



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

QUIMICA ANALITICA DEL COBALTO

ESTEBAN GONZALEZ RAMIREZ

QUIMICO

1979



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

CLAS. TESIS 1979
ADO. M. T. [illegible]
FECHA 153
PROC. _____



Jurado asignado
originalmente -
según el tema.

Presidente: Prof. CARLOS KOBEH HEDERE
Vocal: Profra. ALICIA BENITEZ DE ALTAMIRANO
Secretario: Prof. ALBERTO OBREGON PEREZ
1er Suplente: Prof. JORGE MENCARINI PENICHE
2º Suplente: Profra. MARTHA RODRIGUEZ PEREZ

Sitio donde se desarrolló el tema:

BIBLIOTECA DE LA FACULTAD DE QUIMICA DE LA UNAM.

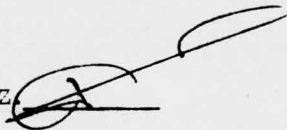
Sustentante:

ESTEBAN GONZALEZ RAMIREZ.



Asesor del tema:

Ing. ALBERTO OBREGON PEREZ.



A MIS PADRES:

Sra. Gloria Ramírez de González.

Sr. Lic. José Refugio González Martínez.

A MIS HERMANOS:

Paula

Julio


Alberto.

A MI ESPOSA:

Luz del Carmen Vargas Villanueva.

A MI HIJO:

José Refugio González Vargas.



Con profundo agradecimiento al Ing.
Alberto Obregón Pérez y a la Maestra -
Alicia Benítez de Altamirano, por su -
ayuda entusiasta.

INTRODUCCION

El presente trabajo es parte de una serie de monografías, con las que se pretende llegar a contar con un instrumento - que permita tener fácil acceso a la información que se encuentra dispersa en la literatura química, acerca de la Química - Analítica de cada uno de los elementos de la tabla periódica.

En la primera parte de ésta tesis, se proporcionan datos - que se consideran de interés acerca del cobalto. La segunda - parte está integrada por índices cruzados, Material examinado-Método analítico; en los que se ubican extractos de la revista Analytical Abstracts, de los años: 1972, 1973, 1974, - 1975 y 1976.

En la tercera parte, se transcriben los extractos que se - consideraron de mayor interés.

HISTORIA

La palabra "cobalto", proviene de "kobold": que en lengua germánica significa : duende o espíritu maligno. Este nombre fué aplicado por los mineros centroeuropeos del siglo XV, a las menas que al ser fundidas, no daban metal alguno y emitían olor a ajo y azufre, lo cual atribuían a la presencia de espíritus malignos.

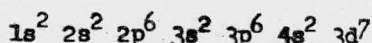
Ya desde la antigüedad se utilizaban minerales de cobalto para impartir coloración azul al vidrio. Ha sido bien comprobada la presencia de cobalto en algunos vidrios de Babilonia, y uno de los vidrios hallados en la tumba de Tutankamen, contiene cobalto.

En el año de 1735, el químico sueco Brandt, consiguió preparar a partir de los minerales llamados "kobold", al "rey - cobalto" o cobalto metálico. En 1780, Bergman investigó sus propiedades.

El cobalto es el elemento número 27 de la tabla periódica. Se encuentra en ella en el período número 4, formando parte de una de las tres triadas, junto con el fierro y el níquel.

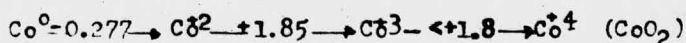
Es un metal tenaz y maleable, que presenta propiedades -- ferromagnéticas, aunque en menor grado que el fierro y el níquel.

Su configuración electrónica es:



El cobalto presenta dos alótropos; uno, con red hexagonal, estable a temperatura ambiente, con distancia Co-Co de 250 Å; el otro, con red cúbica centrada en las caras. La -- primera forma se transforma en la segunda, a una temperatura de 450⁰ C, aunque es posible la existencia de ambas a -- temperatura ambiente.

Sus potenciales de electrodo son los siguientes:



A continuación se mencionan algunas de sus constantes.

Peso atómico	59.94
Punto de fusión	1495° C
Punto de ebullición	2900° C
Densidad	8.85 g/ml
Dureza	5.5
Electronegatividad	1.8 (escala de Pauling)
Calor específico	0.0928 cal/g
Radio atómico metálico	1.253 Å
Radio iónico	Co II, 0.82 Å; CoIII, 0.65 Å
Potenciales de ionización	1°:7.86 ev. 2°:17.3 ev.
Dilatación lineal (coef por 10 ⁶)	12.36 (40°C)
Resistividad eléctrica	5.68 µΩ/cm (0°C)

MINERALES

Existen cerca de unos 17 minerales que contienen cobalto, siendo desde el punto de vista comercial, los mas importantes: los arseniuros, los óxidos y los sulfuros. En los arseniuros, es frecuente encontrar al cobalto asociado con níquel, oro y plata: en tanto que en los sulfuros, lo está con cobre.

Arseniuros:

Esmaltita.- $(\text{Co}, \text{Ni}, \text{Fe}) \text{As}_2$

Cobaltita.- $(\text{Co}, \text{Fe}) \text{As S}$

Escuterudita.- Co As_3

Eritrita.- $(\text{Co}_3, \text{AsO}_4) \cdot 8\text{H}_2\text{O}$

Sulfuros:

Carrolita.- $\text{CuS} \cdot \text{CoS}_3$

Lineita.- $(\text{Co}, \text{Ni}, \text{Fe})_3 \text{S}_4$

Oxidos:

Asbolita.- Mezcla de óxidos de cobalto y de manganeso,

Heterogenita.- Oxido de cobalto hidratado que algunas veces contiene cobre, níquel y fierro.

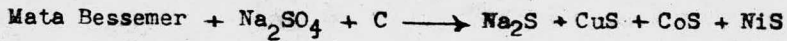
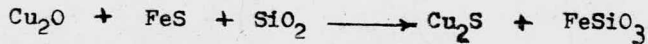
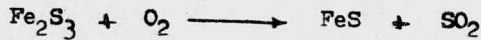
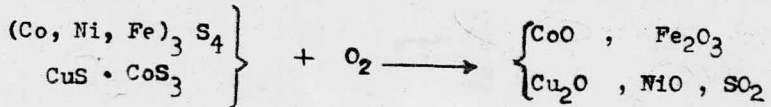
OBTENCION

Ningún mineral se explota exclusivamente para la obtención de cobalto, sino que mas bien se obtiene como un subproducto de la extracción de otros metales, especialmente de las menas de níquel y cobre.

Los minerales que contienen níquel y cobalto, se trabajan del modo usual para el níquel y después se separan níquel y cobalto entre sí.

La obtención usualmente se inicia con una tostación en hornos rotatorios, seguida de fusión en un horno de reverbero. A continuación tratamiento en un convertidor Bessemer con aire y cuarzo, para escorificar al fierro. Al producto obtenido se le denomina mata Bessemer: ésta se funde con sulfato de sodio y carbón para separar el cobre en forma de sulfuro, combinado con sulfuros alcalinos. Se forman dos capas en la parte superior queda el cobre y en la inferior níquel y cobalto en forma de sulfuros; éstos últimos son tostados parcialmente para remover azufre y fundidos para luego llevarlos a tostación a alta temperatura, con la ayuda de pequeñas cantidades de NaNO_3 para asegurar la oxidación completa. Se agrega también sal común, para convertir cualquier traza de cobre en su cloruro.

Los óxidos de níquel y cobalto obtenidos, se lavan y son -
reducidos para obtener una mezcla de ambos metales que se pro-
cede a separar, generalmente por el proceso Mond.



Proceso Mond.- Consiste en calentar a 50-60°C y en presencia de una corriente de monóxido de carbono, una mezcla de cobalto y níquel finamente dividida. Bajo éstas condiciones el níquel forma el compuesto tetracarbonilo de níquel, cuyo punto de ebullición es de 43°C, por lo que destila, dejando al cobalto en el reactor. El tetracarbonilo de níquel se pasa a una torre de descomposición, en la que se tiene una temperatura de 180° C ; en ésta se desprende monóxido de carbono y se deposita níquel en forma de gránulos pequeños

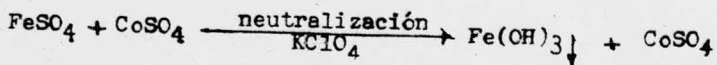
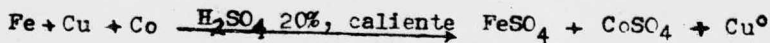


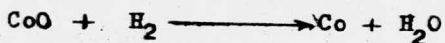
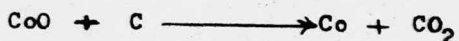
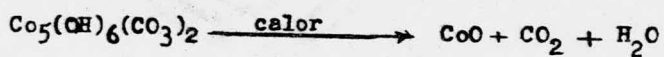
En minerales en que el cobalto se encuentra asociado principalmente con cobre, se aplica el tratamiento usual para refinación de cobre. Se obtiene una aleación que se muele y se trata en un digestor rotatorio con ácido sulfúrico caliente, al 20%, de tal manera que se obtiene una solución de sulfato ferroso y sulfato cobaltoso, con cobre metálico finamente dividido en suspensión. La solución se neutraliza parcialmente y se trata con hipoclorito o clorato de potasio para oxidar al fierro. Se obtiene un precipitado que contiene hidróxido férrico. Con ésto se logra la remoción de la mayor parte del fierro.

A la solución clara que se obtiene y en la que se encuentra el cobalto en forma de sulfato, se le calienta a 60°C y se le agrega carbonato de sodio, hasta que la casi totalidad del cobalto ha precipitado como carbonato básico, que es separado -- por filtración. El precipitado se seca y se calcina. La calcinación se hace a 880°C y en atmósfera reductora, si se desea obtener el óxido gris (CoO), y a 720°C y en atmósfera oxidante, si se requiere el óxido negro. La diferencia principal entre el comportamiento de ambos óxidos, es su solubilidad en ácido acético; para el óxido gris es de cerca de 7% y para el óxido negro es de 96% o más.

El sulfato de sodio presente, es eliminado por molienda -- húmeda.

Si se requiere cobalto metálico en forma de rodajas, el óxido es granulado por un proceso especial y calentado con carbón en un horno de reverbero, a cerca de 1050° C. Si se requiere el metal en forma de polvo, entonces se calienta el óxido gris en un horno eléctrico y con corriente de hidrógeno.





El cobalto también puede separarse por la electrólisis de una solución de sulfato de cobalto, que contenga sulfato de amonio y amoníaco.

En la preparación de compuestos de cobalto muy puros, el cobalto se precipita como cobaltamina: $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}]\text{Cl}_2$. Trazas de níquel pueden ser eliminadas, precipitando al níquel con dimetilglioxima.

- USOS -

El cobalto al estado metálico tiene gran número de aplicaciones en muy diversos campos de la ciencia y la tecnología.

Se le usa para recubrimientos electrolíticos de otros metales (cobaltaje); que tiene mayor resistencia química que el niquelado.

Tiene la capacidad de absorber grán cantidad de neutrones para formar isótopos radiactivos, los cuáles se emplean en -- tecnología nuclear y en medicina: en éste último caso para la irradiación de tejidos enfermos.

El cobalto entra en la composición de los aceros llamados de corte rápido; en un porcentaje de alrededor de 10%.

Una aleación muy usada, que contiene cobalto es la estelita, cuya composición es aproximadamente de 60% de Co, 30% de Cr, 1.8% de W y 1.8 % de C. Esta aleación se usa para la fabricación de válvulas para motores de explosión, álabes de turboreactores y turbinas y para la protección de piezas contra el calor por metalización: aunque va siendo desplazada por aleaciones de carburo de tungsteno.

En química el cobalto encuentra uso como catalizador en -- reacciones de hidrogenación, principalmente.

Las sales de cobalto tienen mucha aplicación como pigmentos. p.ej.:

CoCrO_4 -pigmento verde: $\text{K}_3\text{Co}(\text{NO}_2)_6$ -pigmento amarillo: $\text{Co}(\text{AsO}_4)_3$ - pigmento rojo: CoCC_3 - pigmento rojo.

Por los cambios de color tan apreciable que tienen algunas sales de cobalto, de acuerdo a su grado de hidratación, encuentra gran aplicación como indicador en higrómetros.

Algunas sales de cobalto tienen también aplicación como aditivos para alimentos; tal es el caso del acetato de cobalto, que se usa para estabilizar la espuma de la cerveza.

COMPUESTOS DE COBALTO

En el cobalto persiste la tendencia a la disminución de la estabilidad de los estados de oxidación elevados, que se observa a lo largo de la primera serie de los elementos de transición. Así se ha observado la ausencia completa de estados de oxidación superiores a $4+$ en condiciones químicamente significativas.

En el estado de oxidación $2+$, el cobalto forma gran cantidad de sales simples que tienen la característica de que solamente en soluciones muy diluidas se descomponen totalmente en iones típicos; en disoluciones concentradas hay formación de complejos, lo que ya se aprecia exteriormente por el color de las disoluciones. Las disoluciones bastante diluidas de sales de Co II, tienen color rosa muy débil. En las disoluciones concentradas, aumenta la intensidad del color, mas fuertemente de lo que corresponde al aumento de los iones y el tono del color se desplaza hacia el rojo púrpura, para cambiar por ulterior sustracción de agua, lentamente hacia el azul púrpura. En el estado de oxidación $3+$, el cobalto forma sales sencillas menos estables, aunque los complejos que puede formar en gran número, tienen apreciable estabilidad. Sus colores son verde, verde azulado y pardo; muchos del mismo -

tipo son de colores diversos. Las aminas son amarillas, amarillo parduzcas, anaranjado rosadas, rojas, verdes, pardo-rojizas, violeta rojizas, rojo purpúreas y pardas.

También existen algunos importantes complejos de Co I - Este estado de oxidación del cobalto es uno de los que mejor se conocen entre los elementos de la primera serie de transición, excepción hecha del cobre.

- - COMPUESTOS SIMPLES DE COBALTO II

CLORURO DE COBALTO II.- CoCl_2

Cristales de color azul pálido. Pf: 735°C . Soluble en agua, alcoholes, acetona, éter, glicerina y piridina. Soluciones rosadas que viran a azul por calentamiento, por adición de un cloruro soluble o de ácido clorhídrico. Forma mono, di y hexahidratos. El hexahidrato se presenta en forma de agujas monoclónicas de pf 86°C . El di y el monohidratos, son de color violeta. El cloruro anhidro se prepara por combinación de sus elementos.

OXIDO DE COBALTO II. CoO

Polvo ó cristales cúbicos o hexagonales. Color que varía del verde olivo al rojo, dependiendo del tamaño de la partícula. Pf 1935°C . Prácticamente insoluble en agua, soluble en ácidos y álcalis. Fácilmente absorbe oxígeno, aún a temperatura ambiente. Se reduce con carbón o con monóxido de carbono. -- Reacciona a elevadas temperaturas con sílice, alúmina u óxido de cinc para formar pigmentos. Se obtiene por calentamiento del metal en el aire o por descomposición térmica del carbonato correspondiente.

HIDROXIDO DE COBALTO II. $\text{Co}(\text{OH})_2$

Pelvo ó cristales rómbicos finos, de color azul-verdoso: cuando se produce añadiendo un hidróxido alcalino en solución a una solución de una sal de Co II; y de color rojo claro, cuando se produce añadiendo una solución de una sal de Co II a un hidróxido alcalino en solución. Fácilmente oxidable por el aire ó agentes oxidantes débiles, a $\text{Co}(\text{OH})_3$. Al ser calentado en vacío y a 168°C , pierde agua y dá CoO . Escasamente soluble en agua. Insoluble en álcalis diluidos. Soluble en ácidos y en amoniaco acuoso concentrado.

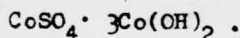
SULFATO DE COBALTO II. CoSO_4

a) Heptahidrato.-Cristales monoclinicos de color rosado ó rojo. Pf 96.8°C . Delicuescentes. Se obtiene disolviendo cobalto en ácido sulfúrico y cristalizando.

b) Hexahidrato.-Constituye el mineral bieberita. Cristales ortorrómbicos de color rojo. Estable a 708°C . Soluble con lentitud en agua hirviente.

c) Monohidrato.-Cristales monoclinicos de color rosa. Lenta mente soluble en agua hirviente.

Se conoce también el SULFATO BASICO DE COBALTO:



SULFATO DE POTASIO Y COBALTO .- $K_2SO_4 \cdot CoSO_4 \cdot 6H_2O$

Cristales rojos monoclinicos prismáticos. Pierde agua al ser calentado por encima de los $75^{\circ}C$, formando el dihidrato, de color café rojizo, que es estable a $120-150^{\circ}C$. A $200^{\circ}C$ se forma el compuesto anhidro, que es un sólido de color violeta, totalmente insoluble en agua.

NITRATO DE COBALTO II.- $Co(NO_3)_2$

Polvo de color rojo claro. Se descompone a $100-105^{\circ}C$. Soluble en agua. Se forma el hexahidrato, que son cristales monoclinicos rojos, deliquescentes, que funden a $55^{\circ}C$, para pasar a un líquido rojo que se torna de color verde y se descompone al óxido, por encima de $74^{\circ}C$. Muy soluble en agua, alcohol y en la mayoría de los solventes orgánicos.

OXALATO DE COBALTO II.- CoC_2O_4

Absorbe humedad del aire para formar hidratos: el mas común es el dihidrato; polvo cristalino é agujas de color rosa claro. Casi insoluble en agua y en ácido oxálico acuoso. Libremente soluble en amoníaco acuoso. Se descompone al ser calentado en presencia de KOH acuoso o solución de Na_2CO_3 .

BROMURO DE COBALTO II.- CoBr_2

Sólido verde brillante u hojuelas cristalinas verdes. Pf 678°
Higroscópico, forma el hexahidrato al exponerse al aire, soluble en agua, metanol, etanol, eter-acetona y acetato de metilo.

Hexahidrato.- Cristales prismáticos deliquescentes de color rojo púrpura. Punto de fusión $47-48^\circ \text{C}$. A 100°C , pierde -- cuatro moléculas de agua y a 130°C , pasa a la forma anhidra. Disuelto en agua produce coloración azul o roja, dependiendo de la temperatura y la concentración.

YODURO DE COBALTO II.- CoI_2

La sal anhidra existe en dos formas isomórficas:

Forma alfa.-Sólido parecido al grafito, punto de fusión $515-520^\circ \text{C}$. Muy higroscópico; se torna verde negruzco al contacto con el aire. Soluble en agua, dando coloración roja o rosada.

Forma beta.- Polvo amarillo ocre: calentado a 400° oscurece y pasa a la forma alfa. Muy higroscópico. Deliquescente. Soluble en agua para dar una solución incolora que se torna rosa al ser calentada.

Hexahidrato.-Prismas hexagonales de color rojo oscuro. Pierde el agua a 130° , así como por simple exposición al aire y a la luz. Soluble en agua, a menos de 20° , solución roja; a $20-40^\circ$, color verde oliva y por encima de 40° , verde claro. Se prepara calentando el metal con vapores de yodo.

FLUORURO DE COBALTO II.- CoF_2

Cristales rosados tetragonales. Pf 1100-1200° C, formando un líquido rojo que se volatiliza a 1400° C. Escasamente soluble en agua, fácilmente soluble en ácidos minerales tibios. Forma di, tri y tetra hidratos, todos solubles en agua. Sus soluciones acuosas se decoloran por la ebullición, formando el oxifluoruro $\text{CoF}_2 \cdot \text{CoO} \cdot \text{H}_2\text{O}$.

Se prepara por la acción de ácido fluorhídrico sobre CoCl_2 .

ACETATO DE COBALTO II.- $\text{Co}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2$

Cristales de color rosa claro, fácilmente solubles en agua, se preparan a partir de hidróxido o carbonato cobaltoso y exceso de ácido acético diluido.

Tetrahidrato.- Cristales prismáticos monoclinicos. Pasa a la forma anhidra al calentar a 140°. Soluble en agua, alcohol, ácidos diluidos y acetato de pentilo.

ARSENATO DE COBALTO II.- $\text{Co}_3(\text{AsO}_4)_2$

El octahidrato se presenta en la naturaleza como el mineral eritrita. Agujas finas, monoclinicas de color rosa a rojo - sangre. Calentando a 400° pasa a la forma anhidra. Al calentar a 1000° se descompone. Prácticamente insoluble en agua. Soluble en ácidos minerales diluidos y en amoníaco.

CARBONATO DE COBALTO II.- CoCO_3

Se encuentra en la naturaleza como el mineral llamado esferocobaltita. Se prepara en el laboratorio calentando una solución de una sal cobaltosa con carbonato de sodio. Polvo rojo o cristales romboédricos. Casi insoluble en agua, alcohol y acetato de metilo. Soluble en ácido nítrico y en ácido clorhídrico. - Hexahidrato. Agujas cristalinas de color rosa a rojo violá --- ceo. Estable en el aire, al ser calentado a 140° pasa a la - forma anhidra. Se conoce también el carbonato básico de cobalto $\text{Co}(\text{OH})_6(\text{CO}_3)_2$. Polvo de color rojo pálido, usualmente contiene algo de agua. Prácticamente insoluble en agua. Soluble en ácidos diluidos y en hidróxido de amonio.

FORMATO DE COBALTO II .- $\text{Co}(\text{HCOO})_2$

Se presenta como dihidrato, polvo cristalino rojo. Soluble en agua. Casi insoluble en alcohol. A 140° pasa a la forma anhidra.

FOSFATO DE COBALTO II.- $\text{Co}_3(\text{PO}_4)_2$

Se presenta como octahidrato. Polvo amorfo de color rosa. - - Prácticamente insoluble en agua. Soluble en ácidos minerales.

SULFURO DE COBALTO II.- CoS

Se presenta en dos variedades isomórficas.

Forma alfa.-Polvo negro amorfo. Forma $\text{Co}(\text{OH})\text{S}$ al ser expuesto al aire. Soluble en HCl.

Forma beta.- Polvo gris o cristales octaédricos de color rojo plata. Tiene un punto de fusión por encima de 1100° . Prácticamente insoluble en agua. Soluble en ácidos.

TIOCIANATO DE COBALTO II. - $\text{Co}(\text{SCN})_2$

Polvo café amarillento. Soluble en agua, para dar una solución de color rosa. Soluble en etanol, metanol, acetona y cloroformo, dando soluciones azules.

La forma trihidratada se presenta como cristales de color violeta a café violáceo ó rojo a la luz transmitida. Soluble en agua, para dar una solución azul que se torna rosa al diluir. Soluble en etanol, eter y acetona para dar soluciones azules.

OXIDO COBALTOSO-COBALTICO.- Co_3O_4

Cristales octaédricos de sistema cúbico, de color gris o negro. Al ser calentados por encima de 900° , pierde agua y forma CoO. A temperaturas inferiores a 900° , absorbe agua, pero sin modificar su estructura cristalina: no se ha identificado algún hidrato definido. Es reducido fácilmente a Co metálico por C, CO e H_2 . Casi insoluble en agua. Soluble en ácidos y álcalis.

COMPUESTOS SIMPLES DE COBALTO III

ACETATO DE COBALTO III.- $\text{Co}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_3$

Polvo o cristales octaédricos de color verde oscuro. Se descompone a 100° . Soluble en agua, ácido acético, alcohol y n-butanol.

FLUORURO DE COBALTO III.- CoF_3

Polvo cristalino de color pardo claro. En presencia de humedad se decolora: en presencia de agua desprende O_2 .

OXIDO DE COBALTO III.- Co_2O_3

Se presenta en forma monohidratada. Polvo de color café oscuro. Calentado en vacío a $148-150^\circ$, pasa a la forma anhidra. Prácticamente insoluble en agua, soluble en HCl con desprendimiento de Cl_2 ; en HNO_3 y en H_2SO_4 .

SULFATO DE COBALTO III.- $\text{Co}_2(\text{SO}_4)_3$

Se presenta con 18 moléculas de agua. Laminillas y polvo cristalino de color verde azulado. Al estado seco es estable, pero sus soluciones acuosas desprenden oxígeno y se transforman en CoSO_4 . Al reaccionar con K_2SO_4 se produce el alumbre de cristales azules, octaédricos y diamagnéticos: $\text{KCo}(\text{SO}_4) \cdot 12\text{H}_2\text{O}$. El agua de hidratación está fuertemente unida al anión del sulfato. (caso raro en los alumbres). Se prepara por oxidación anódica de la solución de CoSO_4 en H_2SO_4 8F.

HIDROXIDO DE COBALTO III.- $\text{Co}(\text{OH})_3$

Precipitado de color pardo, coposo, que se produce al dejar expuesto al aire $\text{Co}(\text{OH})_2$. No se conoce en forma pura, porque fácilmente va más allá la oxidación, cuando es obtenido.

Se conocen también:

CIANURO DE COBALTO III, $\text{Co}(\text{CN})_3$

SULFURO DE COBALTO III, Co_2S_3 .

COMPUESTOS COMPLEJOS DE COBALTO

COMPLEJOS DE COBALTO I

Los pocos que se conocen, poseen ligantes que son ácidos pi. El número de coordinación característico de Co I, parece ser 5 y - el poliedro de coordinación que adopta preferentemente es la - bipirámide trigonal, aunque también se llegan a encontrar complejos octaédricos y con simetría de pirámide cuadrada.

En seguida se mencionan algunos de los más importantes:

$[\text{Co}(\text{CNR})_5]^+$. Se prepara por reacción de carbonilo de cobalto - con el isocitrilo correspondiente.

$[\text{Co}(\text{CO})_3(\text{Ph}_3\text{P})_2]^+$. Se prepara haciendo reaccionar en solventes polares y a temperaturas elevadas, trifenilfosfina con carbonilo de cobalto.

$[\text{CoL}_5\text{ClO}_4]$; L = fosfito. Se prepara por la reacción de KClO_4 con $\text{P}(\text{OCH}_2)_3$.

De manera similar se prepara $[\text{CoL}_5]\text{NO}_3$

Se conocen también varios casos en los cuales los complejos -- de Co II adicionan NO, para formar sustancias que se formulan convenientemente como complejos de $\text{NO}^{+1} - \text{Co}^{+1}$. Ejemplos típicos son: $\text{Co}(\text{S}_2\text{CN Et}_2)\text{NO}$ y $\text{Co}(\text{acac})_2\text{NO}$.

Se ha reportado también que en soluciones fuertemente alcalina y en presencia de CN^- , el Co II es reducido por C6 para - producir $[\text{Co}(\text{CN})_3\text{CO}]^{2-}$.

COMPLEJOS DE COBALTO II

El cobalto II forma complejos de diversos tipos estereoquímicos. Los más comunes son octaédricos y tetraédricos, pero existe un regular número de complejos cuadrados y también algunos pentacoordinados.

Debido a que existe sólo una pequeña diferencia entre las estabildades de complejos octaédricos y tetraédricos en el caso del cobalto II, existen varios casos en los cuáles se conocen los dos tipos con el mismo ligante y ambos pueden estar en equilibrio, p. ej. $[\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_4]^{2+}$ y $[\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$. Los complejos tetraédricos $[\text{Co} X_4]^{2-}$ se forman generalmente con ligantes aniónicos monodentados como Cl^- , Br^- , I^- , SCN^- , N_3 y OH^- . Los del tipo CoL_2X_2 se forman con la combinación de éstos ligantes y dos ligantes neutros.

Los complejos planares se forman con diversos monoaniones bidentados, como dimetilglicoximato, aminooxalato, o-amino fenolato y otros semejantes. Diversos ligantes bidentados neutros, también dan complejos planares, pero se supone que los aniones que los acompañan están coordinados en cierta medida de modo que éstos complejos pueden considerarse como complejos octaédricos muy distorsionados. p.ej.



Una característica importante de la química del cobalto II, es la gran facilidad con que es oxidado por oxígeno molecular, en presencia de diversos ligantes que forman complejos, especialmente si contienen nitrógeno dador. Los complejos de cobalto II con ciertos ligantes quelantes, p.ej.: bis-salicilaldehído, etilendiamina, glicilglicina e histidina, pueden activar transportando oxígeno en forma reversible, tanto al estado sólido, como en solución.

El sistema de cianuro de Co II, merece cierta atención. Al añadir KCN a soluciones de Co II, se obtiene una solución de color verde, de la cual precipita con etanol una sal de color púrpura. Se cree que ésta última contiene un enlace Co-Co y que su fórmula es $K_6[Co_2(CN)_{10}]$. No hay duda de que la solución verde contiene al ion pentacoordinado $[Co(CN)_5]^{2-}$, tal vez en equilibrio con una pequeña cantidad de $[Co(CN)_4]^{2-}$. La solución es capaz de absorber hidrógeno molecular y los anteriores compuestos tienen gran interés por constituir unos de los catalizadores más eficientes para la hidrogenación de olefinas conjugadas.

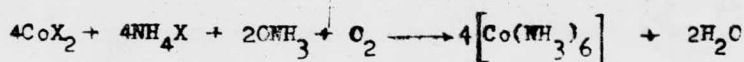
COMPLEJOS DE COBALTO III

Los complejos de cobalto III son octaédricos casi en su totalidad; de forma tetraédrica, se conoce un heteropolitungstato.

El cobalto III, posee una afinidad especial con dadores que contengan nitrógeno, por lo que la mayoría de los complejos -- que forma contienen amoniaco, aminas, nitrogrupos o grupos tio- cianato unidos a través de nitrógeno. También contienen iones - halogenuro y moléculas de agua.

En los siguientes ejemplos, se ilustra en forma breve me -- diante algunos ejemplos, la extensa química de los complejos - de cobalto III, que coordinan a través de nitrógeno.

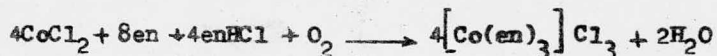
Los complejos de cobalto III se sintetizan por lo general en - varios pasos, comenzando por la oxidación del ion acu de co - balto II en solución, mediante oxígeno molecular y agua oxige- nada: en presencia de ligantes. Frecuentemente se emplea un -- catalizador de superficie activa, tal como el carbón activado. Así, pasando durante varias horas una vigorosa corriente de ai- re a través de una solución de una sal de cobalto II: CoX_2 - ($\text{X} = \text{Cl}, \text{Br}, \text{NO}_3$), en presencia de amoniaco, la sal de amo - nio correspondiente y un poco de carbón activado, se obtienen las sales de las hexaminas correspondientes, con muy buen ren- dimiento.



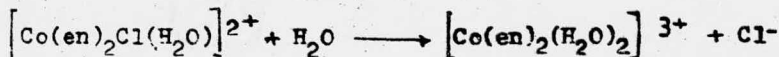
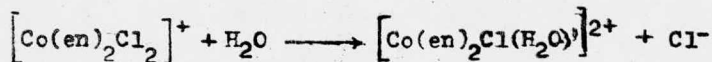
En ausencia de carbón activado, la sustitución lleva a otros compuestos:



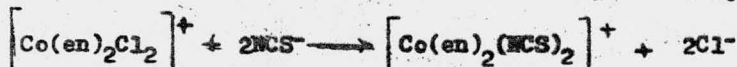
Análogamente, al oxidar mediante aire una solución de cloruro de cobalto II, en presencia de etilendiamina y una cantidad equivalente de la sal, de HCl, se forma el cloruro de tris (etilendiamina) cobalto III:



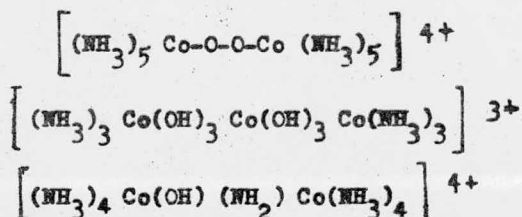
Una reacción similar en medio ácido, usando el clorhidrato, conduce al ion trans-di-cloro bis-(etilendiamina) cobalto III, de color verde, que forma la sal trans- $\left[\text{Co}(\text{en})_2 \text{Cl}_2 \right] \left[\text{H}_2\text{O}_5 \right] \text{Cl}_2$, que pierde HCl al ser calentada. El isómero trans puede transformarse en el isómero cis, de color rojo, por evaporación de una solución acuosa neutra a 90-100°. Tanto el isómero cis, -- como el trans, sufren la adición de agua al ser calentados con ella.



Por tratamiento de éstas soluciones con otros aniones, es posible obtener otras especies de fórmula: $[\text{Co}(\text{en})_2\text{X}_2]^{\ddagger}$



Además de los numerosos complejos aminados mononucleares de Co III, existen los complejos aminados polinucleares, en los cuales funcionan como puentes de grupos hidroxilo, peroxo, amido e imido. Algunos complejos representativos de ésta clase son:



Existe en la naturaleza un complejo de Co III que tiene gran importancia; se trata de la vitamina B₁₂. Esta enzima -- contiene al ión Co ³⁺ en un anillo semejante a la porfirina, -- coordinado por cuatro átomos de nitrógeno, La quinta posición del octaédro está ocupada por un nitrógeno de la adenina. La sexta posición frecuentemente está ocupada por un ión CN⁻, -- pero el ligante que ocupa ésta posición, que parece ser el lugar activo de la enzima, es variable: en la coenzima es un grupo alquilo.

COMPUESTOS DE COBALTO IV

Cuando se hace reaccionar la solución de una sal de cobalto II con carbonato de sodio y agua oxigenada, se produce una solución verde que tal vez contenga derivados de un ácido cobaltoso, H_2CoO_3 (con Co IV) hipotético y cuyas sales serían los cobaltitos. El óxido CoO_2 , sería el anhídrido de dicho ácido. El mismo trióxido Co_2O_3 , pudiera ser considerado como una sal dicho ácido, dándole la forma $CoCoO_3$; o sea la de un cobaltito de cobalto.

Se ha preparado el cobaltito de magnesio: $MgCoO_3$, por fusión de CoO y MgO con exceso de aire.

INDICES CRUZADOS -

METODOS ANALITICOS

- 1.- Absorción atómica
 - a.- Espectrofotometría
 - b.- Espectrometría
 - c.- Espectrografía
 - d.- Espectroscopía
- 2.- Activación
 - a.- Por neutrones
 - b.- Por protones
- 3.- Adsorción selectiva
- 4.- Amperometría
- 5.- Calorimetría
- 6.- Catálisis
- 7.- Colorimetría
- 8.- Combustión en matríz con oxígeno
- 9.- Complejometría

- 10.- Conductimetría
- 11.- Coprecipitación
- 12.- Coulometría
- 13.- Cromatografía
 - a.- En capa fina
 - b.- En columna
 - c.- De gases
 - d.- En papel
- 14.- Densitometría
- 15.- Destilación en vacío
- 16.- Dilución isotópica
- 17.- Electrodialisis
- 18.- Electroforésis
 - a.- En papel
 - b.- En gel
 - c.- En solución
- 19.- Electrólisis

20.- Emisión

a.- Espectrofotometría

b.- Espectrografía

c.- Espectrometría

d.- Espectroscopía

21.- Enzimático

22.- Espectrofotometría UV y visible

23.- Espectrofotometría de infrarrojo

24.- Espectrometría de masas

25.- Extracción

26.- Flotación

27.- Fluorescencia atómica

28.- Fotometría

29.- Gravimetría

30.- Identificación

31.- Intercambio iónico

- 32.- Intercambio isotópico
- 33.- Oscilopolarografía
- 34.- Polarografía
- 35.- Potenciometría
- 36.- Precipitación
- 37.- Radiometría
- 38.- Rayos X
 - a.- Emisión
 - b.- Fluorescencia
- 39.- Termometría
- 40.- Voltametría
- 41.- Varios

MUESTRA	25	22	31	9	36	7	6	2(a)	33	13(a)	14	13(c)	34	24	28	1(a)	1(d)	20(a)	40	38(b)	20(b)	13(d)	11	4	38(a)	27	13	10	18(a)	20(e)	41
SEPARACION	138 2302 4021	4021 3918	15 803 1594 2083 2982 3835							2088		1434										2985	3169				3837		3931		
SOLUCIONES	138 155 156 3170 3836		596	24			157 806 1592			487	487	593	598					2075													
REACTIVO PARA		805 1460 1591			13	135									2304									3171				3843		2974	
AGUA							2776		464												2761									1593	
SEMICONDUCTORES														606																	
TORIO								684																							
ZIRCONIO								684																							
ALEACIONES	782			782				1492							803					2224											
ROCAS		804		3174				814												3948										4040	
CERAMICAS MAGNETICAS															819																
SANGRE																941															
MATERIAL BIOLOGICO																	964													1593	
SALES DE NIQUEL			1594																												
PINTURAS Y RECUBRIMIENTOS																1678															
OXIDO DE ITRIO																					2164										
ACEROS		2300 3167													3166	2297										3168			4015		
SUELOS																111						2718									
ALIMENTOS																2724															
MINERALES																3023															
ARSENIURO DE GALIO																						3037									
PLOMO																						3075									
TELURIO		3166																													
CONCENTRACION																								3173							
COMPUESTOS ORGANO-METALICOS																					4068										
POLEN																4188															
PARTICULAS ATMOSFERICAS									4549																						
OTROS									158										2089							3172					

METODO	1(a)	20(b)	6	25	2(a)	13(b)	1(b)	22	28	13(e)	33	35	9	31	19	11	38(b)	34	13(a)	40	20(c)	18(a)	20(d)	38(a)	1(c)	41	
SEPARACION				151 648 666 812 1566 2821		657 1427 2070 2679								1442					2413 3332			3329					
OLUCION	31	1434 1629	150		2034 2079			807 809 8711	3476	813		1424 2082	1440 2066	2680 2681					2685 2684		2822						
PUESTOS E TALIO		71																									
SENIURO E GALIO		90																									
SILICE		90																									
LENIO		117																									
NGRE					282																						
RBONO		653																									
MINIO		653																									
ENTRACION						657									1629	2088											
NC Y ESTCS DE		690 3366		1444																							
OPCSFITO SODIO		752																									
IGSTENO	784																										
IBDENO	784																										
MANGANESO		3471				798																					
ROS					2698	806	1584																		3474		
RALES								810																			
TERIAL LOGICO					2299 2895					951																	
OCHE	1146																		2281	2903							
ENUTCS DE S ALCALINOS		1448																									
RBUTOS TERIZADOS													1501														
TIVO PARA							1583	2819					3316	2074													
ACIONES							2143 3466	2819																			
ACTIVOS ORGANICOS			2186																								
MPLEJOS	2187																										
MENTOS																			2269								
MANTE					2552																						
TICULAS FERICAS	3124																										
GUA																		3825			3143				3825		
TIFICACION																				3332							
FUROS																										2162	
ESTOS DE EMIO		3366																						3345			
CIDO TALICO																			9539								
DE ITRIO		3396																									
AS																									1986		

MATERIAL	1(n)	13(b)	22	38(a)	20(b)	2(a)	25	12	26	9	31	40	35	36	13(a)	38(b)	4	8	29	37	41	
SEPARACION		3236					2016 3099		1541 1542		2002				3111 2522							
SOLUCION	1397		3111 2534 2537		2389		1538 2087	1539		1984		2086					3258				2659	2537 1388
ALUMINIO						1451																
REACTIVO PARA		1421																				
MINERALES			1424			1551																
ORO					1430																	
FIERRO						1451																
ACEROS						1530																
ROCAS						1550 3268																
ALIMENTOS	1737																					
IDENTIFICACION										1987												
COMPUESTOS ORGANICOS												2101			3180							
PLANTAS	2181																					
PARTICULAS ATMOSFERICAS						2379 2381																
CONCENTRACION														2389								
SODIO						3118																
CLORURO DE CADMIO			3143																			
ALEACIONES	3245																					
COMPUESTOS ORGANOMETALICOS																		3283	3283			
AGUA																					3634	
RENIO					2649																	
TALIO					2516																	
ESTAÑO						2604																
OTRAS																3693						1537

METODO MUESTRA	20(b)	22	20(a)	2(a)	32	25	13(a)	1(a)	31	34	38(b)	37	7	12	18(a)	13(d)	28	9	4	6	1(e)	35	41	24	
SEPARACION					617 703	618 1337 1378 3114	623 1819 3120		3112							2423	2429								
SOLUCION	16	119 1355 1357 1358 1949 1950 3280	2422											2318			3279		3144	3283					
CADMIO	43																								
BISMUTO	90																								
ROCAS			127	2594				702			3133						2429								
MATERIAL BIOLOGICO				217				3422																	
AGUA	626 2281								1078	1734															
REACTIVO PARA		1221				631				1183															
ITRIO Y OXIDOS DE	650																								
SILICATOS		666															2582 3281 3282								
ACEROS		3272 3282						693			1936														
FERROSILICON								696					2162												
MEDICAMENTOS						926																			
PARTICULAS ATMOSFERICAS									1063																
PIERRO	1349																								
NIQUEL Y SUS COMPUUESTOS		1356 3282															3282								
REACTIVOS QUIMICOS						1359																			
TABACO				1484																					
GERMANIO	1892																								
ESTAÑO	1893								1893																
TUNGSTENO	1925																								
INTERFERENCIA			1951																						
MATERIAL RADIATIVO												1952													
VIDRIO											1962														
CARBONATOS DE SODIO Y CALCIO											1962														
SUELOS Y SEDIMENTOS											2244														
PETROLEO																									3367
SEMICONDUCTORES	2421																								
CLORURO DE MAGNESIO	3139																								
ALEACIONES		3172															2429								
MARGARINA				2878																					
FLUORURO DE LITIO	2432																								
IDENTIFICACION																								3256 1949	
CONCENTRACION						2485											3111							1734	
ARSENIUROS DE INDIO Y GALIO	2485																								
LANTANO Y OXIDOS DE	2501																								
PENTOXIDO DE VANADIO																	2546								
CERVEZA											3613														
OTROS		2577																							3284 3284 2507

METODO MUESTRA	22	1(a)	31	36	2(a)	25	1	38(a)	37	20(a)	13(b)	38(b)	1(b)	20(b)	13(d)	24	5	34	4	13(c)	3	18	13(a)	26	35	28	9	41		
SEPARACION	3B158		2B27 3B167 3J18 4B14			1B9 3B158 3B170 4B212 5B168 4B18 5B5 5B9 5B30 5B179					4B2	5B13			4B213					2B53	3B3	3B14	4B15 4B25 4B214 5B17	5B12						
SEMICONDUCTORES	1B153								5B252																					
MATERIAL BIOLÓGICO		1D1 1D2 5D6				3D11						5D7				5D8													1B186	
CONCENTRACION			1H32 5B14																											
AGUA				1H34	1H37																									
ACIDO SULFURICO						2B57																								
MATERIAL RADIATIVO		4B99 4B102					2B101																							
ATEACIONES	2B131					2B213 2B227		2B203				4B22				6B177					5B202								1B186 4B16	
MINERALES	5B200	5B14				2B213						5B219			6B177															
HALOGENUROS										3B22																				
COMPLEJOS												3B24																		
NIQUEL						3B150							5B198																	
SUERO		4A2																												
COBRE												4B46																		
ORO		4B56																												
CLORURO DE AMONIO														4B132															4B216 4B236	
REVISION																														
MANGANESO		6H42																												
VIDRIO																6J122														
CATALIZADORES																	5B201													
OTRAS	1B187	2J13												6B169															2B219 2B216	2B218 1A13
SOLUCIONES	5B5 5B26 5B199 3B167 4B211 4B212 2B195 2B217										5B8	1H32			6B5				3B168 4B42	6B10 1B12 1B129			6B13	5J102 3B169 4A18	3B23				4B211	

REFERENCIAS SELECTAS



VOLUMEN 22

155.-Determinación espectrofotométrica de cobalto con bencil-2-piridilhidrazona. Plaum, R. and Tucker, E. III (Dept. of - - Chem., Univ. of Iowa, Iowa City, U.S.A.). *Analyt. Chem.* **43** - (3) 458-459 (1971). El método involucra la reacción entre el Co^{II} y el reactivo mencionado (25 veces en exceso) a un pH de 7.5 por 30 min. A continuación se agrega ácido, que destruye a los demás complejos metal-I, pero deja inerte al complejo Co^{III-L} en solución. La solución final está en alcohol-agua (60% v/v). Se mide la extinción a 535 nm. La ley de Beer, es obedecida para 6.1-61 micromoles de Co. Se obtuvieron buenos resultados en el análisis de Co en aleaciones conteniendo Fe, Ni, Cu y Zn; sin hacer separaciones previas de Co, citrato, tartrato, Cr, Mg, W y U.

R.G. Anderson.

VOLUMEN 22

782.- Determinación rápida de Fe, Co y Ni, en Kovar y otras aleaciones sellantes, por extracción con solvente. Kurz, E. and Kober, G. (Min. of Defence, P.O.B. 7055, Tel- Aviv, Israel). Z. Analyt. Chem., 254 (2) 127-128 (1971). Después de la extracción del fierro con isobutil-metil cetona, de una solución de la aleación en HCl, el Co y el Ni son separados por adición de tiocianato de amonio y extracción del Co - con isobutilmetil cetona. Cada metal es entonces determina - do por titulación por retroceso de EDTA agregado en exceso, con solución de nitrato de plomo, a un pH de 5.3-5.5, usando naranja de xilenol como indicador. El Fe se reextrae primero, con agua. El Co se titula en la fase orgánica y el Ni es determinado en la restante fase acuosa. El coeficiente - de variación para Fe, Co y Ni, fué de 0.15, 0.24 y 0.08 % - respectivamente (5 determinaciones). El procedimiento toma cerca de una hora.

J. Korkisch.

VOLUMEN 22

804.-Determinación espectrofotométrica de cobalto en rocas y suelos, con 3-mercapto-p-propionfenetidina. Wacu, A., Wacu, D. and Bilba, D. Anal. Stiint. Univ. Al. I. Cuza, IC 16 (2) 123-127 (1970). (en rumano). Una muestra de roca de 2-4 g, se funde con 4-8 g de carbonato de sodio, en un crisol de platino. El fundido enfriado se disuelve en 20 ml de HCl. La mezcla se evapora y el residuo se disuelve con 5 ml de HCl y agua caliente. La solución se filtra y se lleva con agua a un volumen de 100 ml. Una muestra de suelo de 3-5 g, se calcina, se enfría y se trata con 20-30 ml de ácido perclórico. La mezcla se evapora y se agregan 30 ml de HCl 1 N, se hierve 30 minutos y se filtra.

Cada solución es neutralizada con NaOH 0.1N y se agregan 2 ml de solución al 10% de acetato de sodio; 1 ml de solución etanólica del reactivo al 1.5%; 2 ml de solución al 10% de tartrato de sodio y potasio heptahidratado. Se ajusta el pH a 8.2-9. Se usa como indicador fenolftaleína.

El complejo de Co resultante se extrae con 10 ml de cloroformo y se mide la extinción a 485 nm, transcurridos 30 min. Los resultados obtenidos son similares a los de la determinación en que se usa nitroso R como indicador.

VOLUMEN 22

2088.- Cromatografía en capa fina, de cationes; sobre sílica gel, con acetato de amonio en el sistema de solventes.--
Wojnowska, M. and Wajnowski, W. (Inst. Inorg. Chem. and ---
Technol., Polytech., Gdansk Poland). *Chemia Analit*, 16 (3),
677-680 (1971). (en polaco). La separación de cationes es
muchas veces determinada por el pH del solvente. A pH cons-
tante, el valor de R_f generalmente aumenta con la concentra-
ción de acetato de amonio. Separaciones rápidas, (10-15 min)
de cationes de: Ni, Co, Cu, Zn; Hg, Cd, Pb y Bi, se obtienen
con soluciones de acetato de amonio al 15% y pH ajustado en-
tre 8.4 y 8.7 respectivamente. Los solventes utilizados no -
son sensibles al fierro que pudiera estar presente en la sí-
licagel.

P. Brych.

VOLUMEN 22

3171.-Determinación de Co en presencia de Ni y Zn, con--
2-mercaptoacetanilida. Busev, A.I. and Shestides Yantaya,
N.L. (M.V. Lomonosov) Moscow State Univ. USSR). Zh. Analit
Khim. 26 (2) 338-341(1971). (en ruso). El método consiste -
en la precipitación del complejo de Co del reactivo que se
menciona, en un medio de amoníaco acuoso; la calcinación y
la pesada del precipitado como Co_3O_4 . El Ni no interfiere.
El error en la determinación de 14-28 mg de Co, fué de al-
rededor de 2%. En presencia de Ni o Zn, la determinación,
puede ser llevada a cabo por titulación amperométrica con
el reactivo mencionado.

H. Zacek.

3836.-Método adicional para la determinación espectrofotométrica de iones metálicos, en base al color intrínseco de sus soluciones acuosas. Bondorf, H. and Mahr, C. (Inst. Analyt. Chem., Univ. Marburg a.d. Lahn. Germany) Z. Analyt. Chem.-256 (2) 110-112 (1971). (en alemán). Se describe un método para la determinación de CuII, NiII, FeIII y CrIII en una solución de composición desconocida. El coeficiente de absorción para cada especie iónica se determina por la adición de una cantidad conocida del elemento. FeIII es primero reducido a FeII y se determina su extinción a 920 nm. CrIII es primero oxidado a cromato y luego reducido en condiciones normales: se mide la extinción a 416 nm ó a 590 nm. La determinación de Cu, Ni o Co, es directa y la presencia de cantidades razonables de ácidos clorhídrico, nítrico o fosfórico o de cationes metálicos, no interfiere.

Es posible la determinación de 2 o 3 elementos en presencia de los demás, de una manera similar a la mencionada.

J. Korlish.

VOLUMEN 23

293.-Determinación simultánea, gravimétrica o volumétrica de Ni y Co como complejos de tiocianato-isoquinolina. Rao, A.L.J. and Puri, B.K. (Dept. Chem. Punjabi Univ. Patiala, India). Z. Analyt. Chem. 256 (5) 360 (1971). Ambos metales se precipitan cuantitativamente como complejos de tetraisoquinolinas-bis-tiocianato, a pH por encima de 4, para Ni y de 5.3-9.0, para cobalto. Ambos metales se determinan juntos por precipitación con una solución de isoquinolina (I) en ácido fórmico en agua al 85%, en presencia de KSCN (sol. acuosa) en exceso. En otra alícuota de la muestra, el Ni se enmascara por la adición de dimetilglioxima; solución etanólica al 1% (II) y el Co es determinado por precipitación como antes. En la determinación volumétrica, (I) y un exceso conocido de KSCN se agregan y luego de remover el precipitado, se titula el tiocianato con nitrato mercúrico, en solución acuosa: usando difenil carbazona como indicador. En otra alícuota, el Ni se enmascara como antes por la adición de (II). Interfieren Cu, Cd y Zn.

R.G. Anderson.

VOLUMEN 23

301.-Determinación por extracción y espectrofotometría de Co en sales de Ni, con 5-dimetil amina-2-nitroso fenol. Motomizu, Sh. (Fac. of Sci., Okayama Univ., Japan 700). J. Chem. - Sic. Japan, pure Chem. Sect. 92(8) 726-730 (1971). (en japonés). - Este reactivo forma un compuesto de color naranja - con Co II a pH 4-7 (solución reguladora de citrato). El complejo se extrae en 1,2-dicloro etano para espectrofotometría. Se determina la absorbancia a 456nm. Fe, Ni y Cu II también reaccionan con el reactivo mencionado, pero son casi enmascarados por el citrato: cualquier interferencia residual -- puede ser eliminada lavando el extracto con HCl. La gráfica de calibración es lineal para 2-14 micromoles de Co en el -- extracto.

K. Saito.

VOLUMEN 23

1282.-Determinación espectrofotométrica simultánea, de cobre, níquel y cobalto en algunas aleaciones. Jaysawant, D.V. and - Murty, T.K.S. (Chem. Engng. Div.. Bhabha Atomic Res. Centre, Bombay, India) Indian J. Technol. 9(10) 396-400 (1971). El método está basado en la medición de la extinción de Cu II, - Ni II y Co II; a 820, 395 y 515 nm respectivamente, en medio sulfúrico 0.5 N. El contenido de los tres metales es calcula - do por medio de tres ecuaciones simultáneas , en las que se - incorporan los valores de las respectivas extinciones espe - cíficas a las longitudes de onda indicadas. Se produce inter - ferencia sólo por cloruros y para el caso del níquel, por la presencia de Fe III, el cual si está presente en concentra - ciones menores a las del Ni, se puede enmascarar, pero en - concentraciones mas altas, se debe de extraer con éter iso - propílico, de un medio aproximadamente 8 M de HCl, antes de evaporar la solución acuosa, con ácidos nítrico y sulfúrico, para la eliminación de los cloruros. Se describe el procedi - miento, para el análisis de cuproníquel, bronce aluminio y - aleaciones magnéticas permanentes. Los errores son de menos - de 1%.

C.J. Farrington.

VOLUMEN 23

2459.-Determinación de microcantidades de cobalto en minerales y sales de manganeso; concentración por coprecipitación. - - Chuiko, V.T., Kravtsova, A.A. and Nozarenko, V.S. Izv. vyssh. ucheb. Zaved., Khim. Technol. 14 (7) 1003-1005 (1971). Referat. Zh. Khim. 19 GD (24) Astr. N^o 24G290 (1971). -en ruso-. Para la determinación de microcantidades de Co en presencia de Mn, agregar a la solución problema cierta cantidad de Fe, para coprecipitar al Fe y al Co, por la adición de sulfuro de amonio. Se forma un precipitado de color rosa de sulfuro de manganeso. Enseguida se disuelve lentamente. Disolver el precipitado restante con ácidos y determinar espectrofotométricamente el Co, usando sal nitros R.

En la determinación de Co en minerales de Mn, es necesaria la fusión del precipitado insoluble el mineral con HF y a continuación la fusión con $\text{V}_2\text{S}_2\text{O}_7$.

V. Smith.

VOLUMEN 23

2482.-Determinación colorimétrica de menos de 0.005% de cobalto, en fierro y sus aleaciones. Adam, J. and Pribel, R. - (Geol. Dept., Charles' Univ., Prague, Czechoslovakia) Hunt - Listy, 27 (2) 137-138. (1972) -en.checo.- La mayoría del Fe, Ca, Pb, U y parcialmente Zn y Cd, pueden ser extraídos de soluciones acuosas, ligeramente ácidas o alcalinas, con una solución de ácido fenilacético en cloroformo; en tanto que Co, Ni y Mn, permanecen en la fase acuosa. El Co es entonces determinado con sal nitrosa R como reactivo. El cromo debe de ser oxidado a Cr VI (y separado antes de la determinación de Co) con una solución de metil, trioctil amonio, en cloroformo.

J. Zyka.

2770.-Determinación de cianocobalamina por espectrofotometría de absorción atómica, con flama premezclada de acetileno. Díaz, F.J. (Dept. Analyt. Chem. Pharmacy and Biochem. Coll., Univ. - Buenos Aires, Argentina). *Analytica Chim Acta* 58 (2) 455-458 - (1972). Se analiza una solución acuosa, preparada a partir de tabletas e inyecciones de vitamina B-12. Se utiliza la técnica de espectrofotometría de absorción atómica y se determina la cantidad de cobalto, para calcular el contenido de vitamina B12. Se proporcionan condiciones de operación para el espectrofotómetro de absorción atómica Beckman 495, a 240.7 nm. Cuando el método se aplicó a un patrón USP, se obtuvieron resultados satisfactorios. También se encontró que para el caso de tabletas, los resultados concuerdan con los obtenidos por el método espectrofotométrico de la USP.

VOLUMEN 23

3720.- Determinación de pequeñas cantidades de cobalto en soluciones alcalinas. Buzas, L. (Tech. Univ. Budapest, Hungary) Magy. Kem. Jap. 26 (11) 593-594 (1971). -en húngaro-. Para la determinación de 0.01 a 1 mg de Co por litro, en la solución usada para la depolimerización de la celulosa. Una muestra de 5 ml se neutraliza con HCl 1:1 y se regula a un pH de 6.5 con solución reguladora de perborato de sodio y amoníaco. Se agregan -- 20 ml de cloroformo y 5 ml de solución de 2-nitroso-1-naftol al 0.02%. Se agita durante 3 min y se dejan separar las fases; la fase orgánica se lava con 10 ml de sosa al 4 % mas una gota de solución de cianuro de potasio al 10%. A continuación se hace un segundo lavado con solución de cloruro de sodio al 10 %.

Se mide la extinción en la fase clorofórmica a 530 nm, usando como referencia un testigo, que se prepara tratando una muestra libre de cobalto, de manera similar al problema.

G. Svehla.

VOLUMEN 23

4615.-Determinación por titulación de Co II, con EDTA, usando -
1-(2-piridilazo) fenantreno-2-ol (PAP), como indicador visual. -
Rishi, A.K., Garg, B.S. and Sengh, R.P. (Dept. Chem., Univ. ---
Delhi, India) Z. analyt. Chem. 259 (4) 288 (1972). A 5 ml de --
EDTA 0.01 M, regulado a pH 5.5, se agregan 2 gotas de PAP 0.01 M
en 1-4 dioxano; ésta solución se titula con la solución de Co -
hasta que cambia de color, de amarillo a rosa. El método es muy-
sensible (2 ng Co/ml). Muchos iones comunes no interfieren. En -
concentraciones por arriba de 5 mg de: Cd, Al, Hg, Cu o Fe II, se
les puede enmascarar con: yoduro, fluoruro, yoduro, tiosulfato y
tartrato, respectivamente. El níquel interfiere.

S.M. Marsh.

VOLUMEN 24

809.- Determinación espectrofotométrica de Co II, con bis -
tiosemicarbazona de dietil 3,4-dioxo adipato (ketazona). --
Goraki, W. and Podlasin-Paradowaka, S. (Dept. Inorg. and Analyt.
Chem. Med. Acad. Lodz, Poland) Acta Pol. Pharm. 29 (1) 31-34
(1972). -en polaco-. Mezclar la solución acuosa (conteniendo
0.15 a 1 mcg de Co por ml) en dos veces su volúmen de una so-
lución del compuesto mencionado en el título, que contenga -
5 mm, en etanol-ciclohexano (1:1), después de 3 h se mide la
extinción a 386 nm, contra un testigo. Referir los resultados
a una gráfica de calibración, preparada con solución tipo de
Co II. La precisión es de $\pm 1.16\%$.

B.K.

1440.- Análisis cuantitativo titrimétrico de mezclas de ácido sulfúrico, una sal de cobalto y ácido bórico. Druzhinin, I.G. and Solov, A.P. Vchen. Zap. mordov. gos. Univ. 81 37-38 ---- (1971). Referat. Zh., Khim., 19 GD 12 Abstr. No. 12G71 (1971). -en ruso-. La muestra se disuelve en agua o si contiene compuestos insolubles en ella, se disuelve con el mínimo volumen posible de H_2SO_4 0.2 N con calentamiento suave y la solución se diluye a un volumen conocido. En una porción de la solución se titula el H_2SO_4 libre con NaOH 0.1 N al rojo de metilo. En una segunda porción se determina la cantidad de EDTA necesaria para complejar el Co II, la cantidad de ácido liberada en el proceso, que es equivalente al contenido de Co, se titula con NaOH 0.1N.

Una muestra acidulada se calienta a ebullición (para remover CO_2) y el H_3BO_3 se titula con NaOH a la fenolftaleína, luego de agregar la cantidad requerida de manitol.

VOLUMEN 24

2082.- Titulación acidimétrica de acetatos de metales pesados. Mannens, M.G. (Res. Lab., Agfa-Gevaert N.V., Mortsel, Belgium), *Analyt. Chem.* **44** (11) 1876-1877 (1972). La mayoría de los acetatos de metales pesados (p. ej. los de Cu, Co, Ag y Pb) se pueden titular potenciométricamente (electrodos de vidrio y de calomel) en medio acético con HClO_4 0.1 N en 1,4-dioxano, teniendo cuidado de agregar a la solución un exceso de bromuro de hexadecil trimetil amonio. La recuperación es generalmente de 100-100.5 %. Es también posible por éste método, diferenciar acetatos de metales alcalinos o alcalinotérreos, de acetatos de metales pesados. La mezcla se titula directamente en ácido acético a la primera inflexión, la cuál da la concentración de acetatos de metales alcalinos o alcalinotérreos. A continuación se agrega un exceso de bromuro de hexadecil amonio y se continúa la titulación hasta la segunda inflexión, que proporciona la concentración de los acetatos de metales pesados. Se considera que el bromuro de hexadecil amonio actúa precipitando el bromuro de metales pesados y por lo tanto liberando iones acetato.

G.P. Cook.

VOLUMEN 24

2903.-Separación e identificación de ditizonatos metálicos por cromatografía en capa fina y su aplicación en análisis toxicológicos.- Tewari, S.W. and Bhatt, N.(Toxic, Sect., Chem. Examiner's Lab Agra India) Chromatographia, 5 (10) 624-626 - (1972). Residuos de Pb, Cu, Hg, Cd, Zn, Mn, Ni y Co, pueden ser detectados en tejidos procedentes de autopsias, mediante TLC de sus ditizonatos en placas recubiertas de sílica gel G. Se reportan los valores de Rf para los derivados en CCl₄ -- - CHCl₃ (5:2), tolueno, benceno y xileno. Se describen los colores de las manchas.

G.B. COX.

VOLUMEN 24

3476.-Determinación fotométrica de Co en presencia de Ni, -- con ácido violúrico. Ershova, I.V. and Noskov, V.V. (G.I. - Nosov Magnitogorsk Mining and Metall. Inst., USSR) Zh. analit. Khim., 26 (12) 2406-2409 (1971). -en ruso-. El método puede ser usado en presencia de unas 100 veces exceso de Ni, si se usa EDTA como agente enmascarante. A una solución que contenga 6-20 mcg de Co, agregar 4 ml de solución reguladora de borato pH 8.6 y 10 ml de ácido violúrico 0.01 M (ac. 5-hidroxi-imino barbitúrico). Calentar una hora en baño María: en caliente agregar 5 ml de solución saturada de EDTA. Enfriar, aforar a 50 ml y medir extinción a 360 nm, contra un testigo.

N. Standen.

VOLUME 25

698.-Mejorando la sensibilidad en la determinación de cobalto, con sal de nitroso R. Shustova, M.B. and Nazarenko, V.A. (Inst. Gen. and Inorg. Chem., Odesa, Lab., Acad. Sci. Ukr. - USSR). *Zav. Lab.*, 39 (1) 18 (1973). -en ruso-. Aunque el complejo de Co con sal nitroso R (I), no puede ser extraído con solventes orgánicos, una combinación de difenil guanidina (II) con el complejo, puede ser extraída en cloroformo en presencia de sales de metales alcalinos. Este hecho ha sido aplicado en la determinación de por debajo de 0.1 ppm de Co en hidróxidos de metales alcalinos. La solución muestra (con un contenido de el equivalente a 1-5 g de metales alcalinos) se neutraliza con HCl 6M, luego se agrega 1 ml de citrato de sodio al 10% y 0.25 ml de NaOH 1M; se ajusta el pH a 7-8 y se agregan 2 ml de solución al 1% de (I). Se afora a 50 ml con agua y se hierve la solución. Una vez fría, se agregan 5 ml de HCl 6M y 0.5 g de (II) seco. Se extrae el complejo de Co en 10 ml cloroformo que contenga 5% de (II). Se mide la extinción del extracto a 520 nm. La ley de Beer se cumple por encima de los 10 mcg de Co y no hay interferencia de cantidades 200 veces mayores de Ni, Co, Fe, Ti o Sn.

G.S. Smith.

861.-Titulación catalítica de cantidades del orden de sub - microgramos de cobalto. Reznik, B.E., Chuiko, V.T. and Ver - shinin, V.I. (Dnepropetrovsk State Univ., USSR) Zh. analit. Khim. 27 (2) 395-397 (1972). -en ruso- El método se basa en la oxidación catalítica de rojo S de alizarina (C.I. Mordant Red 3) por H_2O_2 en presencia de ng de Co.

En cada uno de 4 matraces de sílice, colocar 10 ml de solución problema (0.1 - 1 micromoles de Co), a ml de titulante (EDTA), 16-a ml de agua, 10 ml de solución reguladora de borato alcalino y 4 ml de solución al 0.04% de rojo de alizarina. El valor de a se escoge de tal manera que dos matraces contengan un exceso de catalizador y los otros dos un exceso de EDTA. A una alícuota de 10 ml de cada matrás, agregue 2 ml de H_2O_2 al 0.3%. Luego de 10 min parar la reacción, agregando solución alcalina de EDTA al 1%. Medir la extinción a 510 nm. Encontrar el punto final de la titulación, gráficamente, El error probable en determinación de 50-500 ng de Co es de aproximadamente 2%. El método puede ser usado también para determinar trazas de algunos otros elementos, por ejemplo: 100-200 ng de Pb.

V. Standen.

VOLUMEN 25

1576.-Micro determinación por titulación de Ni y Co, separadamente y en la presencia uno de otro. Saxena, S. and Pandey, J.D. (Chem. Lab., Univ. Allahabad, India). Z. analyt. Chem., 263 - (3) 208 (1973). Determinación de Ni ó Co, solos.- A la solución de la muestra, conteniendo 60 a 400 mg de Ni ó Co, a pH 4.3 (para Ni) ó pH 4.9 (para Co): se adicionan 2 ó 3 gotas de una solución de naranja de xilenol 0.1% y se titula con ácido hipúrico 3.4 mN, a un color que cambia de rosa a amarillo -- para Ni ó de púrpura a amarillo para Co.

Determinación de Ni y Co en mezcla.- A aproximadamente 20 ml de la solución de la muestra, (pH 4.6), conteniendo 80 a 400 mg de Ni y 60 a 235 mg de Co, se adicionan de 3 a 5 gotas de cromo azurol S 0.05% (C.I. Mordant Blue 29). El níquel se titula con una solución de ácido hipúrico, a un cambio de color naranja a rojo; a continuación se adicionan 2-3 gotas de una solución de naranja de xilenol y se titula el cobalto con ácido hipúrico, a un vire de color amarillento a rojo fuerte. El error es de menos de 2%; se enlistan las especies que interfieren.

R. Waspe.

VOLUMEN 25

3683.-Separación sucesiva y determinación de Cu, Fe y Co -- por extracción con solventes y uso de hexildiantipiriniometano. (1,1-diantipiriniheptano).- Petrov, B.I., Zhivopistsev, V.P. and Degtev, M.L. (Gorki, Perm State Univ., USSR). Zh. --- analit. Khim., 28(2) 240-245 (1973). -en ruso-.El reactivo - mencionado (I) es un mejor extrayente que diantipiriniometano en fuerte medio ácido. De HCl 6N, se extraen completamente : Zn, Cd, Ti, Zr, Hg y Co, mediante una solución al 7% de (I) - en cloroformo o dicloroetano. La separación de Cu II, Fe III y Co II de mezclas de sus cloruros, se lleva a cabo como si - gue: la solución problema (10 a 15 ml) conteniendo p.ej. 13 - mg de Cu, 40 mg de Fe y 12 mg de Co, se ajusta a 0.5-1 N en HCl y tanto CuII como Fe III son reducidos con ácido ascórbico (0.4-0.5 g).

El Cu I es extraído con una solución de (I) en cloroformo, el Fe II es entonces oxidado con H₂O₂ al 30% y es extraído con solución de (I) en cloroformo de la fase acuosa ajustada a 2.5 N con HCl. El Co es extraído en medio 7-8 N de HCl, con solución de (I) en dicloroetano. Los metales en los extractos son determinados por titulación complejométrica. El coeficiente de variación (5 determinaciones) para mezclas preparadas y para aceros, fué de menos de 2%.

M. Polasek.

VOLUMEN 25

3802.-Extracción espectrofotométrica de cobalto en hierro y acero, con 5-dimetilamino-2-nitroso fenol. Motomizu, Sh. -- (Fac, Sci., Okayama Univ., Japan 700). Japan Analyst, 20 (12) 1507-1512 (1971). -en japonés-. Calentar la muestra (menos de 0.5g, conteniendo 0.007 a 0.18 % de Co) con agua regia (3-5 ml) hasta que el volumen disminuya a mas o menos 2 ml; diluir a 100 ml con agua. A 5 ml de ésta solución, agregar 2 ml de solución reguladora de citrato, de pH 5.3 -- para enmascarar Fe y Ni. Agregar además 1 ml de solución de 5-dimetilamino-2-nitroso fenol en HCl 0.01 M. Dejar reposar 5 min y extraer con 5 ml de 1,2-dicloroetano por 30 seg. -- Lavar la capa orgánica con HCl (1:2): filtrar en papel y -- medir la extinción a 456 nm. No hay interferencia de Cu -- (arriba de 1.2 mM), Cr (arriba de 1.5 mM), Mn (arriba de 100 veces el peso de Co) ó Al (diéz o más veces el peso de Co).

K. Saito.

VOLUMEN 26

1538.-Determinación espectrofotométrica de trazas de cobalto, por el uso de 8-hidroxil-7-nitrosoquinolina-5-ácido sulfónico. Issa, I.M. and Aly, M.M. (Chem. Dept., Fac. Sci., Assiut, - - Egypt) Z. analyt. Chem. 226 (2) 127 (1973). El método incluye la medición de la extinción a 524 nm, de una solución a un pH de 5, que contenga 9-12 mcg de Co y 0.5 g/l del reactivo. No interfieren Ca, Sr, Ba, Cd, Zn, Mg, Th, U, Zr y W (por encima 150 veces) y cloruro, acetato, sulfato y nitrato (por arriba de 0.1 M).

Interfieren Fe, Mn y Cr.

R. Anderson.

VOLUMEN 26 ✓

1541.-Flotación de cationes de cobalto y níquel de soluciones acuosas. Waksmundzki, A. and Surkiewicz, K. (Dept. Phys. Chem., M. Curie-Skłodowska Univ., Lublina, Poland). Roczn. Chem. - 47 (7-8) 1449-1456 (1973). Se investigaron varios agentes tensoactivos aniónicos, para la extracción de Ni II ó de Co II - 0.1 mM, de soluciones acuosas. Se estudiaron los efectos de sulfato de sodio, nitrato de sodio y nitrato de amonio, en la eficiencia de la extracción. En general: el aumento en la concentración de los iones, lleva a una disminución en la eficiencia de la extracción, debido a una disminución de la capacidad de la solución, para formar espumas.

VOLUMEN 26

3111.-Separación por cromatografía en capa fina y determinación espectrofotométrica de algunos metales de transición, como monotio- β -dicetonatos. Mueller, H. and Rother, R. (Sekt. Chem. Karl Marx Univ., Leipzig, E. Germany) Analytica Chim. Acta. 66 (1) 49-55 (1973). -en alemán-. Los complejos de Co, Cu y Ni de tiotenoil trifluoroacetona (1,1,1-trifluoro-4-mercapto-4(2-tienil) but-3-en-2-ona) (I), se forman por extracción de solución acuosa de los metales con una solución de I en cloroformo. Los complejos de Rh y Pd, se forman en un medio de agua caliente, cloroformo y etanol y son finalmente extraídos en cloroformo. Después de remover el exceso de I, por extracción con KOH 0.01 M. Las separaciones de Co, Cu y Ni, de Rh y Pd, se llevan a cabo por cromatografía en capa fina, sobre sílica gel, con hexano-cloroformo (2:3) como fase móvil. Las zonas son removidas de la placa y los metales individuales, son determinados espectrofotométricamente. luego de extraer con cloroformo. Los límites de determinación son 10 ng para cobalto y 50 ng para cobre, níquel, rodio y paladio.

VOLUMEN 27

926.-Determinación por cromatografía en capa fina, como ditizonatos, de varios metales contaminantes en preparaciones farmacéuticas. Pawlaczyk, J. and Sierzant, M. (Dept. Inorg. and Analyt. Chem., Med. Acad., Poznan, Poland). *Farmacja - pol.*, 30 (1) 37-41 (1974). -en polaco-. Las preparaciones examinadas (muestras de 3 g), se disuelven en 50 ml de agua, se agregan 5 ml de solución al 20% de tartrato de sodio y -- potasio y se ajusta el pH a 8.5 con HCl ó con NH_3 aq. A continuación se extraen los metales en ditizona 0.002% en cloroformo.

Los extractos combinados (20 ml) se concentran a 50° C a 1 ml. Porciones de 0.01 ml del concentrado, se aplican a una placa de sílica gel G de 0.5 mm de espesor y se corren los cromatogramas tres veces con benceno-heptano (7:3). Los valores de Rf de las manchas coloridas de los ditizonatos, fueron comparados con los de Hg II, Zn II, Bi II, Ni II, Cu II y Cd II, sujetos al mismo procedimiento. Debajo de 0.4 mcg de cada metal pudieron ser detectados. Para drogas insolubles en agua, los metales fueron determinados en el extracto acuoso.

B.K.

VOLUMEN 27

1949.- Detección y determinación espectrofotométrica de Co con dimedona (5,5-dimetil-ciclohexano-1,3-diona) dioxima. - Belcher, R., Ghonsin, S.A. and Townshend, A. (Chem. Dept., Univ., Birmingham, England) *Talanta*, 21 (3) 191-198 (1974). El Co forma con el reactivo citado un complejo colorido - que tiene máxima absorción a 400 nm y es estable una hora a pH 9-9.5. Se puede evitar la interferencia por Cu ó Ni, acidificando y extrayendo el complejo de Co, que tarda - mas en descomponerse, con isobutil-metil cetona y midiendo la extinción a 370-380 nm.

T.C. Alliston.

VOLUMEN 27

3120.-Separación de iones metálicos, mediante cromatografía en capa fina, con ácido salicilhidroxámico como agente complejante. Pal, Ch. K. and Chakra, B. (Dept. Inorg. Chem., Jadavpur Univ, Calcutta, India). *J. Indian Chem. Soc.* 50 (10) 667-668 (1973). Se llevó a cabo la separación de los iones: Fe III, Ti IV, V V, V VI, Mn II, Mo VI, Cu II y Co II, sobre sílica gel G y alúmina, usando solución del reactivo mencionado en varios solventes (p. ej. alcohol isopropílico y ácido clorhídrico 1 M 99:1) para desarrollar. Las manchas son localizadas exponiendo el cromatograma a vapores ácidos o amoniacales. Se proporcionan valores de Rf para dos solventes.

T.G. Alliston.

VOLUMEN 27

3281.-Determinación fotométrica de Co, usando 2-(5-cloro-2-piridilazo)-5-dietilaminofenol, en medio sulfúrico. Gusev, S.I. and Dazhina, L.G. (Perm State Med. Inst., USSR). Zh.-analyt. khim. 29 (4) 810-813 (1974). -en ruso-. El reactivo citado, forma un complejo 2:1 con Co II a un pH de 5-9. Una vez formado el complejo, es estable en ácido sulfúrico por arriba de 2M (complejos de otros metales se descomponen en tales condiciones) y puede ser extraído con cloroformo.

El extracto presenta absorción máxima a 580 nm. Se cumple la ley de Beer para 0.04 - 1.0 mcg/l de Co. No interfieren los siguientes metales: Ca, Zn, Cd, Al, Ti, Zr, Pb, V, Cr, Fe, Mn y Ni. Un método basado en éstos hallazgos, se usó para determinar 9.74 % de Co en aceros; el coeficiente de variación fué de menos de 1% (6 resultados).



M. Polasek.

VOLUMEN 27

3282.-Método simple de determinación de Co, con 5-dimetilamino-2-nitrosfenol. Motomizu, S. (Dept. Chem. , Okayama Univ. Japan). Japan Analyst, 22 (6) 695-699 (1973). -en japonés-

La solución problema (5ml), se trata con 1 ml de solución reguladora de citrato 2 M , pH 5.5. Después de 10 min. se agrega 1 ml de solución del reactivo, 5mM en HCl 0.01 M. Al cabo de 10 min. más, se agregan 3 ml de HCl (1:1), para descomponer otros complejos formados, que no sean de Co. Se mide la extinción a 530 nm. Se prepara un testigo, tratando 5 ml de la solución problema con 3 ml de HCl (1:1), 1 ml de solución reguladora y 1 ml del reactivo, en el orden mencionado. En la determinación de 20 micromoles de Co, se produce interferencia por Fe III, Ni II y Cu II; en concentraciones de más de : - 0.15 M, 0.05 M y 0.6 mM respectivamente. El método ha sido -- usado para determinar de 0.02 a 0.2 % de Co en sales comerciales de Ni y de 0.007 a 0.18 % de Co en aceros.

VOLUMEN 27

3613.-Determinación de metales en cerveza, por absorción atómica. Andrushenko, A. V. and Prischen, N.N. (Ivov Polytech. - Inst. Gen. Inorg. Chem., Acad. Sci. Ukr. USSR). Zh. Prikl. Khim., Leningr. 47 (5) 1051-1054 (1974). -en ruso-. Se analizaron muestras sintéticas, con un contenido de minerales similar al de la cerveza, mediante absorción atómica, sobre un rango de 0.01 - 500 mcg de metal por ml. Para Ca, Cr y Sn, se usó una flama de aire-acetileno, en tanto que para los elementos: Na, K, Mg, Zn, Fe, Cu, Pb, Mn, Li, Co, Ag y Ni, se utilizó una llama de aire-gas natural. La exactitud (excepto para Ca) oscila entre 95-105 %. El Ca no se pudo determinar en presencia de Fe, Ni, P y varios otros elementos, debido a atenuación de señal, por lo que se determinó con EDTA. Al y P se determinan fotométricamente. Los otros elementos presentes no interfieren. La técnica ha sido aplicada a --- muestras comerciales. La sensibilidad para varios elementos varía de 0.003-0.5 mcg por ml.

M.R. Maner.

VOLUMEN 28

2B166.-Reacción de cobalto con 5-dietilamino-2-nitrosfenol y la extracción con solvente de su complejo de cobalto. Motomizu, Sh. (Dept. Chem., Fac Sci., Okayama Univ., Tsushima Japan). *Talanta*, 21 (6) 654-660. Este reactivo forma un complejo 3:1 con el cobalto, que puede ser extraído en 1,2-dicloroetano, de solución acuosa. El exceso de reactivo puede ser removido por agitación con HCl 6M. La extinción del complejo a 462 nm, es mayor que la de otros complejos nitrosos.

J.W. Price.

5B162.-Separación de Fe III, Co II y Ni II por cromatografía en papel. Kharat, R.B. and Kunjamma, T.A. (Dept. Chem., Univ., Nagpur, India) *Curr. Sci.* 43 (10) 310-311 (1974). -- Las especies mencionadas fueron separadas por cromatografía en papel por solvente ascendente con acetona-HCl-isobutilmetil cetona (17:1:2) como solvente: ditioxamida en etanol, al 1% y exposición a amoníaco, se usaron para la detección. Se obtuvo separación óptima en 45-90 min. El cobre no interfiere, en tanto que el cinc y el aluminio sí lo hacen, corriendo junto con el fierro. Las especies separadas fueron extraídas y determinadas colorimétricamente.

Chem. Abstr.

VOLUMEN 28

5B15.-Titulación complejométrica de metales cobre II-EDTA-4-(2-tiozolidazo resorcinol) como indicador. Yamada, H., Maeda, T. and Kojima, L. (Lab. Analyt. Chem., Fac. Engng. Gifu Univ. Kagamigahara Japan). Analytica chim. Acta, 72 (2) 426-429 - (1974). Se describen condiciones óptimas para la titulación de 0.01-0.3 moles de Mn, Ni, Zn, Cd, Hg, Pb, Sc, Fe, Ga, In y Al con EDTA por el uso del sistema indicador mencionado. Los resultados son exactos a 0.01 mg y la precisión es satisfactoria.

R.G. Anderson.

5B188.-Análisis de asbestos para trazas de metales. Lickwood, T.H. (Nat. Inst. Occup. Safety and Hlth. Cincinnati, Ohio, USA) Am. Ind. Hyg. Ass. J. 35 (5) 245-257 (1974). Después de la descomposición de la muestra con HF a 130° en una cápsula de PTFE y volatilización de SiF₄, con disolución del residuo en HCl 6N se determinan por espectrofotometría de absorción atómica: Ca, Be, Cr, Co, Cu, Mn, Ni y Tl. La recuperación de los metales - fué de 97 a 103 %.

Chem. Abstr.

VOLUMEN 29

2A9.-Cromoespumas: pruebas cualitativas y semicuantitativas con agentes cromogénicos orgánicos immobilizados en espumas de celdas abiertas plastificadas de poliuretano. Braun, T. and Farag, A.B. (Inst. Inorg. and Analyt. Chem., L. Eutvos Univ., Budapest, Hungary). Analytica, chim. Acta, 73 (2) - 301-309 (1974). Las cromoespumas se prepararon equilibrando cubos de poliuretano con soluciones de ditizona, ditiooxamida ó amberlita LA-1 en bis-(3,5,5-trimetil hexyl ftalato y fueron usadas para la detección y estimación de por debajo de 0.05 ppm de Cu (ditiooxamida) y 0.3 ppm de Co (amberlita LA-1) por una técnica de análisis individuales. Se detectaron cantidades del orden de ng de Co, Cu y Pb en muestras de agua, por paso rápido de la muestra a través de columnas empacadas con la espuma.

R.G. Anderson.

VOLUMEN 29

6B1.-Análisis cualitativo de metales y aleaciones por toque. Tournier, C. Surfaces, 14 (91) 43-47 (1975).-en francés- Las pruebas usadas son de tres tipos: pruebas a la mancha, pruebas con papel filtro impregnado y (las más aplicables) pruebas electrográficas. En éstas últimas, el metal que va a ser probado, se coloca en el cátodo: un papel filtro impregnado con el electrolito y un reactivo de identificación se coloca entre el ánodo y el metal y se aplica un potencial de 4.5 V por 0.5-1.0 min. Se mencionan condiciones para: Al, Ag, Be, Bi, Cd, Cr, Co, Sn, Fe, Mo, Ni, Pb, Ti, Zn y S.

L.A. O'Neill.

VOLUMEN 29

3B21.-Determinación gravimétrica de miligramos de Co, Ir y Rh, con 3-(mercaptoacetamido)-fenol. Kakkar, S.N. and Poonia, N.S. (Dept. Chem., Vekram Univ., Ujjain, India). J. Indian Chem Soc. 51 (9) 808-810 (1974). El método consiste en la precipitación de CoR_2 , IrR_2 ó RhR_2 (donde R es la molécula del reactivo desprotonada) a pH 6.5 para Co y 2.5 para Ir ó Rh y un exceso de cinco veces, del reactivo. La mezcla se calienta en baño de vapor por 45 min, con adición de 100 mg de sulfato de amonio para remover el CoR_2 una vez que ha coagulado. El precipitado se colecta, se seca a 100° y se pesa.

Son tolerados más de 30 aniones y cationes que se enlistan, en cantidades por encima de aprox 50 mg. La desviación tipo fué de 0.10 mg para 3 determinaciones de 5 g de Co, Ir ó Rh. El reactivo (solución al 0.5% en etanol-HCl (1:4), tiene ventajas sobre tioanilida y 1-nitroso-2-naftol; entre ellas: mayor selectividad cuando se usan agentes enmascarantes ó control de pH y temperatura. También se pueden determinar Ir ó Rh en presencia de Co.

W.J. Baker.

VOLUMEN 30

1B158.- Uso de 3-nitroso-4-hidroxi-5,6-benzocumarina (1-hidroxi-2-nitroso-3H-nafto(2,1-b) piran-3-ona) como un reactivo específico para la detección de Co. Kohli, N., Garg, B.S. and Singh, R.P. (Dept. Chem., Univ. Delhi, India). Mikrochim. Acta, L (5-6), 675-680 (1975). Para determinar Co (menos de 0.1 mcg/ml en una placa de toque ó 10 mcg/ml en papel filtro) se agrega una gota de la solución problema a una gota del reactivo al 0.05% en acetona; a continuación se agrega una gota de solución acuosa de sosa al 8%. Si hay Co presente, se produce instantáneamente un color rosado. El método ha sido usado para detectar Co en aleaciones y sales. La interferencia de Fe III y Al puede prevenirse, enmascarando con fluoruro de amonio, y la de Cu II, usando tiourea.

J.M. Brown.

4B28.-Determinación espectroquímica de rodio y cobalto en cobre. Pruveleva, K., Daliska, A. and Tzolov. T. Metalurgivja, - Sof., 29 (8), 15-16 (1974). -en búlgero-. Referat. Zh., Kim., 19GD, (2), Abstr 2G91.

VOLUMEN 30

5B206. Determinación espectrofotométrica simultánea de Ni y Co en mezclas, con 3-hidroxipicolinaldehído-azina (α, α' -azino di-(3-hidroxi-2-picolina) García de Torres, A., Zalcarcel, M. and Pino, P. F. (Dept. Analyt. Chem., Univ. Sevilla, Spain) Analytica Chim., Acta, 79 257-263 (1975). El reactivo citado I (cf. Talanta, 20 919 (1973)), como solución en demetilformamida, forma complejos con Ni y con Co, en mezclas que se conservan en solución reguladora de acetato a pH 4.5. Las mediciones de la extinción se hacen a 480 y 530 nm, contra un testigo y la concentración de los metales se calcula mediante una expresión dada. El método fué -- aplicado a mezclas sintéticas, conteniendo 5-25 mcg de cada uno de los metales mencionados en 25 ml de solución final y a mezclas de los metales en catalizadores industriales. Niveles de tolerancia para un amplio rango de especies extrañas, son proporcionados. La interferencia de EDTA es seria -- cuando está presente en concentración similar a la del Ni.

C.K. Laird.

VOLUMEN 30

6B206.-Determinación de microgramos de Fe, Zn, Co y Ba en materiales magnéticos. Fano, U. and Licci, F. (Lab. MASPEC, C.N.R. Parma Italy). Mikrochim, Acta, II (4-5), 561-568. - - Muestras (75 mcg a 1 mg) de $Ba_2Zn_2Fe_{12}O_{22}$ y $Ba_2Co_2Fe_{12}O_{22}$ se disolvieron en HCl concentrado, con adición de H_2O_2 . El -- Fe III se extrae selectivamente con exceso de acetyl acetona. Se extrae de la fase acuosa con cloroformo: la solución se - ajusta a pH 8-9 con amoníaco en solución acuosa. En seguida se extrae Zn o Co con ditizona en cloroformo para dejar una solución que contenga Ba, el cual es valorado por microtitu - lación con EDTA. El acetylacetonato de Fe se determina espec - trofotométricamente a 440 nm y los complejos de ditizona se determinan a 535 y 620 nm (Zn) ó 542 y 620 nm (Co). Tiempo - total de análisis: 2 horas.

T.H. Newman.

VOLUMEN 31

4B212.-Extracción y determinación espectrofotométrica de Co II con tiobenzilacetona (3-mercapto-1-fenil-but-2-en-1 ona) y - determinación simultánea de Co y Ni. Murti, M.V.R. and Khopkar, S.M. (Dept. Chem., Indian Inst. Technol., Bombay India). Talanta, 23 (3), 246-248 (1976). En un medio de pH 8.4-9.1, el reactivo citado forma con Co II un complejo que absorbe a 460 nm, cuando se extrae en benceno. La ley de Beer se cumple entre 0.2 y 4.58 mcg/ml en el extracto y el complejo es estable por 6 días. De las 55 especies extrañas investigadas: se encontró que Hg II, CN^- y EDTA interfieren seriamente.

Ciertas otras especies que interfieren pueden ser enmascaradas (Ag y Bi, con tiourea; Al, Th y Be, con F^-). En presencia de Sb, Fe, Pb, Cr, Cu ó Pd, es necesaria la extracción preliminar de esas especies. Como el Ni forma un complejo que muestra absorción máxima a 500 nm: es posible la determinación simultánea de Co y Ni. Se proporcionan las ecuaciones que se usaron para evaluar los resultados.

E.J. Earle.

VOLUMEN 31

4B211.-Determinación espectrofotométrica y fluorimétrica de Co. Haddad, P.R., Alexander, P.V. and Snythe, L.E. (Dept. - Analyt. Chem. Univ. New South Wales, Kensington, Australia). Talanta, 23 (4), 275-281 (1976). El Co II se trata con ácido linaldehído-2-piridilhidrazona y eosina a pH 5.6 para producir un complejo ternario que se extrae en cloroformo-acetona (7:3) para dar una solución colorida fluorescente. En el método espectrofotométrico, se mide la extinción a 537 nm y la gráfica de calibración es rectilínea para 0.04-0.4 ppm de Co en la solución final. El límite de detección es de 0.017 ppm. En el método espectrofluorimétrico (excitación a 530 nm y emisión a 558 nm) la gráfica de calibración es rectilínea para 0.02 a 0.2 ppm y el límite de detección es de 0.008 ppm. En ambos métodos interfieren: Cu, Ni, Fe, Pd y Hg bivalentes. - El método espectrofotométrico ha sido aplicado exitosamente al análisis de aceros; luego de separar al Co II por intercambio iónico.

VOLUMEN 31

6B167.-Determinación por cromatografía en papel de Ni, Co y Cu en minerales de hierro. Viktorova, M.E. and Isaeva, K.G. (Inst. Mineral Geochem. and Crystallo Chem. Rare Elements, Acad. Sci. USSR, Moscow) Zav. Lab. 42 (5), 528-529 (1976). -en ruso-. La muestra (0.5- 1 g) se disuelve en HCl-HNO₃ (3:1). La solución se evapora a sequedad y el residuo se redissuelve y evapora a sequedad 2 veces con HCl. El residuo resultante se disuelve en 0.3-0.5 ml de HCl 10% y la mayoría del Fe es separada por cromatografía en papel. La parte del papel conteniendo Ni, Co y Cu, se incinera y el residuo se disuelve en 1 ml de H Cl 10%. Estos elementos son separados por cromatografía en papel a 46°-47° en acetona-ácido clorhídrico- agua (87:8:5) como solvente para correr. El papel es entonces sometido a vapores de amoníaco para neutralizar el ácido y las zonas son detectadas con ditiooxamida al 0.15% en etanol y determinadas como se reportó previamente. (Analyt. Abstr. 21 3413 (1971).

G.S. Smith.

BIBLIOGRAFIA

Bargalló, M.

Tratado de Química Inorgánica

2da Ed.

Editorial Porrúa

México (1972)

Partington, J.R.

Tratado de Química Inorgánica

2da Ed.

Editorial Porrúa

México (1959)

Reinsfeld, E. M.

Tratado de Química Inorgánica

Editorial Nacional

México (1953)

Norton, W. J.

Inorganic Chemistry

The Blakiston Co.

Philadelphia (1949)

The Merck Index

Windholz, M. (Ed)

9th Ed.

Merck & Co., Inc.

N.J. (1976)

Sidney, J.J.

Minerals for the Chemical and Allied Industries

John Willey and Sons Inc.

N.Y. (1954)

Gilreath, E.S.

Fundamental Concepts of Inorganic Chemistry

Mc Graw-Hill

Tokyo (1953)

Cotton, F.A. y Wilkinson, G.

Química Inorgánica Avanzada

Editorial Limusa

México (1969)

De Galiana, T.M.

Pequeño Larousse de Ciencia y Técnica

Editorial Larousse

México (1975)