIL-AZO) RESORCINOL. Kasiura, K. and Oleśiak, K. Chemia analit. 14 (1), 139 - 144, 1969.

El estaño y 4-(2- piridilazo) resorcinol (1) a pH de 5.5 a 6.1 forma un complejo soluble en agua 1:1, con un coeficiente máximo de extinción mol de 500 a 515 nm (absorción máxima). La extracción preliminar de Sn (como yodo-complejo) evita la interferencia.

Procedimiento.- La muestra de 1 g se disuelve en 25 ml de H₂SO₄- 18N, y la soln. se evapora a unos pocos con un poco de HNO₃, luego se lleva la soln. hasta 100 ml. Se ajusta para ser 9 N en H₂SO₄; de esta soln. 25 ml se tratan con 2.5 ml de KI- 5 M y se extrae con 10 ml de tolueno. El extracto de tolueno se lava dos veces con 10 ml de H₂SO₄ 9N más 1 ml de KI- 5 M, y el Sn se extrae otra vez en 10 ml de HCl- 0.5N.

Esta soln. se trata con 5 ml de soln. de 1, - al 0.01 % se diluye hasta ≈ 30 ml, se ajusta a pH - 5.7 con 5 ml de una soln. buffer de acetato y NH₃ - aq., y se lleva hasta 50 ml. Después de 15 min., se mide la extinción a 515 nm contra el reactivo blanco y se refiere en una curva de calibración.

Los resultados obtenidos se comparan bien con éstos dados por el método fluoruro de fenilo; aunque el 2º método es más sensible. Se requiere un riguroso control de pH y el uso de coloides protectores.

VOL. 19 - 1970.

018. DETERMINACION YODIMETRICA DE ESTAÑO METALICO, PLOMO Y ANTIMONIO INDIVIDUALMENTE EN ALEACIONES. Basinska, H. and Rychcik, W. Chemia anal. lit. 14 (3), 563 - 572, 1969.

La muestra (≥ 50 mg) del metal se trata con yodo 0.2N (con menos de 5 ml que la suma estequiométrica necesaria para la producción del yodo) y su suficiente HCl conc. para hacer la soln. 4 N, después se diluye este ácido a 120 ml. Cuando el metal se ha disuelto, el yodo no consumido se trata con -- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ - 0.2N (como indicador almidón).

La determinación lleva ≈ 30 min., y el error es $\pm 1\%$ para Sn, $\pm 0.8\%$ para Pb y $\pm 0.5\%$ para Sb. - Con las aleaciones, este procedimiento da la suma - de los tres metales, y las variantes de los métodos se describen para la determinación de los componentes individuales.

1175. DETERMINACION DE ESTAÑO EN MINERALES DE CASITERITA POR APLICACION DEL EFECTO MOSSBAUER. - Stuart, R.A., Donohoe, A.J. and Boyle, A.J.F. Proc. Australas Inst. Min. Metall. (230), 69-72, 1969.

En la muestra pulverizada, de ^{119}Sn , se determina por medida de la resonancia de absorción de la radiación de $^{119\text{m}}\text{Sn}$ en una fuente de SnO_2 . La curva de calibración se aplica a muestras con diversas matrices. El método es rápido y es reproducible satisfactoriamente.

La exactitud depende de la concn. de SnO_2 y en consideración al tiempo; en concn. equilibradas de 0.1 y 1%, considerando tiempos de 30 seg. y 1 min., el error relativo es ≈ 10 y $\approx 8\%$, respectivamente.

2248. DETERMINACION YODIMETRICA DE TRAZAS DE ESTAÑO EN MINERALES DE HIERRO. Tan, H.B. and Thung, S.T. Overseas Geol. Miner. Resour. 10 (3), 231 - 235, 1969.

La sensibilidad del clásico método yodimétrico para determinar Sn se mejora al emplear una muestra de 5 g, por el empleo de una digestión preliminar de H_2SO_4 - HCl que disminuye el volumen de la muestra, y por la eliminación de Fe, Cu, Ti, W, Cr, V y Mo por copptn. de Sn con MnO_2 (cf., Kegami et al., Analyt. Abstr., 1957, 4, 508). La adición de la soln. de KI al 10% antes de la titulación aumenta la sensibilidad del punto final de 0.43 ml a 0.08 ml de yodo 0.01N. El punto final es marcado -

por un definido color azul con una soln. de almidón. La sensibilidad y la exactitud del método son de este modo incrementadas en el rango de 0.1 a 0.01% de Sn; por uso de 2 ó más de 5 g de muestra y combinado con la pptn. del MnO_2 , es posible determinar Sn en el rango de 0.01 a 0.001%.

4819. DETERMINACION ESPECTROFOTOMETRICA DE ESTAÑO - EN PLOMO Y EN ALEACIONES DE PLOMO CONTENIENDO ANTIMONIO. Shiredker, R. and Schibilla, E. Z. *analyt., Chem.* 248 (3-4), 173 - 176, 1969.

Se disuelve una cantidad del metal que contiene de 20 a 100 μg de Sn y ≤ 200 mg de Sb por calentamiento en un baño de arena con HNO_3 (1:4) - (10 ml para una muestra de 1 g). Se enfría, se añade 20 ml de H_2O y 5 ml de HCl, se agita y enfría a $\leq 5^\circ$ con agitación continua.

Se filtra el pptd. de $PbCl_2$, y se lava con HCl frío (1:1) (3 x 5 ml); se añade al filtrado combinado 0.5 ml de H_2SO_4 conc. y se evapora en un baño de arena a humos de SO_3 . Se disuelve el residuo en 3 ml de $HClO_4$ al 70% y 10 ml de H_2O , se diluye la soln. hasta 20 ml exactamente, se añaden 20 g de NaI sólido, se agita hasta disolverse, y se extrae con benceno (10 ml y 5 ml). Se agita el extracto combinado por 1 min. con 10 ml de NaI 5 M, 3 ml de $HClO_4$ al 70% y 7 ml de H_2O , y se descarta la fase aq. A la fase de benceno se le añaden 5 ml de HCl concn., se agitan y transfieren ambas fases a un vaso de 100 ml, se calientan lentamente en un baño de arena para eliminar benceno y liberar yodo y se enfrían. Se añaden 2 ml de ácido ascórbico al 2% y 2

gotas de tropeolina 00 aq. satd. (C.I. naranja ácida 5), luego la soln. satd. de acetato de sodio, -- hasta el cambio de color rojo a amarillo. Se añaden 5 ml de una soln. de poli(vinil alcohol) al 10%, y 2 ml de hemateina metanólica al 0.05%, se diluye a 100 ml y después de 30 a 60 min., se mide la extinción a 590 nm.

Desde 2 p.p.m. de Sn puede determinarse en plomo puro; el coef. de variación es $\pm 3\%$ en el nivel de 0.017% de Sn en plomo conteniendo 7% de Sb.

150. DETERMINACION COMPLEJOMETRICA DE ESTAÑO EN ALEACIONES DE SILICIO - COBRE. Pastukhova, Z.V. and Kuryakova, L.G. Zav. Lab. 35 (5), 557, 1969.

La muestra de 0.2 a 0.3 g se disuelve en HF y HNO₃ y la soln. se evapora hasta humos con 3 ml de H₂SO₄ conc. El residuo se disuelve en 20 a 25 ml de EDTA- 0.01 M y 25 ml de H₂O, y la soln. resultante se trata con 2.5 ml de tiourea aq. satd., 3 ml de ácido ascórbico aq. al 4% y 9 g de glicina (que produce un pH de 2 a 2.5), luego se diluye a 150 ml. El exceso de EDTA se titula con Bi(NO₃)₃ 0.01 M en presencia de naranja de xilenol.

VOL. 20 - 1971.

2388. DETERMINACION DE ESTAÑO EN MINERALES Y CONCENTRADOS. Schweinsberg, D.P. and Heffernan, B. J. Talanta. 17 (4), 332-334, 1970.

Se calienta 0.2 g de la muestra base seleccionada con 2 g de NH₄I a 475° por 20 min., se di--

seuelve el producto en 30 ml de H_2SO_4 al 20% se hierve, se añade 10 gotas de HNO_3 conc. y se calienta - hasta humos muy abundantes de SO_3 . En ausencia de elementos que interfieran se enfría, se añade 50 ml de HCl conc., se diluye a 200 ml y se determina Sn por reducción de níquel y titulación de yodo. En presencia de Cu, Cr, Ti, W, V, Mo, As, Sb, Bi, ó Ge, se lava desde 20 ml de H_2O , se añade 8 ml de soln. de Fe^{III} (10 mg por ml) y luego se añade NH_3 aq. -- hasta que la mezcla es fuertemente alcalina. Se -- hierve a fuego lento por 5 min., se colecta y lava el ppt. de 6 a 8 veces con NH_3 aq. al 5%, luego se disuelve en 50 ml de HCl conc., se aumenta a 200 ml y se procede como antes. Los resultados se obtienen con la casiterita estandar.

139. TITULACION COMPLEJOMETRICA DE ESTAÑO EN PRE-- SENCIA DE CROMO. Krleza, F. and Vuletic, N. - Croat. chem. Acta. 42 (1), 75 - 76, 1970.

A la muestra disuelta en $\approx HCl$ - 0.5 M, se le añaden suficiente glicerol para enmascarar Cr^{III} , 2 ml de la sal de Zn del EDTA- 0.1 M y H_2O hasta completar 100 ml. Se añaden de 50 a 100 mg de naranja de xilenol, soln. buffer de hexamina, y la soln. rojo - violeta, para determinar Sn, se titula con la sal de potasio del EDTA- 0.02 M a un pH entre 5 y 6, hasta color verde - amarillento. Para ≈ 10 mg de $- Sn^{IV}$ en presencia de ≈ 3 a 15 mg de Cr^{III} en 100 ml de soln. el error medio esta entre 1.15 y 0.84%.

986. ANALISIS DE PLOMO PURO. II DETERMINACION ESPECTROQUIMICA DE COBRE, FIERRO, ESTAÑO Y BISMUTO DESPUES DE LA CONCENTRACION POR INTERCAMBIO IONICO. Aleksandrov, S. and Krasnobaeva, N. Acta chim. Hung. 64 (1), 11 - 16, 1970.

Se disuelve de 0.5 a 1.5 g de la muestra con calentamiento suave en HNO_3 (2:1). Se evapora la soln., casi a sequedad y se disuelve el residuo en un poco de H_2O . Se añade de 60 a 80 ml de HCl de 9.5 a 10N a esta soln. con calentamiento suave, así el PbCl_2 permanece en soln. La solución se transfiere a una columna con Dowex 1-x 10 de 100 a 200 mallas fuertemente básica como resina intercambiadora. Se lava con 20 a 25 ml de HCl de 8 a 9N y se eluyen Cu , Fe , Sn y Bi con 50 a 60 ml de HNO_3 6N y finalmente se lava la columna con 20 a 25 ml de H_2O . Los extractos combinados se evaporan a sequedad. Se añade dos veces de 1 a 2 ml de HNO_3 al residuo, se evapora a sequedad, y finalmente se seca a 105° . La prueba espectrográfica del residuo seco es como se describe en la Part. 1, con evaluación espectrofotométrica de la línea: Cu 3247 A° , Fe 3020 A° , Bi 3067 A° , y Sn 2839 A° . La recuperación de adiciones conocidas de Cu , Fe , Bi y Sn es satisfactoria. El coef. de variación es de $\approx 20\%$ a 25% . Los límites de detección son de 25, 20, 31 y 38 ng para Cu , Fe , Bi , y Sn , respectivamente.

VOL. 21 - 1971.

2943. DETERMINACION YODIMETRICA DE ESTAÑO. II. MODIFICACION DEL PULIDOR ESTANDAR METODO YODIMETRICO. Fitak B. and Rajpert, A. Roczn. panst. Zakl. Hig. 21 (3), 293 - 302, 1970.

Se señala en la parte 1 (Analyt. Abstr., - - 1969, 16, 368) que el método del pulidor estandar es inapropiado para el trabajo de rutina, por lo que se propone aquí una modificación basada en el uso de cantidades elevadas de ácidos y agentes reductores.

Cuando se emplea el CO_2 de un cilindro, la recuperación de Sn es $\approx 95.9\%$ y la precisión es $\pm 2.9\%$ para 2 hasta 5 mg de las muestras de estaño puro.

1728. CONCENTRACION DE IMPUREZAS POR COPRECIPITACION EN EL ANALISIS ESPECTROGRAFICO DE CADMIO DE ELEVADA PUREZA. Tiptsova - Yakovleva, V. G., Dvortsan, A.G. and Semenova, I.B. Zh. analit. Khim. 25 (4), 686 - 690, 1970.

Las condiciones óptimas para la copptn., con MnO_2 de Ga, In, Sn, Pb, Ni, Ti, Bi, Te, As y Sb en presencia de Cd son: un pH de 6 y una concn. de Mn y Cd en mM y 0.4 M respectivamente. El ppt. se analiza espectrográficamente en una corriente alterna de arco de 8 amp. La copptn. de Ti, V, In, Sn, Bi, Te, Ge, Mn, Cr, As, Sb, y Pb como impurezas en cadmio se puede llevar a cabo usando $\text{Al}(\text{OH})_3$.

La sensibilidad es ≈ 0.1 p.p.m. para cada impureza.

2424. DETERMINACION DE ESTAÑO EN CONTENIDO BAJO DE-COBRE POR ESPECTROMETRIA MOSSBAUER. Pella, - P.A. and Devoe, J.R. *Analyt. Chem.* 42 (14), - 1833 - 1835, 1970.

El Sn primero se precipita ≈ 300 mg como --SnO_2 , una porción de ésta, se mezcla con una gran cantidad de Al_2O_3 y se sublima para el análisis espectral Mossbauer de 25 KeV a 196° con la forma β de estaño metálico como estandar interno. El área bajo los picos para el SnO_2 y β -Sn se determina por un método de cálculo.

Los elementos copptd. con Sn son hasta $\approx 6\%$, pero no interfieren. El resultado para las aleaciones estandares que contienen de 1 a 8% de Sn demuestra una concordancia de -3% y una precisión de 2.2% . El arreglo de la geometría usada en la medición se muestra esquemáticamente.

1772. DETERMINACION DE ESTAÑO EN MATERIALES GEOLOGICOS POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA. Moldon, B., Rubeska, I., Miksovsky, M. - and Huka, M. *Analytica chim. Acta.* 52 (1), 91 99, 1970.

Las muestras de 1 g de minerales sulfurados ó rocas de silicato (hasta 3 g) se funden con Na_2O_2 , el metal se extrae con H_2O , y el extracto se electroliza (a 60° hasta 80° , de 1.5 a 2 V y de 0.7 a 1 amp.) en la presencia de HCl, cloruro de hidroxilamonio, Cu^{2+} y Pb^{2+} , se emplea cubrimiento de cobre. El depósito en el cátodo se disuelve en HCl y el Sn se determina en esta soln. espectrofotométricamente por absorción atómica a 224.6 nm con una flama de -

aire - H_2 y a 45 cm de longitud se calienta el tubo de absorción. El método es aplicable desde 2 p.p.m. de Sn en minerales, y tiene un coeficiente de variación de 5.45% (17 determinaciones).

3326. DETERMINACION POLAROGRAFICA DE ESTAÑO EN LA PRESENCIA DE PLOMO. Mladenovic, S.N. and -- Lutz, LI. Glasn. hem. Drust., Beogr. 35 (4-5-6), 353 - 358, 1970.

El estaño forma las ondas ánódica y cátodica en un electrolito básico de acetato de amonio con EDTA.

La onda ánódica ($E_{1/2} = -0.18$ V vs. el S.C.-E.) puede usarse para determinar polarográficamente Sn de 1 a 5 mg en presencia de más de 100 mg de Pb en 15 ml de electrolito (62 g de acetato de amonio, 19 g de EDTA y 0.1 g de gelatina diluida a 1 litro), ó en presencia de ambos: Pb (de 1 a 2 mg) y Cd (de 5 a 10 mg), ó arriba de 100 mg de Zn, en 15 ml de electrolito (62 g de acetato de amonio y 0.1 g de gelatina diluida a 1 litro y con EDTA saturado).

El error es $\leq \pm 5\%$ en cada caso.

VOL. 22 - 1972.

98. DETERMINACION DE ESTAÑO EN ESTAÑO METALICO Y EN ZIRCONIO POR TITULACION COULOMETRICA DE -- PRECISION. Yoshimori, T., Matsubara, I., Tanaka, T., Yoshida, K., Tanaka, K. and Tanabe, T. Bull. chem. Soc. Japan. 44 (3), 734 - 737, 1971.

La muestra de metal de estaño ó zirconio se-

disuelve en HCl ó HCl - HF, respectivamente, en una atmósfera de N_2 , la soln. se pasa a través de una columna caliente de antimonio, y el Sn^{2+} se titula -- luego coulometricamente con yodo, generado electro-líticamente en una celda de titulación especial bajo O_2 - en condiciones libres. Se obtiene una titulación eficiente de 100%. Los resultados de dos -- análisis para una muestra de estaño de 99.999% fué -- de 99.996 y 99.991%, con desviaciones estandar de -- 0.025 y 0.016%, respectivamente.

147. EXTRACCION DE ANIONES CON CATIONES DE QUELA--TOS METALICOS Y ESPECTROFOTOMETRIA. XXXIX. DE TERMINACION DE ESTAÑO EN HIERRO O ACERO POR -- EXTRACCION CON DISOLVENTE DEL TRIS- (1, 10-fe -- nantrolinato) fierro (II)- trioxalato estana -- to (IV) par ionico. Hiero, K., Tanaka, T., -- Shirai, T. and Yamamoto, Y. Japan Analyst. 18 (5), 563 - 569, 1969.

Se disuelve la muestra en una mezcla ácida y se coprecipita el Sn con $Ba(OH)_2$; se disuelve el -- ppt. en 5 ml de HCl- 6 M y se evapora casi a sequedad con 1 ml de H_2SO_4 - 9 M. Se disuelve el residuo en 1 ml de HCl- M, se añade 10 ml de H_2SO_4 - 0.5 M, - 2.5 ml de ácido oxálico 0.2 M y 8 ml de tris- (1, - 10- fenantrolinato)- 2 mM (1) sulfato, se diluye -- hasta \approx 25 ml y se agita con 10 ml de nitrobenceno -- (II) por 2 min. Después de 30 min., se separa y se seca el extracto, y se mide su extinción a 516 nm. -- La Ley de Beer se cumple para el extracto de la -- soln. acuosa de 4 a 20 μ M de Sn. La plata, Hg^{II} , - W^{VI} , Mo^{VI} y Ti^{IV} interfieren.

718. ANALISIS YODIMETRICO PARA ESTAÑO A ALTAS ALTITUDES. II EFECTOS DE IMPUREZAS. Giddings., - Jun, L.E. and Gertha, S. Afinidad **28**, 23 - 27, 1971.

Se han examinado las fuentes de interferencia en la determinación yodimétrica de Sn, [después de la pre-oxidación de la soln. con Na_2O_2 y reducción de Sn^{IV} a Sn^{II} por fierro, níquel, ó aluminio-antes de la titulación (cf. Part, 1, Analyt, Abstr., 1971, 21, 1012)]. El plomo, Sb, y Bi no interfieren, y la interferencia del Mo es despreciable, el Cu y As causan errores negativos, el V causa errores positivos y el W puede confundir el punto final. Los errores debido a interferencias son adicionales.

- III. PRACTICA CINETICA DE LA REDUCCION CON NIQUEL. Schaetzle. Gertha., and Giddings., Jun, L.E.-Afinidad. **28**, 257 - 261, 1971.

Se discuten los errores introducidos en la determinación de Sn a elevadas altitudes. El agente reductor preferido es níquel, y se propone un procedimiento de compensación para los efectos de altitud. La variación del punto de ebullición en la reducción media (10% de HCl) con la presión atmosférica correspondiente a la altura del barómetro, se representa graficamente; se calcula la velocidad constante de la reducción de Sn^{IV} a una altitud dada a nivel del mar y se obtiene un factor de corrección en razón de las dos. Luego, la temperatura de ebullición a nivel del mar se multiplica por este factor que da la temperatura de ebullición a la altitud dada.

19. SEPARACION DE ESTAÑO DE MINERALES Y MATERIA--
LES NUEVOS POR INTERCAMBIO IONICO. DETERMINA
CION FOTOMETRICA DE ESTAÑO. Khalizova, V.A.,
Alekeeva, A.Y., Smirnova, E.P. and Krasnyukova,
N.G. Zh. analit. Khim. 25 (8), 1526 - 1528, -
1970.

El método descrito para determinar Sn^{II} ó --
Sn^{IV} esta basado en la absorción de Sn en anionita-
AV - 117 en un medio de HCl 2N, después se eluye --
con H₂SO₄ (1:6) y con fluoruro de fenilo se determi
na por fotometría.

El intercambio iónico separara Sn de Sb^V, --
As^V, Cu^{II} y W (en la presencia de ácido tartárico)-
Ge, Pb, Fe, Si, y F.

VOL. 23 - 1972.

280. DETERMINACION DE ESTAÑO EN FERROTITANIO. Po-
nosov, V.I., Kalashmkova, L.Y., Kurbatova, V.
I. and Stepin, V.V. Trudy uses nauchno - iss-
led. Inst. Standart. 6, 79 - 87, 1970.

El Sn se separa de los elementos que inter--
fieren por intercambio iónico en amonita AN - 31 ó --
por pptn. con tionalida. En el método por intercam
bio iónico el eluyente que contiene Sn, se analiza-
polarográficamente, ó fotométricamente con hematoxi
lina o quercitina.

En el método de la tionalida, el Sn se ppt.-
(junto con algo de Fe y Mo) con Cu como colector, -
luego, después de la reducción de Fe^{III} a Fe^{II}, se
lleva a cabo una segunda pptn. para separar el Sn -
de Fe.

Finalmente, el Sn se separa de Cu y Mo por copptn. (con Al) como hidróxido, y se determina, como antes, fotométricamente ó por polarografía.

2402. ESPECTROMETRIA POR ABSORCION ATOMICA DE ESTAÑO EN ALEACIONES DE PLOMO. Tsutomu, M., Junichi, S. and Chohei, N. Japan Analyst. 20 (6), 697 - 700, 1971.

Por extracción de Sn^{II} con metil isobutil cetona (1) de la soln. aq. en la presencia de pirrolidina-1-carboditioato de amonio al 2%, dietilditio-carbamato de Na ó 5 ml de la soln. de toluen-3,4-ditiol a pH < 1, la sensibilidad de la absorción atómica producida se mejora si se repite más de tres veces. La medida se hace a 286.3 nm con una flama de aire - acetileno. No hay interferencia de otros elementos. La muestra de 0.5 g se calienta con 20-ml de H₂SO₄ y 4 g de K₂SO₄, se trata con 250 ml de H₂O, se filtra y diluye con HCl; el Sn, luego se extrae de una alícuota de 50 ml, con 10 ml de l.

194. DETERMINACION ESPECTROFOTOMETRICA DE TRAZAS DE ESTAÑO EN ROCAS, SEDIMENTOS Y SUELOS. Smith, - J.D. Analytica chim. Acta. 57 (2), 371 - 378, - 1971.

Las muestras conteniendo arriba de 1 g de silicato se disuelven por calentamiento durante una noche con HCl - HF en un frasco de polipropileno -- (con una salida con tapa) en un baño de agua-caliente. Se usa el frasco para impedir la pérdida de los compuestos volátiles de Sn. Si la materia orgánica está presente, se añade H₂O₂ aq. al ácido. Los

minerales de roca caliza y ferromanganeso se agitan con HCl- 6 M durante la noche. El estaño se separa de la mayoría de los constituyentes por absorción - de la soln. ácida en una columna de resina Amberlita IR - 400, y se eluye con H₂SO₄- M. La elución se hace 4.5 M en H₂SO₄, se añade KI y el Sn se extrae como SnI₄ en tolueno; se re-extrae en NaOH- M, el extracto se ajusta a pH 1.0 con H₂SO₄ y el Sn se determina con fluoruro de fenilo a 525 nm. El límite de detección es de 0.1 µg de Sn. En la determinación de 1.8 p.p.m. de Sn en basalto, el coef. de variación es de 1.8% (6 determinaciones). Se dan los resultados para diversos materiales que contienen - de 0.74 a 4.4 p.p.m. de Sn.

2290. DETERMINACION DE CANTIDADES EN MICROGRAMOS DE ANTIMONIO, BISMUTO, PLOMO, Y ESTAÑO EN ALUMINIO, HIERRO Y ALEACIONES DE CONTENIDO BAJO DE NIQUEL NO - ACUOSAS POR ESPECTROSCOPIA DE ABSORCION ATOMICA. Burke, K.E. Analyst, Lond., - 97, 19 - 28, 1972.

Se traza previo mecanismo pertinente en la - extracción de Sb, Bi, Pb y Sn, así como de algunos - otros elementos. Las cantidades en microgramos de - Sb, Bi, Pb y Sn, se extraen cuantitativamente de la soln. en HCl al 10% que contiene ácido ascórbico al 2% y KI al 6% en una soln. de óxido de trioctilfosfina al 5% en metil isobutil cetona, y rociando esta soln. directamente en una flama de aire - acetileno (para Sb, Bi and Pb) ó flama de N₂O - acetileno (pa - ra Sn), el metal se puede determinar desde 0.1 p.p. m. por medida de la absorción atómica. Se usan pa - ra preparar la soln. estandar los compuestos organo

metálicos apropiados. Se presenta una serie de resultados en materiales ferrosos y no ferrosos.

4532. METODOS PARA EL MUESTREO Y ANALISIS DE CINC, - Y ALEACIONES DE CINC. PART. 2. ESTAÑO EN LINGOTE DE CINC Y ALEACIONES DE CINC. METODO FOTOMETRICO. British Standards Institution - - BS3630: Part 2: 1972. 9 pp.

El estaño, como su complejo con quercitina; - se separa por extracción con metil isobutil cetona - como solvente, se mide la extinción de la soln. y - se refiere en una curva de calibración. El método - cubre los rangos de 0.0005 a 0.005% y de 0.0025 a - 0.025% de Sn.

Part. 13. COBRE EN ALEACIONES DE CINC (ALEACION B) - (METODO ELECTROLITICO). British Standards Institution. BS3630: Part. 13: 1972. 7 pp.

El cobre (0.5 a 3.5%) se determina por electro-deposición en un medio de $H_2SO_4 - HNO_3$.

VOL. 24 - 1973.

1512. DETERMINACION POLAROGRAFICA DE ESTAÑO EN COBRE, ALUMINIO Y ALEACIONES DE CONTENIDO BAJO DE ZIRCONIO. Tomoyuki, M., Takeshi, Y., Nobutoshi, K. and Masao, T. Analytica chim. Acta. 61 (1), 83 - 88, 1972.

Se disuelve 0.1 g de una aleación conteniendo de 0.25 a 25% de Sn ó 1 g de una aleación conteniendo de 0.002 a 0.25% de Sn [las aleaciones de -- contenido bajo de Cu en 20 ml de $HNO_3 - HCl - H_2O -$

(1:2:4); las aleaciones de contenido bajo de Al en - 20 ml de HCl- 6 M con la adición de 1 ml de H₂O₂ aq. al 30%; las aleaciones de contenido bajo de Zr en - 20 ml de H₂SO₄- 9 M con la adición gota a gota de 1 ml de la soln. de HBF₄ al 42%]. Se añade 8 ml de soln. de Be (preparado por disolución de 0.5 g de - Be en 250 ml de HCl- 6 M y se diluye con H₂O a 500- ml) para la copptn. de Sn, y suficiente soln. de -- EDTA al 10% para enmascarar el Cu, Al ó Zr y se -- hierve por 3 min. Se ajusta la mezcla a pH 8.0 con NH₃ aq. 7.5 M, se hierve por 2 min., y se deja que el ppt., se sedimente luego se filtra. Se lava el ppt, con 30 ml de una soln. de EDTA al 0.5% en NH₃- aq. 0.3 M, se disuelve en 25 ml de HCl- 6 M y se diluye a 50 ml con H₂O. Se transfiere de 2 a 3 ml de esta soln. a una celda polarográfica de corriente - alterna, para eliminar O₂ se burbujea H₂ durante 5- ó 10 min., y se mide la altura del pico de Sn a la - onda de - 0.47 V vs. la onda de mercurio. La soln. estandar se prepara del metal puro. La desviación- estandar fué de 0.04 y 0.0003% para muestras que -- contengan 1.77 y 0.0285% de Sn, respectivamente.

37. DETERMINACION DE COBRE, ESTAÑO, PLOMO, CINCO, - NIQUEL Y FIERRO EN BRONCE POR ESPECTROFOTOME-- TRIA DE ABSORCION ATOMICA. Toma, O. and Crisan, T. Metalurgia. 23 (11), 715 - 717, 1971.

Estos elementos se determinan con una flama- de aire - acetileno alternativamente, para Cu, Pb y Zn, podría usarse una flama de aire - propano. Las líneas analíticas usadas en nm son: para Cu 324.8, - Sn 286.3, Pb 217.0 ó 288.3 para las flamas respecti- vas, Zn 213.2, Ni 232.0, Fe 248.3. El error relati-

vo ésta en el rango de 0.4 a 1.4%. Las curvas de calibración se dan en mg por litro para Cu < 30, Zn < 5, Sn < 800, Ni < 25 y Fe < 10.

798. DETERMINACION DE TRAZAS DE OCHO ELEMENTOS ENFERROMANGANESO POR ESPECTROMETRIA DE ABSORCION ATOMICA. Foster, P., Bozon, H. and Molins, R. Analisis. 1 (3), 205 - 211, 1972.

El plomo, Sb, Sn, Mo y Ni (desde $\approx 0.002\%$ para cada uno) y Co, Cu y Zn (desde $\approx 0.001\%$ para cada uno) en todos los tipos de aleaciones se determina en ≈ 3 hrs. empleando sólo una soln. muestra. La aleación se descompone con HCl- 6 M, y la mezcla se hierve, se enfría y filtra. El filtrado se diluye a 100 ml con HCl- 6 M para la determinación de Sb, Mo, y Sn, y una alícuota de 20 ml se diluye a 100 ml con H₂O para la determinación de Co, Cu, Ni, Pb y Zn (en análisis de rutina es preferible determinar los ocho elementos en esta alícuota diluida). Una lámpara de cátodo - hueco (excepto para Cu) ó una lámpara de espectro continuo de hidrógeno, se usa una flama de aire - acetileno. La medición se refiere en curvas de calibración para cada elemento en ferromanganeso conteniendo 70, 80 ó 90% de Mn. Los resultados coinciden con los obtenidos por polarografía ó espectrofotometría. No hay interferencia de Si, pero la relación de Mn a Fe es exacta para la determinación de Mo.

3470. DETERMINACION FOTOMETRICA DE ESTAÑO EN ACERO Y OTRAS ALEACIONES DE HIERRO CON FLUORURO DE FENILO. Dymov, A.M., Ivanov, I.G. and Romantseva, T.I. Zh. analit. Khim. 26 (12), -- 2360 - 2363, 1971.

Se ha estudiado en la determinación los efectos de la clase del reactivo, acidez de la soln. y la naturaleza de los solventes orgánicos empleados. Procedimiento: Una soln. que contenga de 10 a 50 μ g de Sn, se mezcla con 15 a 20 ml de HCl- 0.5N ó H₂SO₄, se le añade 1 ml de una soln. de gelatina al 1%, - 10 ml de una soln. de fluoruro de fenilo al 0.005% - en ácido acético la cual es de 0.1 a 0.2N en HCl y 5 ml de una soln. buffer de glicina al 20%. Se diluye la soln. a 50 ml y se mide la extinción a 520-nm después de 30 min.

3441. EXTRACCION POR CROMATOGRAFIA PARA LA SEPARACION CUANTITATIVA DE METALES RAROS DE SUS MEZCLAS CON OTROS ELEMENTOS. 1. SEPARACION DE TANTALO Y DETERMINACION DE TRAZAS DE IMPUREZAS. Goryanskaya, G.P., Kaplan, B.Y., Kovalik, I.V. and Nazarova, M.G. Zh. analit. Khim. 27- (8), 1498 - 1502, 1972.

En muestras de 1 g conteniendo de 0.006 a 2-p.p.m. de cada uno de los siguientes elementos Al, Fe, V, Ca, Mg, Mn, Cu, Mo, Ni, Nb, Sn, Pb, Ti, Cr y Zr en tántalo de elevada pureza la determinación es reproducible satisfactoriamente por espectrografía de emisión, después de la separación de las impurezas de Ta en una columna de 9 cm x 3 cm empacada con PTFE poroso empapado con \approx 22 ml de tributil

fosfato al 100%. La impureza de los elementos se - eluye con HF N en 30 ml de HNO₃- N (el eluato contiene < 2 μ g de Ta), y se determina después evapo- rando el eluato a sequedad y mezclando el residuo - con 50 mg de polvo de gráfito. Este método da valores bajos que se obtienen si se usa como eluyente - HF- 0.4N en H₂SO₄- 12N.

VOL. 25 - 1973.

3760. DETERMINACION FLUORIMETRICA DE ESTAÑO Y ANTI- MONIO CON MORINA EN MINERALES Y MATERIALES - NUEVOS. Shcherbov, D.P., Astaf'eva, I.N., y Plotnikova, R.N. Zav. Lab. 39 (5), 546, 1973.

La muestra de 0.1 a 0.5 g se descompone con- H₂SO₄ - HF, el residuo se funde con NaCO₃ - Na₂B₄O₇, esto se disuelve con H₂SO₄ (1:10), y la soln. se di- luye hasta 50 ó 100 ml con el mismo ácido. Una alí- cuota conteniendo de 0.05 a 5 μ g de Sn (hasta 50 - μ g para la espectrofotometría a 420 nm) y de 0.5 a 20 μ g de Sb se trata con 30 ml de H₂SO₄ (1:1), 4 ml- de una soln. de KI al 1% y H₂O suficiente para afo- rrar a 50 ml, y el Sb se extrae en 10 ml de benceno. La fase aq. luego se trata con 4 ml de una soln. de KI al 10%, y el Sn se extrae en 10 ml de benceno. - Los extractos contienen, respectivamente, \approx 99% del Sb y \approx 96% de Sn presente.

Las extracciones en benceno sirven además pa- ra impedir la interferencia subsecuente de Al, Be, - Ga, Hf, In, Sc, Th, Zr, Au, Cr, Fe, Ti ó V, si es- tán presentes en la muestra. Luego el Sb se extrae en 10 ml de HCl 0.05N, cada extracto se trata con 1

ml de una soln. de morina al 0.05% y se determina la intensidad de fluorescencia, para Sn conteniendo $>5 \mu\text{g}$, la extinción se mide a 420 nm.

4192. DETERMINACION DE ESTAÑO EN AGUA DE MAR SEPARACION POR INTERCAMBIO DE ANIONES Y ESPECTROFOTOMETRIA CON VIOLETA DE CATECOL. Yukio, K. -- and Hiroyuki, T. Japan Analyst. 20 (12), 1554 - 1560, 1971.

Después de ajustarse la muestra a 2M en HCl- y a un vol. total de 500 ml, el Sn ($\approx 1 \mu\text{g}$ por litro de agua de mar) se absorbe en una columna de 10 cm x 11 mm con resina Dowex 1 - X8 (en forma Cl^- , de 100 a 200 mallas) y el eluato luego se trata con 100 ml de HNO_3 - 2M. La soln. se evapora a sequedad, después se añade 1.5 ml de H_2SO_4 - M, el residuo se disuelve en 20 ml de HCl- 0.4 M y el Sn es otra vez absorbido en una columna de 6 cm x 10 mm de la misma resina acondicionada con HCl- 0.4M. El hierro y Mo se disuelve con 200 ml de HCl- 0.4M, y el Sn se eluye con 50 ml de HNO_3 2M. El estaño contenido en la disolución se calienta con 0.75 ml de H_2SO_4 - M - hasta obtener humos blancos, al residuo se añade 1-ml de una mezcla de violeta de catecol- 0.3 mM y 1-ml de cetrimida- 0.3 mM, y la soln. se lleva hasta 10 ml con agua, después se añade 1 ml de acetato de Na- M. Después de 15 min., se mide la extinción a 662 nm. No hay interferencia de $< 0.1 \text{ mg}$ para cada uno de Al, Mn, Ni, Cu, Zn, As, Cd, Bi y U; todo el Ti, Zr y Sb se eliminan por el intercambio iónico.- La filtración de la muestra a través de un filtro - de microporos no afecta los resultados, los cuales están de acuerdo con los obtenidos por análisis de-

activación de neutrones.

120. DETERMINACION DE ESTAÑO Y DIFERENCIACION ENTRE CASITERITA Y CRISTALES DE SILICATO EN ROCAS SILICATADAS CONTENIENDO TRAZAS DE ESTAÑO. Agterdenbos, J. and Vlogtman, J. Talanta. 19 (11), - 1295 - 1300, 1972.

El Sn total se determina por descomposición de la roca con HF al 40%, HNO₃ al 65% (2:1) y calentamiento subsecuente con NH₄I.

En las redes cristalinas (no en la casiterita) el Sn se determina por descomposición con la misma mezcla de ácidos y subsecuente calentamiento con HI. La casiterita de Sn no se incluye en las redes de silicato, se determina la roca por calentamiento con NH₄I sin previa descomposición. En cada instante la determinación final es por extracción de SnI₄ en benceno, la re-extracción en H₂SO₄ - 0.25M y la determinación espectrofotométrica con fluoruro de fenilo a 510 nm. Se presenta la precisión de datos y resultados para el análisis de granito, biotita y muscovita. El método es aplicable desde ≈ 3 - p.p.m. de Sn.

124. DETERMINACION DE ESTAÑO POR ESPECTROMETRIA DE ABSORCION ATOMICA EN PRE-MEZCLADO DE GAS INERTE (ENTRADA DE AIRE) - FLAMA DE HIDROGENO. Take-toshi, N., Makoto, M. and Soichiro, M. Analytica-Chim. Acta. 62 (2), 267 - 278, 1972.

Se usa un quemador de llama larga de tipo 'multi-flama' con premezclado de Ar (entrada de aire) - H₂ y flama de N₂ (entrada de aire) - H₂. La -

lámpara de cátodo-hueco (Westinghouse, tipo 45463)-funciona a 14 mA y la absorción se mide a 224.6 nm (las medidas comparativas se hacen también a 235.4- y 286 nm). La presencia de HCl, HClO₄, HF ó de haluros de amonio es notable, y en HNO₃, H₂SO₄, H₃PO₄, ó alcoholes primarios baja la absorción debida al - Sn.

La mejoría y efectos de depresión se determina para 39 elementos. El fierro (como FeCl₃) da la mayor señal y elimina interferencias para la mayoría de los elementos excepto para Bi, Pd, Co, Sb, - Ni, y V. Se discute el mecanismo de éstos efectos.

El método se aplica a la determinación de Sn (4.5% y 0.57%) en aleaciones de cobre (con la adición de FeCl₃) y en acero (0.033%).

VOL. 26 - 1974.

3126. DETERMINACION DE TRAZAS DE ANTIMONIO Y ESTAÑO EN COBRE POR VOLTAMETRIA PRIVADA DE ANODO. Dyke, G. V. and Verbeek, F. *Analytica chim. Acta*. 66 (2), 251 - 257, 1973.

El antimonio y estaño se separan de la muestra soln. por destilación, así, se evitan interferencias por Cu, Bi o Pb. Se disuelven 2 g de cobre en HNO₃ (1:1) y la soln. se evapora a sequedad.

Para Sb, el residuo se disuelve en HCl (1:1); la soln. se mezcla (3:5) con H₂SO₄ (1:1) y se destila a 165° con la adición gradual de la mezcla de -- HBr al 48% y HCl- 12 M (1:2). El Sb del destilado se coprecipita con Fe(OH)₃, el ppt. se disuelve en-

HCl- 2 M y, después de la reducción de Fe^{III} a Fe^{II} con ácido ascórbico, el Sb se determina polarográficamente (por previa electrólisis a -0.5 V). Para el Sn, el residuo de disolución de la muestra se disuelve en $HClO_4$ (1:1) y la soln. se destila a 155° con adición gradual de HBr al 48%; el Sn del destilado se determina después de previa electrólisis a -0.8 V.

85. DETERMINACION DE ESTAÑO Y ANTIMONIO EN ALEACIONES DE PLOMO PARA FORRO DE CABLE POR ESPECTROSCOPIA DE ABSORCION ATOMICA. Quarrel, T.M., Powell, R.J. and Cluley, H.J. Analyst. Lond. 98, 443 - 449, 1973.

Para la determinación rápida de $\approx 0.4\%$ de Sn y de $\approx 0.2\%$ de Sb para cada una en las aleaciones, una muestra de 1 g se disuelve en 5 ml de HF_4 al 42% y 4 ml de H_2O_2 de 100 vol. en un vaso de plástico; la soln. se diluye a 100 ml y se transfiere a un frasco de plástico. El antimonio se determina a 217.6 nm en una flama de aire - acetileno y el Sn a 286.3 nm en una flama de N_2O - acetileno. La soln. estandar para Sb y Sn debe contener HF_4 y H_2O_2 , y aquellas para Sn deben contener también Pb (el principal componente de la muestra).

86. DETERMINACION DE ESTAÑO EN ALEACIONES DE PLOMO ESTAÑO SELENIO. Zorov, N.B. Vest. mosk. gos. Univ., Ser. Khim. 14 (2), 244 - 247, 1973.

Para el análisis de las aleaciones conteniendo de 4 a 22% de Sn, la muestra de 0.1 a 0.2 g se disuelve en 12 ml de agua regia más 6 ml de H_2O , y-

la soln. se diluye a 50 ml con H_2O y se neutraliza con naranja de metilo en NH_3 aq. al 25%. Después se deja en reposo en un baño maria por 40 min. La mezcla se centrifuga y el ppt. se disuelve en 30 ml de HCl (1:1), el tubo de centrifuga se lava con 130 ml de HCl (1:5).

La soln. de HCl se combina y se transfiere a un frasco de reducción y la mezcla se hierve bajo una corriente de CO_2 por 15 min. Una pequeña cantidad se coprecipita, el Se se volatiliza durante la reducción. Finalmente, la soln. se enfría bajo CO_2 y se titula con la soln. de yodo.

3192. PROGRAMA DE LABORATORIO PARA LA DETERMINACION DE ESTAÑO EN UN MINERAL ESTANDAR DE REFERENCIA: UNA ADVERTENCIA. Faye, G.H., Bowman, W. S. y Sutarno, R. *Analytica chim. Acta* 67 (1), 202 - 203, 1973.

Los resultados obtenidos para la determinación de Sn en una reciente emisión de valores estandar del mineral con Zn - Sn - Cu - Pb se tabularon en MP - 1. El 95% de los límites confidenciales de los resultados se proponen entre 2.38 y 2.62% por métodos instrumentales (polarografía, absorción atómica y fluorescencia de rayos - X; 118 resultados), entre 2.25 y 2.71% por determinación volumétrica -- después de la reducción con Fe (55 resultados), y entre 2.15 y 2.35% por determinación volumétrica -- después de otras reducciones (64 resultados), se recomienda que los métodos instrumentales no sean exactamente dependientes del estado de valencia del Sn, se emplean, especialmente para minerales de baja ley.

3194. TECNICA DE DISOLUCION RAPIDA PARA ALEACIONES-DE PLOMO. Bell, H.F. *Analyst. Chem.* 45 (13), 2296 - 2297, 1973.

Se añade el solvente (15 ml de una mezcla de igual vol. de HBF_4 al 48%, H_2O_2 aq. al 30% y EDTA--0.2 M) a la aleación [soldadura ó en la presencia de metal, de 20 a 140 mg dependiendo en su contenido de Sn (de 2 a 40%)] más algunos ml de H_2O_2 contenidos en un frasco de 100 ml; la disolución es completa en un tiempo de 20 a 30 seg. Se calienta el frasco en un baño de vapor por 5 min. para descomponer el exceso de H_2O_2 , luego se enfría, y se lleva el volumen a 100 ml. El Sn contenido en la soln. se determina espectrofotométricamente por absorción atómica (en una flama de aire - acetileno).

VOL. 27 - 1974.

1320. ANALISIS ESPECTROGRAFICO DIRECTO DE ANTIMONIO DE ELEVADA PUREZA. Murty, P.S., Marathe, S.-M., Kapoor, S.K., y Saraswathy, M. *Z. analyt. Chem.* 268 (4), 285 - 286, 1974.

En base a los estudios de volatilización, -- una porción de muestra 10:1 en gráfita pulverizado-- se seleccionó como la más apropiada para la determinación directa de algunos elementos; 50 mg de muestra de esta mezcla 10:1, se somete a espectrografía en una atmósfera de O_2 , la cual da los siguientes -- límites de detección en p.p.m.: Al, 5; As, 10; Bi, 3; B, 0.2; Cd, 2; Cu, 0.3; Ga, 0.5; In, 1; Fe, 7; -- Pb, 0.4; Mg, 6; Mn, 0.5; Ni, 0.5; Ag, 0.1; Sn, 0.4; and Zn, 10.

2. ANALISIS ESPECTRAL EN BISMUTO DE ELEVADA PUREZA. Baranova, L.L., Solodovnik, S.M., and - - Blokh, I.M. Zh. analit. Khim. 28 (7), 1417 - - 1419, 1973.

El rango de la determinación espectrográfica directa de Cu, Ag, Mo, Ni, Co, Si, Pb, Sn, Cr, Mn, - Au, Fe y Cd en bismuto metálico se redujo hasta de 0.011 a 0.1 p.p.m. de los elementos individuales, - si el polvo de la muestra finalmente de 100 mg se mezcla con 10 mg de carbón pulverizado se coloca en la cavidad de un electrodo de carbono y se evapora en una corriente directa de arco de 15- amp., el espectro se fotografía con un espectrógrafo de resolución elevada.

El coef. de variación de 3 determinaciones de los elementos en el rango antes citado, es de -- 10% a 20%.

1349. DETERMINACION ESPECTROGRAFICA DE TRAZAS DE -- ELEMENTOS EN MATERIALES FERROSOS. Morello, - B., De Gregorio, P., y Savastano, G. Appl. -- Spectrosc. 28 (1), 14 - 23, 1974.

Una mezcla de la muestra pulverizada de 100- mg, 10 mg de PTFE y 25 mg de grafito en un electrodo inferior (cátodo) del tipo filtro Scribner - Muller se cubre con un taladro cónico, se somete a corriente directa de arco suministrándose (220 V, 10- amp.) con un electrodo de grafito rojo de extremidad cónica para una exposición de 60 seg. Se emplea un espectrógrafo Ebert de 3.5 metros de enrejado plano y se registra fotográficamente con el espectro de la zona central catódica de la descarga. - Las líneas analítica se tabulan; las líneas de Fe -

se usan para estandarización interna. Se discuten la precisión y exactitud. Los límites inferiores de determinación son de 0.8 p.p.m. para Cu, 1 p.p.m. para Al, Mn, Pb, Sn, Ti y Zr, algunas p.p.m. para B, Co, Mo, Nb, Ni y V, y ≈ 20 p.p.m. para Zn, Cr, As, y Sb. Los resultados concuerdan con los obtenidos por métodos químicos para Co, Cu, Mn, Mo, Ni y Sn en una muestra de hierro.

82. SEPARACION POR INTERCAMBIO IONICO Y DETERMINACION POLAROGRAFICA DE LOS COMPONENTES EN MONOCRISTALES DEL SISTEMA PLOMO - ESTAÑO - SELENIO. Mymrik, N.A. Agasyan, E.P., Gibalo, I.M. and Kamenev, A.I. Zav. Lab. 39 (11), 1312 - 1314, - 1973.

La muestra de 0.05 g se disuelve en 3 ml de HCl - HNO₃-H₂O (3:1:4) por calentamiento a reflujo y la soln., ya fría, se diluye con 50 ml de HCl- 6M y se pasa de 1 hasta 1.5 ml por min. a través de -- una columna (de 1 cm de diam.) con 5 g de amonita - EDE - 10 P secada al aire (en forma de Cl⁻; el tamaño de la partícula es de 0.4 a 0.6 mm).

El Se se eluye con 150 ml de HCl- 6M, luego el Sn con 500 ml de HCl- 2M, luego el Pb con 250 ml de H₂O de 80° a 90°. Los eluatos respectivos se -- usan para determinar Se en HCl- 0.2 M el electrolito soporte, el Sn en HCl- 2 M y Pb en HCl- 2 M después de eliminar el O₂.

VOL. 28 - 1975.

2B92. SEPARACION Y DETERMINACION RAPIDA DE ESTAÑO - POR CROMATOGRAFIA LIQUIDO - SOLIDO. Fritz, J., y Goodkin, L. *Analyt. Chem.* 46 (7), 959 - 962, 1974.

El Sn^{IV} , se absorbe selectivamente en HCl - M en una columna (5.6 cm x 6.3 mm) empacada con resina XAD - 11 (de 100 a 150 mallas) y se eluye con -- HCl - 0.1 M. El eluato se pasa a una celda espectrofotometrica y se mide a 225 nm, la instrumentación descrita por Seymour y Fritz (*Ibid.*, 1973, 45, - 1632) se modifica mezclando HCl - 10 M con eluyente, esto es necesario porque, a concn. \leq de 100 p.p.m., el Sn^{IV} no se detecta en presencia de HCl - 0.1 M. - La altura del pico en la curva de calibración vs. - el peso de Sn es una recta. En los resultados para el Sn estandar contenido en las aleaciones con valores conocidos, el error máximo relativo es de +3.1% (para bronce manganeso 0.96% de Sn). El bismuto, - Fe^{III} , Hg^{II} , Mo^{VI} y NO_3^- interfieren, pero la interferencia (excepto para Bi) puede eliminarse. El método tiene varias ventajas más sobre otros métodos de separación para Sn.

2B78. DETERMINACION DE PEQUEÑAS CANTIDADES DE ESTAÑO EN ROCAS SILICATADAS. De Niltio, G. *Rass. Chim.* 25 (5), 390 - 395, 1973.

La muestra (conteniendo $\approx 0.1\%$ de Sn) se disuelve en H_2SO_4 - HNO_3 - HF , la soln. se evapora -- hasta humos de SO_3 , y el residuo se disuelve en una mezcla de H_2SO_4 y HCl . Esta soln. se trata con sulfato de hidrazina y KH_2PO_4 , luego se burbujea CO_2 a

través de la mezcla a 160° por 30 min. para eliminar impurezas; después de la adición de HCl y HBr, el SnBr_2 formado se destila de 145° a 155° , y el destilado frío, se disuelve en $\text{H}_2\text{SO}_4 - \text{HNO}_3$. La soln. luego se trata con ácido mercaptoacético, do decil sulfato de Na y ditiol, y el Sn se determina espectrofotométricamente a 530 nm. El error no excede al 0.005%.

4B46. DETERMINACION DE SILICIO, ALUMINIO Y ESTAÑO - EN SCHEELITA (TUNGSTATO DE CALCIO) POR ESPECTROGRAFIA DE EMISION. Deltrich, K., and Niebergall, K. *Chemia analit.* 19 (5), 921 - 925, 1974.

La muestra se mezcla con carbón pulverizado en la proporción de 1:3 y su espectro de emisión se mide en la forma ordinaria, el Ta_2O_5 , se añade como estandar interno. El espectro del complejo de W se humedece debido a la formación del carburo. El coef. de variación es $< 5\%$ para Si y $< 15\%$ para Al ó Sn.

6B123. ANALISIS DE MONO CRISTALES DE TELURURO DE PLOMO Y ESTAÑO. Gibalo, I.M., Kamonov, A.L., Agasyan, E.P., Mymrik, N.A., and et al. *Zh. analit. Khim.* 28 (10), 2056 - 2058, 1973.

Cada uno de los cristales [fórmula general - $(\text{Pb}_{1-x}\text{Sn}_x)_{1-y}\text{Te}_y$] se analizaron para la separación de sus elementos por intercambio iónico, croma tografía y polarografía. La muestra de 0.05 g se disuelve en 3 ml de agua regia, y la soln. se diluye con 50 ml de HCl - 6M y se aplica a una columna empacada con 5 g de la resina intercambiadora de iones EDE - 10P (en forma de Cl^-). El Te se eluye con 350 ml de --

ácido oxálico 0.1 M, el Sn con 500 ml de HCl- 2 M, y el Pb con 250 ml de H₂O.

Los eluatos conteniendo Sn ó Pb se analizan directamente por polarografía de corriente directa, y el Te se determina con NaOH- 0.1 M como electrólito soporte. Con uso del método de adición estandar, el coef. de variación es < 4.4% para la determinación de los siguientes porcentajes atómicos: Sn de 4.2 a 40.1; Pb de 8.8 a 44.7 y Te de 50.3 a 51.4. - Los resultados establecidos se obtienen por análisis de rayos - X.

4B85. APARATO SIMPLE PARA LA SEPARACION RAPIDA DE ESTAÑO DE SCHEELITA Y WOLFRAMITA POR CALCINACION CON YODURO DE AMONIO. Hofer, A., y Heindinger, R. Z. analyt. Chem., 271 (2), 127 - 128, 1974.

Una muestra de 0.5 g de roca se pulveriza con 1 g de NH₄I y la mezcla se calienta dentro de un tubo de combustión de cuarzo en una corriente de N₂. Los vapores producidos se pasan a través de una trampa fría con NaCl helado, luego el contenido de la trampa se disuelve en 10 ml de HCl- 6 M. Se lava con H₂O la trampa y el tubo de combustión, se añade a la soln., la cual luego se trata con ácido-ascórbico hasta decoloración y se diluye a 100 ml.- El estaño se determina por absorción atómica a 286.3 nm en una flama de difusión de aire-H₂, el rango utilizado es hasta 20 µg de Sn por ml.

VOL. 29 - 1975.

- 3B35. DETERMINACION DE METALES EN CONCENTRACIONES BAJAS EN COBRE DE ELEVADA PUREZA POR ESPECTRO FOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA. Katalin, B. Z., Etolka, H.G., Laszlo, P. and Erno, P. Mikrochim. Acta. 1 (1), 107 - 116, 1975.

Las condiciones óptimas de flama, altura y tipo se establecen para la determinación de Cd, Co, Fe, Ga, y Sn en una flama de N_2O - acetileno. Se discuten los efectos de interferencia de Cu y las dificultades encontradas en la determinación de cada uno de los elementos; la separación de Cu se recomienda para $< 0.1\%$ de Fe ó Co, y para $< 1\%$ de Ga, Ge ó Sn.

Los límites de detección son de $0.03 \mu g ml^{-1}$ (para Cd ó Fe) a $1.0 \mu g ml^{-1}$ (para Ge). Los resultados están de acuerdo con los obtenidos por polarografía.

- 6B117. DETERMINACION DE PEQUEÑAS CANTIDADES DE PLOMO O ESTAÑO EN METALES DE FIERRO Y NIQUEL -- POR ESPECTROMETRIA DE ABSORCION ATOMICA. Musil, J. Hutn. Listy. 30 (4), 292 - 294, 1975.

La muestra de 1 g se disuelve en una mezcla de 15 ml de HCl (1:1) y 1 ml de una soln. de H_2O_2 - al 15%, la soln. se evapora hasta ≈ 5 ml y se diluye con 5 ml de H_2O , luego se añaden 10 ml de HCl -- (1:1), y la mezcla se filtra; el filtrado se lava con H_2O , 4 g de ácido ascórbico seguida por 5 g de KI, se añade al filtrado y se lava, y la soln. se diluye a 80 ml con H_2O . Esta soln. se transfiere a

un vaso con 20 ml de H_2O y se extrae con una soln. de óxido de trioctilfosfina al 5% en isobutil metil cetona (2 x 10 ml). Después de 30 min., los extractos combinados se diluyen a 25 ml con isobutil metil cetona y se sujeta a la espectrometría de absorción atómica, a 283.3 nm para Pb (flama de aire - acetileno) ó a 286.3 nm para Sn (flama de N_2O - acetileno). Se determinan menos de 0.02% de Pb y - - 0.08% de Sn.

1B24. DETERMINACION DE IMPUREZAS EN HALUROS DE METALES ALCALINOS POR ESPECTROGRAFIA. Pavlenko, - L.I., Petrukhin, O.M., Zolotov, Y.A., Karya--kin, A.V., Gavrilina, G.N. y Tumanova, I.E. - Zh. analit. Khim. 29 (5), 933 - 937, 1974.

Las trazas de Pb, Sn, Cr, Mn, Fe, Sb, Co, Ag, Ni, Zn, Ti, Cu, Mo, Bi, Mg, Ca, Al y Cd se extraen a pH de 8 a 9 de la muestra aq. (e.g., ≈ 1 g de yoduro de sodio) en una mezcla de cupferrón 0.05 M, - dietilditiocarbamato 0.05 M, y óxido de trioctilfosfina 0.05 M en $CHCl_3$. El extracto se evapora con carbón pulverizado, y el residuo se mezcla con NaCl al 5% como buffer espectrográfico y se excita en -- una corriente directa de arco de 10-A entre electrodos de carbón. El método se usa para determinar de 0.001 a 0.1 p.p.m. de los elementos citados; el coef. para el rango de variación es de 15 a 50% (15 resultados).

6B79. DETERMINACION ESPECTROFOTOMETRICA DE ESTAÑO - EN MINERALES, ROCAS Y ALEACIONES CON VIOLETA- DE CATECOL DESPUES DE LA EXTRACCION CON ACIDO N - FENILBENZOHIDROXAMICO. Koeva, M., Marova, S., y Iordanov, N. Analytica chim. Acta. 75 - (2), 464 - 467, 1975.

El método de Ross y White (Analyt. Abstr., - 1961, 8, 4109) para la determinación espectrofotométrica de Sn por formación de complejos con violeta- de catecol cubre el rango de 1 a 50 μg de Sn, en - 25 ml de soln. El método se aplica a la determinación de Sn en casiterita, granito y latón. Las interferencias de Ti^{IV} , Al, Ga, In, Zr, Th, Sb^{III} , Bi^{III} , Mo^{VI} , W^{VI} y Fe^{III} se evitan separando el Sn, antes- de la espectrofotometría, mediante la extracción -- con ácido N -fenilbenzohidroxámico al 1% en ácido - acético (V/V) al 50% con HCl 0.5 M en CHCl_3 . El es taño, luego se extrae de la fase orgánica por agita- ción con HCl- 8 M, y el extracto se evapora a seque- dad antes de la disolución para su determinación es pectrofotométrica.

La similitud con la fluorescencia de rayos X, polarografía, espectrofotometría y métodos espectro- gráficos de emisión demuestra que los métodos se -- pueden aplicar a la determinación de cantidades mi- cro de Sn natural y en materiales industriales nue- vos.

6B118. DETERMINACION DE ARSENICO, ANTIMONIO Y ESTAÑO EN ACEROS POR ESPECTROMETRIA DE ABSORCION ATOMICA SIN LLAMA. Ratchiffi, D.B., Byford, C.S. y Osman, P.B. Analytica chim. Acta. 75-(2), 457 - 459, 1975.

El arsénico, Sb, y Sn se determinan en acero en el rango de 0.002 a 0.1% por e.a.a. después de la atomización en una varilla de grafito cilíndrico de 9 mm de long x 3 mm de diámetro. La muestra de 1 g se disuelve en HNO_3 (1:4), y la soln. se diluye a 100 ml con H_2O . Se inyectan sucesivas alícuotas de 5 μl en el aparato. Se usa Ar como gas inerte, y la temp. del horno es de 3000° . El arsénico, Sb y Sn se determinan por absorción a 193.7, 217.6 y 224.6 nm con límites de detección de 1, 0.3 y 0.8 ng, respectivamente. La curvatura de la curva de calibración limita el rango óptimo de operación ($\mu\text{l} \times \text{ml}^{-1}$) de 0.05 a 3 para As, de 0.05 a 3 para Sb y de 0.1 a 3 para Sn. Para acero conteniendo, 0.033% de As, 0.024% de Sb y 0.027% de Sn, la desviación estandar es de 0.0019, 0.001 y 0.002%, respectivamente (10 y 12 determinaciones cada una).

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

- 1) Analytical Abstracts.
Vol. 9 - 25 (1962 - 1975).
- 2) Baker, E. M., Walter, L.
Inorganic Chemical Technology
2 ed.
Mc Graw - Hill
New York (1941).
- 3) Brauer, G.
Handbook of preparative Inorganic. Chemistry
Volume I
Second Edition.
Academic Press Inc.
New York (1963).
- 4) Bargalló, M.
Tratado de Química Inorganica
2 ed.
Editorial Porrúa, S.A.
México, (1972).
- 5) Bargalló, M.
Curso de Química Descriptiva (Inorgánica y Orgánica).
- 6) Calvet, E.
Química General Aplicada a la Industria.
Tomo II
3 ed.
Salvat editores, S.A.
Barcelona (1959).

- 7) Cotton, F.A., and Wilkinson, G.
Advanced Inorganic Chemistry
3 ed.
Interscience
New York (1972).
- 8) Cotton, F. A., and Wilkinson, G.
Química Inorgánica Avanzada
2 ed.
Interscience
New York (1971).
- 9) Discher, Cl. A.
Química Inorgánica Farmacéutica
Editorial Alhambra, S.A.
Madrid, (1966).
- 10) Flagg, J. F.
Chemical Analysis
Vol. IV. Organic Reagents.
Interscience Publishers, Inc.
New York (1948).
- 11) Heslop, R. B., and Robinson, P. L.
Química Inorgánica.
Elsevier Publishing. Com.
Holanda (1962).
- 12) Hillebrand, W. F., Lundell, G. E.
Applied Inorganic Analysis
Second Edition
Jhon Willey Sons, Inc.
New York (1955).

- 13) Mantell, C. L.
Tin. Its Mining. Production. Technology. Applications.
Reinhold Publishing Corporations
New York (1929).
- 14) Mitchell y Ward.
Modern Methods in Quantitative Chemical Analysis.
(1932).
- 15) Poller, R. C.
The Chemistry of Organotin Compounds.
Academic Press
New York (1970).
- 16) Vogel, A. I.
Química Analítica Cuantitativa.
Buenos Aires (1960)
- 17) Vogel, A. I.
A text - book of quantitative inorganic analysis theory and practice.
2da. ed.
Longmans
London (1951).



Impresiones "ARIES"

COLOMBIA NUM. 2 ALTOS 2

(BO. CON STABIL)

MEXICO 1. D. F.

5-26-04-72

5-29-11-19