

45

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
FACULTAD DE QUIMICA



QUIMICA ANALITICA DEL LITIO
(Monografía)

88

T E S I S
Que para obtener el título de
QUIMICO
P R E S E N T A :
JOSE LUIS CASTRO WIECZOREK

79

1976



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

CLAS Tesis

AÑO 1976

FECHA 14 ~~29~~ 91



QUIMICA

PREIDENTE	CARLOS KOBEN HEDERE
VOCAL	ALBERTO OBREGON PEREZ
SECRETARIO	ROSA MAGDA UNDA
1er.SUPLENTE	IRMA AGUILERA ORTIZ
2do.SUPLENTE	ELVIA MARTINEZ IZAGUIRRE

FACULTAD DE QUIMICA

JOSE LUIS CASTRO WIECZOREK

Ing. ALBERTO OBREGON PEREZ

Mi más profundo agradecimiento
a los maestros, que de diversa
manera y generosidad, me ayudaron
en la elaboración de este trabajo.

A mi asesor Ing. ALBERTO OBREGON PEREZ

A mi padre

A mi tía

A mis abuelos

A mis hermanos

A mis familiares

Introducción.

Este trabajo es parte de una serie de monografías que se están elaborando en la Facultad de Química sobre algunos elementos de la tabla periódica.

El litio es el primer elemento del grupo 1 o sea del grupo de los metales alcalinos, se les suele denominar metales alcalinos del árabe al-qili, que significa cenizas vegetales, ya que éstas son particularmente ricas en carbonato sódico y potásico. También se da el calificativo de alcalina a toda sustancia de propiedades marcadamente básicas.

En esta monografía se trata de dar a conocer aspectos generales de dicho metal, así como de algunos compuestos inorgánicos y orgánicos, estos últimos con una gran aplicación en la industria, en catálisis, en síntesis orgánicas etc.

Generalidades:

Valencia y tipos de unión.

El átomo de litio posee un solo electrón de valencia. El litio es el primer miembro del grupo 1 o grupo de los metales alcalinos, constituido por Li, Na, K, Rb, Cs y Fr, todos los cuales se caracterizan por tener un solo electrón en un orbital s exterior.

Consecuentemente, la química de estos elementos es más simple que la de cualquier otro grupo.

En este caso se encuentra nuevamente que la similitud que existe entre el primer miembro del grupo y sus congéneres es bastante grande. Sin embargo, el tamaño singularmente pequeño del átomo de litio y del ion litio hace que se manifiesten algunas diferencias apreciables en su comportamiento químico.

El bajo potencial de ionización del litio (5.39 ev.) indica que la formación del ion Li^+ es un proceso relativamente fácil.

Este ion existe como tal en sales cristalinas, mientras que en solución se encuentra altamente solvatado.

El litio puede también formar uniones covalentes Li-X. El vapor del metal es predominantemente monoatómico, pero a temperaturas cercanas al punto de ebullición contiene alrededor de 1% de moléculas diatómicas de Li. Esta molécula se detecta experimentalmente por su espectro de bandas características.

No existe ninguna evidencia sobre la existencia de estados de oxidación diferentes de +1, ni tampoco es de esperar que ello suceda si se tiene en cuenta la configuración tipo gas noble del Li y el valor extraordinariamente alto del segundo potencial de ionización (75.2 ev.).

Comparación entre el litio y los miembros de la familia.

A pesar de que el Li presenta en general las propiedades típicas de todos los metales del grupo 1, existen algunas diferencias que señalan al mismo tiempo una cierta similitud con la química del magnesio.

Las aparentes anomalías del Li se deben fundamentalmente al pequeño tamaño que posee tanto el átomo como el ion. El poder polarizante del Li^+ es mayor que el de todos los iones alcalinos y hace que el ion posea una tendencia particularmente grande a solvatare y a formar uniones covalentes.

1. La reactividad de los metales del grupo 1 con todos los agentes químicos, excepto el nitrógeno, aumenta al aumentar la naturaleza electropositiva de los elementos ($\text{Li} \rightarrow \text{Cs}$). El Li es generalmente menos activo, así el Li es atacado por el agua con bastante lentitud a 25° mientras que el Na reacciona violentamente, el K se inflama y el Rb y Cs reaccionan explosivamente.

El Li y el Na reaccionan muy con el Br líquido, mientras que los otros elementos lo hacen violentamente. Sin embargo, el Li es singularmente frente al N_2 , dando Li_3N , a 25° la reacción es lenta pero se hace más rápida a medida que aumenta la temperatura. El Mg y el Li pueden emplearse para separar el nitrógeno de otros gases.

El Li metálico es más duro y posee un punto de fusión mayor que el resto de los metales del grupo 1.

2. El hidruro de litio, LiH , es mucho más estable que cualquier otro hidruro del grupo 1, pudiendo ser fundido sin que se descomponga.

Por otro lado, el LiH no es atacado por el oxígeno (calentando a temperaturas por debajo del rojo), el Cl_2 o el HCl. El Li reacciona con el H_2 a $600-700^\circ$ mientras que los otros metales alcalinos lo hacen a $350-400^\circ$.

Tanto el Li como el Na reaccionan directamente con el C por calentamiento para formar los acetiluros, Li_2C_2 y Na_2C_2 .

3. Por calentamiento del metal en oxígeno o aire se forma sólo el óxido Li_2O (con trazas de Li_2O_2). Los otros óxidos alcalinos reaccionan consumiendo una mayor cantidad de oxígeno para dar peróxidos M_2O_2 y en el caso del K, Rb y Cs superóxidos MO_2 .

Esta diferencia puede atribuirse nuevamente al pequeño tamaño del Li^+ , que imposibilita la estabilización de aniones grandes respecto al tamaño del ion O^{2-} .

4. El hidróxido de litio se descompone por calentamiento al rojo para dar Li_2O , es mucho menos soluble en agua en relación con los otros hidróxidos alcalinos.

5. El carbonato de litio, Li_2CO_3 , es relativamente más inestable desde el punto de vista térmico que los demás carbonatos alcalinos.

Ello se debe a que el pequeño tamaño del Li^+ hace que el retículo del Li_2O sea más estable que el Li_2CO_3 . En cambio la diferencia de estabilidad entre los óxidos y los respectivos carbonatos de los demás metales alcalinos no es tan marcada.

6. El litio es el único metal alcalino que forma una imina, Li_2NH , esta sustancia es muy reactiva.

7. Los alquil y aril litio son generalmente líquidos o sólidos de bajo punto de fusión, solubles en hidrocarburos. El metil litio posee un punto de fusión relativamente alto y es poco soluble en

hidrocarburos, asemejándose más a los derivados de alquilo y arilo de los metales alcalinos.

3. Las solubilidades de varias sales de litio se asemejan a las de Mg y a menudo se diferencian marcadamente de las solubilidades de las sales del resto de los elementos del grupo 1. Así, mientras el LiCl, LiBr y el LiI son altamente solubles en agua, el LiF es relativamente insoluble, pudiendo ser precipitado mediante soluciones amoniacaes de LiF. El LiCl, LiBr y particularmente el LiI, son bastante solubles en solventes orgánicos oxigenados.

Abundancia y Propiedades.

El mineral de litio más importante es la lepidolita, $\text{Li}_2(\text{F,OH})_2\text{Al}_2(\text{SiO}_3)_3$ y la espodumena, $\text{LiAl}(\text{SiO}_3)_2$.

En la naturaleza se encuentran dos isótopos de Li: ${}^6\text{Li}$, 7.30% y ${}^7\text{Li}$, 92.7%.

El litio metálico es blando, blanco plateado y mucho menos reactivo que los otros metales alcalinos.

Las superficies recién cortadas opalescen al aire debido a la formación del óxido y del nitruro, pero la reacción con el agua no es tan vigorosa como para inflamar el hidrógeno.

El metal es relativamente liviano, siendo su densidad de 0.53g/cm^3 .

Debido a su alto potencial de reducción



resulta imposible aislar el metal mediante la electrólisis de soluciones acuosas de sus sales.

Posee el mayor de los puntos de fusión y de ebullición, 179° y 1317° , respectivamente, de todos los metales alcalinos. El intervalo en el cual puede existir como líquido también es mayor que el resto de los metales alcalinos.

Se emplea también para desoxidar y desulfurar, y generalmente desgasificar al cobre y sus aleaciones. Se emplea extensamente en la preparación de compuestos organolíticos, como también en la preparación del LiH y LiAlH_4 .

Análogamente a otros metales electropositivos, el litio se disuelve en amoníaco líquido y en otras aminas para dar soluciones azules que conducen la corriente eléctrica, las propiedades de estas soluciones son consistentes con la existencia de iones Li^+ solvatados y de electrones solvatados. Las soluciones de litio en aminas, particularmente etilendiamina ($\text{H}_2\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$) son agentes reductores poderosos, empleándose las principalmente en química orgánica.

Sales iónicas; el ion Li^+ hidratado.

Las sales con los aniones comunes, como Cl^- y SO_4^{2-} , son altamente iónicas cualesquiera sean las condiciones. Así por ejemplo, las sales fundidas conducen la electricidad. Debido a su pequeño tamaño, el ion Li^+ posee una alta energía de hidratación, ello hace que se encuentre hidratado en numerosas de sus sales, mientras que las sales análogas de los otros metales alcalinos son anhidras.

Las sales de litio derivadas de los ácidos fuertes, son en general las más solubles de las sales de los metales alcalinos, mientras que las sales de litio de los ácidos débiles son las menos solubles.

El fluoruro de litio es un sólido cristalino blanco, poco soluble en agua e insoluble en alcohol. Se emplea como fundente para soldaduras y cristales compactos.

El cloruro de litio es la sal de litio más común, es muy soluble en agua y moderadamente soluble en solventes orgánicos

oxigenados o básicos, tales como alcoholes, cetonas, ésteres y piridina. Estas sustancias solvatan sin duda fuertemente al ion Li^+ , compensando así las fuerzas reticulares.

Los vapores de los haluros contienen especies poliméricas principalmente dímeros y trímeros.

El ion hidratado, $\text{Li}^+(\text{aq})$, se encuentra tanto en soluciones como en sales hidratadas. A pesar de que es imposible estimar exactamente el número de moléculas de agua unidas fuertemente a un ion Li^+ en agua, puede estimarse que un ion que posee un radio cristalográfico tan pequeño, tiene al mismo tiempo un radio de hidratación muy grande, debido a que interacciona fuertemente con las moléculas de agua. Así el ion $\text{Li}^+(\text{aq})$ en agua posee sin duda un radio efectivo mayor que el del $\text{Cs}^+(\text{aq})$.

Es interesante hacer notar que, apesar de la fuerte solvatación en solución, los hidratos cristalinos sólo en pocos casos tienen más de cuatro moléculas de agua por ion litio, y que las excepciones se deben muy probablemente a la hidratación de los aniones.

El comportamiento de las sales de litio en solución se desvía frecuentemente del ideal, presentando propiedades coligativas anormales (muy baja presión de vapor, punto de congelación etc.).

El hidróxido de litio formado en solución a partir del Li_2O o directamente a partir del metal, es una base fuerte como todos los hidróxidos alcalinos. Absorbe CO_2 del aire tanto en solución como en estado sólido para formar Li_2CO_3 . Como el LiOH es una base fuerte, las sales de litio derivadas de ácidos débiles (Li_2CO_3 , LiS , etc.) se hidrolizan en solución dando lugar a la

formación de soluciones básicas.

El metal reacciona directamente con la mayoría de los no metálicos y con algunos metales, pero los productos no poseen un interés especial.

Se conocen los compuestos con nitrógeno LiNH_2 , Li_2NH y Li_3N .

Estos compuestos se hidrolizan en agua para dar amoníaco.

Uno de los usos más importantes del litio en la industria y en el laboratorio está relacionado con la preparación de sus derivados orgánicos. Estos compuestos son muy importantes y útiles, asemejándose en sus reacciones a los frecuentemente empleados reactivos de Grignard, aunque en realidad son más reactivos que éstos.

Los compuestos organolíticos reaccionan rápidamente con el oxígeno, inflamándose en muchos casos espontáneamente en contacto con el aire, con el agua líquida y con vapor de agua. Sin embargo el bromuro y el yoduro de litio forman complejos de estequiometría $\text{RLi}(\text{LiX})$ con R alquilo que son sólidos estables al aire.

Los compuestos organolíticos se encuentran entre los escasos compuestos alcalinos que poseen propiedades, solubilidad en hidrocarburos y otros líquidos no polares y alta volatilidad típicas de los compuestos covalentes. En general, son líquidos o sólidos de bajo punto de fusión, siendo la asociación molecular un importante aspecto estructural.

Proceso de extracción del litio cuando este se encuentra en silicatos.

Las menas de silicatos, que son las más ampliamente sometidas a estos procesos, se aíslan químicamente mediante procesos ácidos o alcalinos.

En los procesos ácidos el mineral espodumena se calienta primeramente en un horno a una temperatura de $1000-1100^{\circ}\text{C}$ para transformar la espodumena alfa, que se presenta en estado natural, en espodumena beta, forma cristalina más frágil, menos densa y más fácilmente atacada por el ácido. El mineral se pasa a un segundo horno con exceso de H_2SO_4 . La lexivación con agua de los productos del horno se obtiene Li_2SO_4 , el cual se trata con Na_2CO_3 para obtener Li_2CO_3 . El carbonato se convierte en cloruro por reacción con HCl .

En el proceso alcalino el mineral espodumena o la lepidolita se pulverizan y se calcinan con 3 partes aproximadamente de piedra caliza, por cada parte de mineral de litio a una temperatura de $900-1000^{\circ}\text{C}$. La lexivación con agua del producto del horno da lugar al LiOH , el cual se convierte en cloruro por reacción con HCl .

El LiCl seco es la sustancia base para la obtención de litio metálico por electrólisis. El baño de la célula es realmente una mezcla fundida de LiCl y KCl . La célula funciona a una temperatura de $400-420^{\circ}\text{C}$, con un voltaje a través de la célula de 8-9 v.

MÉTODOS PARA LA DETERMINACIÓN DEL LITIO

- 1) Activación de neutrones
- 2) Fotometría de flama
- 3) Espectrografía
- 4) Espectrofotometría
 - a) absorción atómica
 - b) emisión atómica
 - c) flama

- 5) Cromatografía
 - a) intercambio iónico
 - b) en papel
 - c) de gas
 - d) en columna
 - e) gel

- 6) Volumetría
- 7) Amperometría
- 8) Voltametría
- 9) Espectrometría de masas
- 10) Fluorimetría
- 11) Gravimetría
- 12) Potenciometría
- 13) Titulación h.f.
- 14) Electroforesis
- 15) Destilación al vacío (volumétrico)
- 16) Por rayos β
- 17) Interferometría
- 18) Polarografía
- 19) R.M.N.
- 20) I.R.
- 21) Activación del fotón
- 22) Conductimetría
- 23) Colorimetría
- 24) Activación del protón
- 25) Espectrografía de rayos X
- 26) Coulometría
- 27) Activación del deuterón
- 28) Catalítico
- 29) Intercambio iónico
- 30) Gasometría
- 31) Iodometría
- 32) Complejometría
- 33) Precipitación

Material	2	3	5a	9	30	5c	4c
Li en el suero sanguíneo.							260
Li en el agua natural y mineral.			2282				
Li en sales de K.	1294						
Li en agua de mar.			6483				
Isótopos del Li.				3775			
Vinil-Li.						4062	
Determinación de trazas de metales en sales de Li.		3034					
Hidruro de Al y Li.					3033		

VOLUMEN 16 1969-1

Material	2	3	4a	5a	14
Li en el suero sanguíneo.	797		1992		
Li en óxidos refractarios.		2352			
Determinación de Li con Na.	561				
Separación de Li en K y Na.				2353	
Análisis de mezclas de LiCl en NaCl.					1133

VOLUMEN 17 1969-11

Material	1	4a	5	12	26	32
Determinación de Li.	3292					3313
Li en aceto-nitrilo.					1965	
Li en el suero sanguíneo.		2267				
Li	723					
Determinación de Li en un complejo con difenil tungstato					3527	
Determinación de Cd y Pb en LiCl.			24			

Material	1	3	4a	4c	10
Detrminación de Li.	2916	877 2827 4525		4537	
Li en tejidos.			4026		
Li en el suero sanguíneo.			1807		
Li en presencia de otros metales alcalinos.					39
Li en el cuarzo.				2970	
Li en silicatos.			131		
Li en el agua.			2767		
Li en tierra vegetal.		621			
Análisis isotópico del Li.	2916				

VOLUMEN 25 1972 I

Material	1	2	4a	4b	5a	5b	11	26
Determinación de Li.	3714			60		3713		59
Li en aluminio silicatos.		327						
Li en el suero sanguíneo.		4003						
Li en películas de LiF.							2303	
Li en los eritrocitos.			2611					
Li en metales alcalino, y alcalino terrosos.					4274			
Li en tierras vegetales.				955				
Li en el agua.		2852						

Material	2	3	4a	5a	18	21	27
Determinación de Li.		1434					
Li en el suero sanguíneo.	2300		255				
Li en refractarios.	2791						
Li en presencia de K, Cs, Rb o Na.					3340		
Li en agua de mar.			3839				
Li en silicatos.			1506				
Li en N ₂ .						2092	
Li en O ₂ .						2093	
Análisis isotópico, de Li.							614
Separación del Li de otros elementos.				2680			
Li en LiF.			1449				

Material	1	3	4a	5a	5e	20
Li en C de piedra.			2298			
Extracción del Li.					1446	
Separación del Li de elementos de mayor valencia.				689		
LiCN estudio.						1445
Determinación de impurezas en niobato de Li.	3775					
Fe en niobato de Li.		1447				
LiNO_3 .						3696
Efectos del pH sobre la estabilidad del Li.						2121

Material	1	2	3	4a	5b	29
Li en soluciones de alta salinidad.						2540
Li en presencia de Fe.		136				
Li en diboruro de Li.			2608			
Li en Nb y V.	2539					
Separación del Li de otros metales alcalinos.					1418	
Separación de otros elementos.						1987
Determinación de Co y Ni en sales de Li.						725

Material	3	4a	4b	5a	20	28	29
Determinación de Li.					24-22		
Li en la cerveza.		3613					
Li en MgCl_2 .			127				
Li en el petróleo.		3376					
Li en Fe.						1232	
Separación -- del Li del U.				69			
Separación -- del V.							1325
Determinación del Li_2CO_3 .					3124		
Determinación de impurezas en el LiCl .	2432						
Impurezas en el tantalato de Li.	3231						

Material	1	2	3	4a	4b	5a	5b	33
Determinación de Li.								5B26
Li en presencia de K y Na.								1B22
Interferencias en la determinación de Li.	6B29				1B23			
Li en el plasma sanguíneo.					5D6			
Li en el barro.			5H26					
Análisis isotópico de Li.						1B24		
Separación del Li de otros elementos.								2B21
Li en el suero sanguíneo.			3D15 5D7					

511

Separación de varios cationes por cromatografía de partición, de fase reversible, usando compuestos orgánicos neutros de fósforo.

J.W. O Laughlin y C.V. Banks. U.S. Atomic Energy Comm. Rep. 15-737 1963.

El uso de compuestos orgánofosfóricos neutros, y particularmente los compuestos bifuncionales, del tipo $R_2P(O)$ o $CH_2(O)PR_2$, actuando como fase estacionaria, han sido considerados con atención especial, así como el uso del bis(diexilfosfinil)-metano (HDFM) en la fase estacionaria.

Los resultados obtenidos con estos compuestos, están comparados con los usados, como el tributil fosfato (TBP) y el óxido de tri-octil-fosfato (TOPO).

Muchos cationes son separados sobre papeles impregnados con TBP, TOPO, HDFM. El alto coeficiente de partición para muchos cationes especialmente en un medio ácido ($HClO_4$), permite el uso del HDFM como fase estacionaria.

Se han obtenido varios valores de R_f o R_r para muchos cationes usando TBP, TOPO, HDFM, estos compuestos en ácido se han utilizado como fase móvil.

Se han logrado separar con estos compuestos orgánofosfóricos sobre papel, elementos como Li, Be, Ca, Mg, Sr, lantánidos y otros. El $HClO_4$ desplaza al Sr y al Ba pero no al Be, Ca o Mg sobre HDFM en papel, y particularmente a los dos primeros elementos de la tabla periódica.

La separación de los metales alcalino y alcalino térreos se logró en una columna empacada con un polímero inerte de fluoruro de carbono, impregnada con HDFM.

En general, los valores de R_f o R_r fueron obtenidos de acuerdo con el coeficiente de partición. El coeficiente de partición para la mayor parte de los metales se incrementa (los valores de R_f o R_r decrece) así como el radio de carga se incrementa a causa de un cation no hidratado.

2198

Determinación de pequeñas cantidades de Li, Na, K y Ca en fósforo y arsénico, por fotometría de flama y después una separación por destilación en una atmosfera de cloro.
K.H. Neeb. Z. Anal. Chem. 1964 200 (4) 278-286.

Las muestras son tratadas con cloro gaseoso, y los cloruros obtenidos son destilados al vacío. El residuo se disuelve en HCl y acetona, después la solución se atomiza hacia la flama de hidrógeno-oxígeno. El Sr se usa como estandar intrínseco.

Los límites mínimos de detección son 0.03 p.p.m. de Li y 0.1 p.p.m. de Na, K o Ca en 1g de muestra de arsénico o fósforo.

3738

Determinación de litio por la reacción de ${}^6\text{Li}(n, \alpha){}^3\text{H}$ y ${}^{16}\text{O}(t, n){}^{13}\text{F}$.
H.J. Born y D.C. Aumann. Naturwissenschaften. 1964 51 (7) 159-160.

Este método esta basado en la irradiación sobre el núcleo de ${}^6\text{Li}$, dando lugar a la formación del ${}^3\text{H}$. En presencia de ${}^{16}\text{O}$, la reacción ${}^{16}\text{O}(t, n){}^{13}\text{F}$ se toma como rastreadora. El ${}^{13}\text{F}$ producido en la reacción anterior se separa por destilación, como H_2SiF_6 .

Si la muestra no contiene ${}^{16}\text{O}$, puede está ser pulverizada y mezclada con una sustancia que sí contenga oxígeno antes de la irradiación.

3741

Determinación espectrográfica de Rb, Cs y Li
en tectitas.
C. Annel. U.S. Geol. Surv. Profess. Papers. #501-B
1964 148-151.

Las determinaciones espectrográficas de Li, Rb y Cs en concentraciones menores a 1 p.p.m. fueron llevadas a cabo sobre mezclas de 10mg de muestras muy finas y con 20mg de K_2CO_3 , aplicando 15 ampers a corriente directa y usando un arco anódico de excitación.

Las líneas analíticas usadas fueron: para el Cs 8521.1, Rb 7800.2 Li 6707.8 Å.

Los filtros adecuados fueron insertados en el plano focal, produciéndose líneas de baja intensidad.

Las exposiciones requeridas son, Cs y Rb y Rb y Li. Los filtros de absorción se usaron en el U.V. y en el azul-verdoso, eliminando el segundo orden del espectro.

3245

Determinación de metales alcalinos en aguas minerales. Fotometría de flama.
Anon. Trudy gruz.politekh.Inst. 1965 1 (99) 57-65.

Se emplea una flama de propano-butano-oxígeno.

La sensibilidad en la determinación de Li, Rb, Cs es de 0.01 μ g por ml. Para una muestra de Na se diluye una concentración de 10 a 20 μ g de Na por ml; el Li se determina en una muestra no diluida con tolerancia para la base de la línea de fondo; K se determina en la muestra con soluciones amortiguadoras usando para ello sales de Na con concentraciones de 2.5 mg por ml, para concentraciones de K de 10 a 30 μ g por ml. Para Rb y Cs se necesitan soluciones amortiguadoras de Na y K con sales de concentración de 2.5mg y 0.25 mg por ml respectivamente.

3399

Separación de Li por cromatografía de intercambio iónico.
R. Ratner y Z. Ludmer. Israel J.Chem. 1964 2 (1)
21-24.

El litio (20 p.p.m.) fué separado simulando aguas del Mar Muerto conteniendo arriba de 300g/l de otras sales, incluyendo \approx 80g/l de NaCl. Se pasaron 5ml de muestra a las columnas (120 cm X 1.5cm) conteniendo amberlita IR-120 (H⁺ de 20 a 50 mallas), y usando un eluyente con metanol al 35%, HCl (9:1) a 25 ml/hr. Los primeros 250 ml fueron descartados, y sucesivamente porciones del producto de cada 100ml fueron analizadas por fotometría de flama. Bajo estas condiciones todo el Li apareció en los primeros 600 ml de líquido obtenido, y los primeros 1.5 litros obtenidos fueron de Na libre. Se hicieron 4 determinaciones de las soluciones preparadas conteniendo 14 p.p.m. de Li dando resultados

de 14.5, 13.9, 14.3 y 13.9 p.p.m. Las 3 determinaciones del agua del Mar Muerto dieron como resultados: 18.2, 17.0 y 17.5 p.p.m.

El grado de elución es muy importante.

6088

Determinación de litio por activación de neutrones en presencia de metales alcalinos y Magnesio.

G.W. Smith, D.J. Santelli y H. Fiess. Analytica Chim. Acta, 1965 33 (1) 1-12.

Las reacciones de ${}^6\text{Li}(n, \alpha){}^3\text{H}$ y ${}^{16}\text{O}(t, n){}^{18}\text{F}$ fueron aplicadas. Después de haber irradiado con un estándar la muestra, con un flujo de neutrones de $\approx 2 \times 10^{13}$ neutrones/cm².seg por un tiempo de 20-112 min el ${}^{18}\text{F}$ se separó por precipitación como PbCl^{18}F . La aniquilación de fotones para la separación de ${}^{18}\text{F}$ es calculada, con ayuda de dos detectores de NaI, un retardador es acoplado al sistema y a un analizador multicanalizado. La desviación estándar se hace por un preparado de litio en sodio al 1%, siendo el aglomerante del 2%.

La sensibilidad en una solución pura es 0.2 partes x 10 y en un aglomerante de sodio es de 0.5×10^6 .

Los núcleos emitidos por el positron interfieren, pero pueden ser eliminados por métodos químicos.

6578

Determinación de iones Li y Na en aguas minerales.
V. Nevoral y A. Okac. Cslká Farm. 1965 14 (7) 342-346.

Se acidula la muestra (≈ 40 miliequivalentes del total de los cationes; menor de 900mg de Na) con el HCl, se elimina el CO_2 con calentamiento hasta la ebullición y evaporando de 200 a 400ml. La solución se pasa completa a una columna de Dowex 50W-X8 (H^+ de 100-200mallas) con un tiempo de 25 a 30 ml/hr por cm^2 y la columna se lava con etanol al 35% (250 ml).

eluyente Li^+ con HCl -0.6N en etanol al 60% (370ml) (9-12ml/hr por cm^2), desechando los primeros 150ml de eluyente. Eluyente Na^+ con HCl -0.4N en etanol al 40% (500ml por cada 100mg de Na^+ , para 870ml para cantidades menores de 400mg de Na^+). El ion SO_4^{2-} del eluyente se determina gravimetricamente como BaSO_4 , el ion Na^+ gravimetricamente como NaCl y el ion Li^+ por fotometría de flama. El K , Mg , Ca , Sr , Ba , Mn , Fe^{+++} , NH_4^+ , borato y PO_4^{3-} no interfieren en la determinación.

2282

Determinación de Li, Na, K, Ca, Mg y Sr en aguas minerales y naturales, por fotometría de flama. B. Podobnik, M. Dular y J. Korosin. Mikrochim. Ichnoanalyt Acta 1965 (5-6) 1073-1080.

La solución problema (1 litro) se pasa a una columna conteniendo una resina intercambiadora de iones (Cl^-), eliminando interferencias aniónicas, después se desechan los primeros 100ml del filtrado y se determinan los metales por fotometría de flama, usándose un monocromador para obtener una línea de bajo radio. Las condiciones para la determinación son tomadas de acuerdo con la concentración del metal presente, por ejemplo la determinación mínima para el Na es de 0.33 p.p.m. a 330nm y a 0.002 p.p.m a 589nm.

Las muestras de aguas minerales pueden ser acidificadas con HCl hirviéndolas para eliminar el CO_2 antes de hacer la determinación.

3032

Determinación iodométrica por el método del arsenato. I. K. Guseinov y I. L. Bagbanly. Azerb. Khim. Zh. 1965 (5) 77-81.

A la solución problema (de 2 a 15ml) se le adicionan de 10 a 15ml de $\text{Na}_3\text{AsO}_4\text{-N}$ y KOH-N por cada 10mg de Li, la mezcla se evapora a baño maria a una temperatura de 80 a 90 hasta la aparición de los primeros cristales, entonces se adiciona un volumen igual de alcohol isopropílico, después se disuelve con H_2SO_4 y KI, y se titula el yodo libre con $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ y una solución de almidón.

3775

Prueba precisa para la determinación de isótopos de litio por espectrometría de masas.
H.J. Svec y A.R. Anderson. J.scient.Instrum.
1966 43 (3) 134-137.

Se describe un instrumento de sector magnético a 60° y 5cm de radio, con colectores dobles para ${}^6\text{Li}^+$ y ${}^7\text{Li}^+$.

El deslizamiento permite detener cualquiera de las 3 muestras, que pueden ser aisladas sobre la fuente de iones, en forma de lentes en línea recta. Los lentes se forman por cualquier muestra sublimada en un filamento incandescente.

6483

Determinación de litio en el agua de mar con thoron.
Katsuya Vesugi y Toshikoru Murakami. Japan Analyst.
1966 15 (5) 482-487.

La determinación espectrofotométrica de Li con thoron 1 se ve afectada por la presencia de Na, Mg, Al, Fe, Cu y Zn, pero pueden ser eliminados por medio de intercambio iónico.

50ml de agua de mar se pasan a una columna (20 mm de diámetro) de Dowex 50-X8 (H⁺ de 100-200 mallas por cada 100ml) 1.2ml/min., la columna se lava con HCl-0.2N. Después se dejan pasar 700ml, el Li se obtiene en los siguientes 200ml con una pureza de 97%.

Un pequeño aumento de Na es obtenido pero no interfiere.

El producto obtenido es evaporado a sequedad, disolviendo el residuo en 5ml de agua y tratándola con KOH al 20% (0.3ml), acetona 3ml y thoron 1 al 2% (1ml) y aforando a 100ml con agua.

El coeficiente de extinción es medido a 480nm.

678

Determinación de litio en zeolitas artificiales después de extracción con dioxano.
 A.V. Andryushchenko, V.V. Kobzev y O.A. Zan'ko.
 Visnik l'vivs's politekh. Inst. 1966 (10) 126-129.

Esta determinación de Li en mezclas con otros metales alcalinos, ejemplo en Na, en zeolitas del tipo A, está basado en la solubilidad selectiva del $\text{LiClO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ en dioxano. Procedimiento: esta basado en pasar los metales alcalinos en sus respectivos percloratos, por la evaporación de la muestra con HClO_4 hasta formar una película de las sales correspondientes, y después enfriar hasta que se produzca una masa sólida. El residuo se tritura y se le agrega 10ml de dioxano, después se filtra con una fibra de vidrio y se vuelve a lavar con dioxano (de 2 a 5ml), se le agrega agua y se evapora la solución a sequedad, se le agrega H_2SO_4 y se vuelve a evaporar a sequedad, el residuo se somete a una temperatura de 700° , obteniéndose el Li_2SO_4 .

1333

C.d.arco espectrográfico, técnica para la determinación de trazas de Li, Rb, Cs en silicatos.
 J.J. Gurney y A.J. Erlank. Analyt. Chem.
 1966 38 (13) 1836-1839.

Las determinaciones fueron hechas en un instrumento Jarrell-Ash de 3.4m el cual está equipado con un plano rayado y un filtro rojo que desvía el segundo y tercer orden de interferencia en las regiones del rojo y del infra rojo; se adiciona CaF_2 al 20% a la muestra, se incrementa la intensidad de las líneas usadas [Li 8126 Å (6707 Å puede ser usado cuando

la concentración del Li es muy baja) Rb 7947 A° y 7800 A° , Cs 8521A°] y también actúa como buffer eliminando los efectos de aglomeramiento.

Se deben tomar precauciones evitando las interferencias a causa del grupo cianógeno.

1853

Determinación del Li en mezclas de aluminio.
R. Hourquin, M. Scheidecker y J. Herenguel
Chim, analyt., 1967, 49 (1), 28-29.

El procedimiento es aplicable a muestras que contienen de 1 a 3% de Li. La muestra se disuelve en H_2SO_4 , H_2O-HCl (1:5:1), después se calienta y se le agregan 100ml después se toma una alícuota de 20ml y se evapora a sequedad, el residuo contiene sulfatos los cuales se disuelven con agua, teniendo un pH 2.5, esta solución se pasa a una columna (30cm x 3cm) conteniendo una resina IRA-400 (saturada con EDTA 0.1M) en la columna se retendrá el Al asociado con el ion SO_4^{2-} , en otra columna (15 x 1.5cm) conteniendo la misma resina (OH^-) se retendrán el resto de los iones SO_4^{2-} . El producto (conteniendo LiOH) se trata automáticamente con HCl 0.05M.

1854

Separación de Li de otros iones de metales alcalinos por fase reversible en columna cromatográfica.
D.A. Lee. J.Chromat. 1967 26 (1) 342-345.

El uso combinado de compuestos orgánofosforicos desplaza al agua de la esfera de solvatación del catión y de un agente quelatante; esto ha sido aplicado en la extracción selectiva del ion Li^+ .

El soporte inerte usado (Haloport F de 30-60 mallas) fue mezclado con una solución de reactivos derivados del dodecano (2g de soporte/ml de solución) e introduciendo a la columna (15 x 1 cm) la solución del eluyente. La fase estacionaria fue (1) dibenzoilmetano-0.1M óxido de trifosfina en dodecano.

Los eluyentes fueron NH_3 -3.2M-aq., NH_3 -1.6M-aq., KOH -0.1M y HCl -0.6M, cada uno saturado con la fase orgánica apropiada.

El ^{23}Na y el ^{134}Cs se usarón como testigos y fueron detectados por fotometría de flama.

3794

Titulación potenciométrica de iones Li, Na y K en medio no acuoso.
S. Kiciak. *Chemia analit.* 1967 12 (2) 209-216.

Los acetatos de Li, Na y K fueron disueltos en ácido acético-anhídrido acético (9:1) (1ml), solución de nitrobenzono al 20% en benceno (30ml), después los metales alcalinos se titularon potenciométricamente (usando electrodos de Ag-AgCl y de vidrio) con HClO_4 -0.5N en ácido acético anhidro. El punto final fue determinado por el método de Hahn (*Analytica Chim. Acta* 1954 11 396). El método fue usado en la determinación de K, Na y Li separadamente y en mezclas. Otras sales de metales alcalinos fueron convertidas en acetatos por conversión preliminar a sulfatos con H_2SO_4 -M, seguido por la precipitación de BaSO_4 con Ba acetato-N.

El filtrado conteniendo los acetatos de los metales alcalinos y de Ba, fue evaporado a sequedad y los acetatos de

los metales alcalinos fueron extraídos con etanol anhidro.

Las sales de amonio, Rb y Cs interfieren en la determinación, pero pueden ser eliminadas por calentamiento de los sulfatos a 600°.

4536

Sensibilidades en espectrofotometría de absorción atómica. V, Pb, Li y Ag.
J. Ramírez Muños y M.E. Roth. Flame Notes. 1967 2
(3) 47-53.

Se tiene información sobre la determinación de Pb, Li y Ag con el uso de un flujo laminar y una flama de aire-acetileno. La máxima sensibilidad se obtiene a 2170 Å para el Pb, aunque a 2614 Å hay menos error y un mayor rango en la determinación. Para la Ag, a 3383 Å se obtiene una línea débil en comparación con la línea de 3281 Å. Para la determinación de Pb y Li se puede trabajar con lámparas de corriente de 5 y 20mA respectivamente.

4555

Determinación de Li en rocas, por espectroscopía de absorción atómica.
Yu. V. Zelyukova, M. P. Nikonova y N. S. Poluéktov.
Zh. analit. Khim., 1966 21 (12) 1409-1413.

Triturar 0.5 a 1g de muestra y adicionar HF-H₂SO₄ y evaporar hasta la eliminación de los vapores de SO₃, después disolver el residuo en HNO₃ y adicionar un volumen conocido (25-50ml; la concentración de HNO₃ puede ser N) tomar una alícuota de la solución, adicionándole 0.5ml de butanol, más 10ml de agua, después se atomiza esta solución y pasa a la flama de aire-propano-butano, las determinaciones se hicieron a 6708 Å usando una lámpara como fuente.

La calibración se uso una solución estandar de Li que contenia HNO₃, butanol al 5% y 1mg de K/ml.

1992

Determinación de litio en suero por espectroscopía de absorción atómica y de emisión de flama.
B.G. Bliejenberg y B Leijnse. Clinica Chim. Acta.
1968 19 (1) 97-99.

Estos métodos son comparados. Cualquiera de los dos tiene sus ventajas y desventajas. La determinación por emisión de flama puede desproteínizar, pero la determinación se lleva un tiempo más o menos largo, haciéndose las lecturas con dificultad, obteniéndose curvas no lineales. Los resultados se mejoran moviendo el quemador a 90° , y viendo el decremento sensitivo del desproteínizado, con etanol al 96%. Esta corrección da por resultado una curva de calibración en la gráfica más recta.

El método por absorción atómica también presenta desproteínización y se obtiene curvas no lineales de calibración, pero ha dado resultados satisfactorios.

2353

Determinación espectrográfica de trazas de litio en muestras de óxidos refractarios.
J.S. Matic y D.C. Pesic. Appl. Spectrosc.
1968 22 (1) 63-65.

Se han determinado espectrográficamente muestras de Li en óxidos, muestras abajo de 0.05 p.p.m. de Li en óxido de uranio, u óxidos de aluminio u óxidos de torio. Para tal determinación, la muestra es excitada por medio de una descarga de un tubo de vidrio que contiene silicato de boro y He. La muestra se pasa por una abertura al final del cátodo de grafito el cual se coloca dentro del tubo de descarga por medio de uniones estándar. En el otro extremo del tubo se coloca el ánodo que es de aluminio y una ventana de cuarzo alineada con el espectrografo. Los estándares se prepararon con mezclas de Li_2CO_3 puro, óxido refractario puro

y grafito. El coeficiente de variación está en un rango de 5 a 40% de acuerdo con la concentración de Li.

797

Determinación de litio en el suero para uso clínico.
A.Amdisen. Scand. J.Clin.Lab.Invest. 1967 20 (2)
104-108.

La emisión de flama a 671nm debido al Li, esta incrementada por la presencia de Na, K y Ca; es por eso que estos elementos son adicionados a la solución estandar por la semejanza con el Li.

Procedimiento: se prepara un blanco disolviendo CaCO_3 (2.5g) en HCl-N (53ml) más NaCl (81.82g) y KCl (2.98g) y se afora a un litro. Después se prepara una solución estandar similar a la anterior, conteniendo además Li_2CO_3 (0.739 g) e incrementando el volumen con ácido a 73ml; se diluye cualquiera de estas soluciones con 9 volúmenes de agua. Por fotometría de flama se atomizan a la flama; se diluye un mililitro de solución del blanco y un mililitro de la solución estandar y se le agregan 20ml de ácido tricloro acético, sometiendo a la flama, ajustando el cero del aparato con el blanco y la deflexión media de la escala con la solución estandar. La muestra se coloca (0.25ml) en un tubo de centrifuga conteniendo 5ml de una solución de ácido tricloro acético, se centrifuga por 10min, después el sobrenadante se somete al atomizador y a la flama. Para instrumentos que tienen una cámara de condensación, se diluye la solución estandar, el blanco y la muestra con agua en lugar de ácido. La dilución es 1:20; este instrumento así como esta dilución son usados convenientemente para la determinación de K y Ca; Li no interfiere en el análisis.

Separación de iones de metales alcalinos sobre Wofatit K.P.S. Cromatografía.
P. Scheibe. Z.Chemie, Lpz. 1968 8 (1) 27-28.

Se observó que al usar una resina (26% de divinilbenceno) y en caliente, el intercambio iónico aumentó considerablemente, pero pudo ser empleado en la separación de Li^+ , Na^+ y K^+ . Al bajar la efectividad de la resina se obtuvieron datos más precisos.

Se usó una columna (22 a 92 cm x 10 mm) rellena con Wofatit K.P.S. (16% de divinilbenceno) de partícula viscosa de 0.1 a 0.3 ml, por elución de 0.5 a 1 ml/min y con HCl-0.2 a 0.3N.

1965

Análisis coulométrico en acetonitrilo.
R.R. Bessette y J.W. Clver. J. electroanalyt.
Chem., 1968 17 (3-4) 327-334.

La determinación de Cu, Li y Na puede efectuarse por medio de un control de potencial coulométrico, utilizando un cátodo de mercurio (5cm) en acetonitrilo y conteniendo perclorato de tetraetilamonio-0.1M. La utilidad de las especies estables de Cu^I , que se formaron en el primer paso de la reducción de Cu^{II} se toma mucho en cuenta. En la determinación de Li y Na, si las trazas están disueltas en O_2 entonces hay interferencias en la determinación y hay que reducir al ion superóxido.

Este problema se puede resolver con una pre-electrólisis sobre 100 microequivalentes de la muestra.

3292

Análisis para la determinación de berilio, litio, boro, fluor y Plomo.
H.R. Lukens. J. radioanalyt. Chem., 1968 1
349-354.

Este método se desarrolló por mediciones de la vida corta de los radionucleos y emisiones β . La irradiación se llevo a cabo fuera del reactor de pulsación.

El reactor consta de un sistema de detección incluyendo un cristal de NaI de capa delgada y un detector construido de un block cilindrico de lucita. Los detectores fueron acoplados para separar los pulsos elevados por medio de un analizador multicanalizado; así pueden ser medidas las radiaciones β y γ .

Las muestras irradiadas (en recipientes de polietileno) fueron sometidas a un flujo de aire comprimido, durante un tie-

po de 0.6 seg. Se observó que los recipientes de polietileno o en 1.90 mg de aluminio irradiado por 6 seg a 250 K μ , no interferían en la determinación. Los límites de detección fueron 15 μ g para Be, 0.8 ng para Li y 1.1 μ g para B, para F y - Pb los límites de detección fueron 0.83 y 0.4 μ g, respectivamente.

3318

Método volumetrico modificado para la determinación del Li. N.K. Mitra, M. Mukherjee y A. Chakraborty. Indian Ceram., 1968, 13 (4), 103-106.

Este método involucra la formación de un complejo $KLiFe(IO_4)$ y una subsecuente determinación de Fe^{3+} utilizando EDTA y $HgNO_3$.

Procedimiento: Los reactivos se preparan de la manera siguiente, disolver KIO_4 (2g) en KOH_{2N} (10 ml), diluir con 50 ml de agua, adicionar una solución de $FeCl_3$ al 10% (3 ml) y aforar a 100 ml con KOH_{2N} . Tomar una alícuota de la solución muestra (20.10% de Li) adicionando KCl (0.2 g) y 5 ml del reactivo, calentar de 50 a 60 grados por espacio de 2 a 3 min., dejar enfriar a temperatura ambiente, filtrar y lavar el precipitado con agua. Disolver el precipitado en caliente con HCl_{2N} , hervir para eliminar el exceso de IO_4^- , enfriar y después ajustar el pH a 1 (usando como indicador el amarillo de metanil) titulando con solución estandar de EDTA y NH_4SCN como indicador. Alternativamente, titular con solución estandar de $HgNO_3$ en presencia de NH_4SCN sin ajuste de pH. Y este método es aplicable para la determinación del Li en mezclas de cloruros siguiendo el proceso de extracción de Lawrence Smith y es también aplicable a muestras

que contienen abajo de 0.5mg de LiCl.

3527

Titulación indirecta en la determinación de litio en un complejo de difeniltungsteno-fenil-litio.
P. Sarry y H. Grossmann. Z. anorg. allg. Chem.
1968 359 (5-6) 234-240.

Se ha desarrollado un método para la determinación de litio en $(C_6H_5)_2W-(C_6H_5Li)_4$, utilizando Na_2WO_4 como titulante.

Dicha determinación se puede realizar por titulación potenciométrica o conductrimétrica en ausencia de aire y en medio ácido.

2066

Análisis espectrográfico para la determinación de metales alcalino y alcalino-térreos.
 A.N. Kosin, N.A. Korosteleva y V.P. Yurova. Trudy Kuibyshevsk.gos.nauchnoissled. Inst.neft.Prom. 1968 (39) 227-235; Refererat. Zh. Khim. 1969 (10) Abstr. No.10G198.

Los residuos de las muestras son convertidos a sulfatos y colocados en una ranura de un electrodo de carbono.

Los estándares se preparan sobre una base comprendida de Na_2SO_4 al 52%, MgSO_4 al 22% y CaSO_4 al 26%. Para la determinación de Ni, Fe, Ti, Al, Sn, Mn, Cu y V, los elementos son excitados por medio de un arco de descarga y registrados sobre una gráfica espectrográfica del tipo ISP-51; el método a la gota es recomendable para litio, bario y estroncio entonces, para Li y Ba ($< 10^{-3}\%$) una gota de la muestra filtrada es colocada sobre el electrodo de carbón y tratada con una gota de solución de poliestireno en benceno al 3%; para Sr y Ba ($> 3.2 \times 10^{-3}\%$), la muestra se diluye el número necesario de veces con solución de NaCl al 20%. Después se calienta la muestra, y se fija con una resina de bakelita. Después la muestra es excitada por medio de un arco a c.a. por un minuto.

2232

Separación cuantitativa de metales alcalinos por cromatografía de intercambio iónico.
 Strelow, G.J. Liebenberg y F.von S.Toerin. Analytica Chim.Acta. 1968 43 (3) 465-473.

La muestra (1g) se disuelve en $\text{HF-H}_2\text{SO}_4$ y calentando la solución se eliminan los vapores de SO_3 . Después se adiciona ácido oxálico 0.5M (20ml) y 10ml

de HCl 2.5M, la muestra se calienta hasta la disolución de los sólidos (los silicatos que no se disuelvan por este método son tratados con HF solo o en mezcla con HNO_3 - H_2SO_4 en poli (tetrafluoroetileno) en una autoclave a 250 grados).

A la solución se le adicionan 80 ml de ácido oxálico 0.5M y unas gotas de H_2O_2 al 30%, la solución se diluye con ≥ 200 ml y es pasada a una columna (7.5 cm x 1.9 cm) conteniendo 10 g de una resina intercambiadora de aniones AGL-X8 (100-200 mallas) pretratándola con ácido oxálico (50 ml). Los metales alcalino y alcalino terreos, más Mn, son corridos con HCl 0.1M ácido oxálico (100 ml) con un tiempo de 3.5 ml/min.; Al, Fe^{III} , Ti^{IV} , Zr, Hf, V^v, W^v, Nb^v, Ta y Mo^v son retenidos por la resina - como complejos de oxalato. Los filtrados combinados son pasados a una columna (17.5 cm x 2.5 cm) conteniendo 25 g de - una resina intercambiadora de cationes Ag50W-X8 (H^+ de 200--400 mallas). El ácido oxálico y el H_2SO_4 son eliminados por el lavado de la columna con HCl 0.01 M (100 ml), y el Li y el Na son obtenidos con HNO_3 0.5 M (600 ml) a 3.5 ml/min. subsecuentemente el K, Rb y Cs son obtenidos con HNO_3 0.6 M - (650 ml) con las mismas medidas. Los metales alcalinos y el Mn son retenidos por la columna. La fracción Li-Na es evaporada a sequedad, el residuo se disuelve en HCl-0.01M los dos elementos son adsorbidos en una columna (8 cm x 1.9 cm) conteniendo 10 g de resina Bio-Rex fenol-formaldehido (H^+ 100--200 mallas) el Li es obtenido con HCl-M en etanol al 80% -- (400 ml) el sodio es obtenido con HCl-0.2M (250 ml). La fracción de K-Rb-Cs es evaporada a sequedad, y el residuo se di-

suelve en HCl-0.01 M, y los metales alcalinos son adsorbidos sobre una columna (16 cm x 2 cm) conteniendo 25g de la resina Bio-Rex 40. K, Rb y Cs son obtenidos subsecuentemente con HCl-0.7M (550ml), HCl-0.7M (500ml) y HCl-4M (600ml), respectivamente.

2909

Determinación de polvos por espectroscopía de flama.

J.S. Woods. Appl.Spectrosc. 1968 22 (6) 799-800.

Se emplea un quemador con una flama de gas natural-oxígeno, en el cual parte del oxígeno lleva el polvo dentro de la flama. La proporción de flujo depende de la presión del oxígeno y de la densidad, de la humedad contenida, el tamaño de la partícula y de la forma del recipiente que contiene al polvo.

El mínimo de detección de $BaCl_2$, CaF_2 o KCl es de 1mg y para NaCl o LiF es de 0.1mg.

3724

Determinación de metales alcalino y alcalino térreos por ionización de una flama de hidrógeno.

Shun Araki, Shigetaka Suzuki, Toshiyuki Hobo y Masaaki Yamada. Japan Analyst. 1968 17 (7) 847-854.

Después de la adsorción sobre una columna (2cm x 4.2mm) de fosfato de circonio Bio-Rad (200 mallas), Li, Na, K, Rb y Cs son obtenidos por el uso de 0.03N, 0.1N, 0.2N, 0.5N y NH_4Cl -N, respectivamente, y Ca, Sr y Ba son obtenidos con NH_4Cl -0.2N-HCl 0.005N, NH_4Cl 0.5N-HCl 0.005N y HCl-N, respectivamente.

Los productos son analizados por ionización con flama de hidrógeno con una longitud de 314 mm. El NH_4Cl es eliminado por pirólisis.

Determinación de trazas de litio, berilio o fósforo por análisis de rayos X.
C.L. Luke. Analytica Chim. 1969 45 (3)
365-376.

En la determinación de 1-100 μ g de Li, 50 μ g de NH_4^+ , 100 μ g de Na^+ o 1mg de K^+ , Rb^+ o Cs^+ pueden ser permitidos.

En presencia de estos iones el primero en separar es el Li por extracción de LiCl con acetona. Las interferencias a causa de los iones son eliminados por intercambio catiónico en una columna (10cm x 13m) de Dowex 50-R8 (100-200 mallas de forma H^+); la separación por intercambio catiónico no requiere que la muestra sea de un cloruro alcalino o cloruro de amonio, pero es necesario que el anión presente no sea Cl^- o que no pueda ser convertido a un cloruro con facilidad.

Antes de ser sometida la muestra a la espectroscopía de rayos X el Li es precipitado como arsenato o como fosfato con solución etanólica de KH_2AsO_4 o Na_3PO_4 respectivamente. En la determinación de Be (arriba de 40 μ g), existen muchas interferencias cuando el Be es precipitado como fosfato en presencia de EDTA, este precipitado se produce con solución etanólica en iones PO_4^{3-} y en un pH de 5 después de eliminar la materia orgánica y todas las trazas de otros elementos por adecuadas separaciones químicas.

El fósforo (1-40 μ g) primero se convierte a PO_4^{3-} , y material orgánico y otros elementos son separados. Subsecuentemente el P es precipitado como $\text{Be}_3(\text{PO}_4)_2$ en presencia de ácido tartárico y BeCl_2 .

53

Determinación de litio.
Gheorghe Marcu y Viorel Sacelean.
Studia Univ.Babes-Bolyai, 1969 14
(1) 139-141.

Disolver en ácido acético al 60% en caliente (100ml) acetato de Zn (117g), enfriar y adicionar con cuidado acetato de uranil pulverizado (140-148g) y agitar de 12 a 14 hrs., adicionar Li Zn acetato de uranil (4-8g), agitar por espacio de 3hrs., el sobrenadante se pone en un cuarto obscuro por 3 o 4 días antes de su uso. Evaporar la muestra y la solución estandar a sequedad, adicionar solución del reactivo filtrado (30ml) con agitación durante 15 min.

Las interferencias se pueden evitar por la desintegración de productos de U.

2271

Determinación por absorción atómica, de Li.
Frederick N., Harry M. Nakagawa, T.F. Harms y
Gordon Van Sickle. Bull. U.S. geol. Surv.,
1289 1969.

Métodos para la determinación de Ag, Bi, Cd, Li, Na, K, Ni, Zn, Au (3 métodos), Te y Hg, en sólidos y rocas. Alguno de los métodos han sido modificados en su procedimiento.

Procedimiento: disolver la muestra en HNO_3 caliente; la muestra que contenga por ejm. Au y Te usando el HBr para su disolución, para los metales alcalinos o el Ca se usa, HClO_4 - HNO_3 -HF. Para el Hg, la disolución se reemplaza por calentamiento reduciendo el metal en sus componentes. Por el uso de un solvente de extracción es posible eliminar las interferencias.

2896

Determinación volumétrica de Li en Li_2CO_3
en nitratos y en feritos, en medio no acuoso.
Elara Hochmann y Elisabeth Paldy. Z. analyt.
Chem., 1969 246 (5) 300-315.

En el análisis del Li_2CO_3 , la muestra (20.6g) es disuelta en anhídrido acético ácido (10ml) previamente titulados con HClO_4 en anhídrido acético- CCl_4 (usando como indicador violeta de genciana) hasta obtener un color de transición. A la solución se le agrega CCl_4 (10-15ml) antes de la titulación y antes de agregar el indicador. La mezcla se titula con HClO_4 -0.05N con el mismo indicador.

En la determinación de Li en LiNO_3 , los iones NO_3^- son reducidos primero como ácido ascórbico y el Li es titulado como ya se menciona en hidruro-anhídrido acético en medio ácido. En el análisis de ferritos de litio y ferritos de Li-Ni-Zn, la muestra (0.3-0.6g) se disuelve en HBr concentrado y la solución es evaporada a sequedad. Este procedimiento se lleva a cabo en 3 pasos, la solución se afora a 200ml, y se toma una alícuota de 20ml y se evapora a sequedad. Al residuo se le agrega HBr-3.5M (10ml) y el Fe^{III} es extraído por medio de metil isobutil cetona (10ml) por agitación por 2 o 3 min., después adicionar H_2O_2 aq. (2 o 3 gotas).

La fase acuosa es evaporada a sequedad y al residuo se le agrega CCl_4 al 3% y la solución de acetato de Hg^{II} en anhídrido acético (1:1) en medio ácido, previamente titulado con HClO_4 en presencia de tropaeolin 00 (anaranjado de ácido 5) y azul de metileno. Finalmente la muestra es titulada con HClO_4 -0.05N en anhídrido acético hasta obtener un color rojo violeta. Los ferritos de Ni y algunos de Zn son solubles en fase cetónica.

2697

Determinación de litio en rocas.
Z. Sulcek y J. Rubeska. Colln Czech. Chem. Commun.,
1969 34 (7) 2048-2056.

Se ha desarrollado un método para la de-

terminación de trazas de Li en rocas que contienen silicatos por fotometría de flama. Las interferencias de Ca y Sr son eliminadas por la adición de $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$. Para el análisis de rocas con alto contenido de CaO, el Li se separa primero por cromatografía de intercambio iónico con HCl -0.5M en medio metanólico como eluyente.

Para rocas ácidas que contienen de 1 a 2% de CaO el límite para la determinación es 3 p.p.m. de Li. La sensibilidad de este método cuando se le adicionan sales de Al depende de la naturaleza de la muestra, el Li puede ser determinado a 14% de CaO y a 5 p.p.m. del mismo.

3701

Determinación de materiales inorgánicos sintéticos. Separación mutua de metales alcalinos con tres diferentes ácidos de antimonio. Mitsuo Abe. Bull. Chem. Soc. Japan 1969 42 (9) 2683-2685.

Se usaron unas columnas (6 cm x 0.8cm) conteniendo 3g de una sustancia amorfa, 3.9g de ácido antimónico en forma de cristales y 6.4g de cristales de vidrio (I, II, III respectivamente); HNO_3 y NH_4NO_3 como testigos y como eluyentes. La concentración de los metales alcalinos fue determinada por fotometría de flama.

Los valores de K_d fueron muy altos sobre II y I o III, excepto para el Li^+ , y el intercambio iónico indicado por las isotermas, el coeficiente de selectividad varia considerablemente con la composición iónica de la solución. Sobre I y III la separación completa de Li, Na y K fue obtenida con el uso de HNO_3 -0.1N y 2N respectivamente, con HNO_3 se obtuvo una buena separación de Li, K y Cs sobre II. La elución con NH_4NO_3 acuoso de varias concentraciones logra buenas separaciones de pares de elemen-

tos, por ejemplo Li-K, K-Rb y Cs-Na, pero no así el par Rb-Cs, sobre II.

Sobre I y III los iones de los metales alcalinos excepto el Li fueron removidos como un grupo con NH₄NO₃-0.03-M. II y III fueron los adecuados para utilizarlos en la columna por su naturaleza granular y su baja solubilidad, II fue estable a los reactivos químicos.

39

Determinación de litio en presencia de otros metales alcalinos.
Vicent Massa. Trav.Soc.Pharm.1969 29 (3) 209-212.

Determinación de Li abajo de 25 p.p.m. en presencia de PO_4^{3-} , F^- , o AsO_4^{3-} u otros metales alcalinos o alcalino térreos (iones), ajustando la solución muestra a 100 p.p.m. de Li^+ , y aplicando $10\mu l$ de esta solución a una cromatografía en capa fina cubierta con unas planchas que contienen una capa de celulosa de 0.25mm, y aplicando a estas mismas planchas $10\mu l$ de solución estandar que contenga de 90 y 110 p.p.m. de Li^+ . Desarrollo de la cromatografía en placa ascendente (para $\approx 10cm$), con metanol al 23% HCl (17:3), secado con aire y rociada con una solución filtrada preparada con 0.1g de LiCl, una solución de acetato de uranil dihidratado (10g) y 6g de ácido acético en 49g de H_2O mezclada con una solución con 30g de acetato de Zn trihidratado y 3g de ácido acético en 32g de H_2O . Los valores de R_f de Li, Na y K son 0.85, 0.45 y 0.05, respectivamente.

131

Determinación de Li_2O en rocas que contienen silicatos.
Maurice Stone y Susan E. Chesher. Analyst.Lond.
1969 94 1063-1067.

Cerca de 0.4g de roca seca se trata con HF y HNO_3 y el residuo se disuelve en $HClO_4$ o HNO_3 y se afora a 200ml. Esta solución se emplea para la determinación de Li por el método de absorción atómica a 670.8nm y con una flama de aire-acetileno.

La presencia de Ca, Na, Al, Fe, Mn y Rb no interfiere en la determinación; el K tiene el efecto de que aumenta la absorción del Li en la solución estandar.

Determinación de algunos elementos en aguas minerales.

Carlos Pulido, María C. Moreira de Almeida y Antonio A. Gouveia. Revta. Port. Quim. 1969 11 (1-4) 84-97.

Li, K, Mg, Sr, Cr, Mn, Ni, Cu y Zn son determinados directamente por espectrofotometría de absorción atómica, después de su dilución o concentración para nivelar las condiciones optimas para el análisis, si es necesario, por precipitación y redisolución (ejemplo para el Cr). Na y Ca son determinados por fotometría de flama, el boro colorimétricamente por el método del ácido carminico y el Br por titulación iodometrica después la oxidación a BrO_3^- .

Determinación de litio y su composición isotópica.

M. Wiernik y S. Amiel. J. radioanalyt. Chem. 1970 5 (1) 123-131.

La determinación de Li fue determinada por medio de un contador que detectaba las partículas β de 0.84seg., y una corriente de 13-Mev. ^8Li producido por la reacción $^7\text{Li}(n, \gamma)^8\text{Li}$

Un contador que trabaja en condiciones óptimas, por ejemplo a 35c.p.s/ μg de Li se obtuvo de 3-400 μg de Li. Las interferencias posibles por otros elementos fueron determinadas; pero se observó que solamente el F fue el que interfirió. La composición isotópica del Li en solución acuosa fue determinada por mediciones simultáneas de los neutrones producidos por la reacción $^6\text{Li}(n, \alpha)t$ y $^{18}\text{O}(t, \alpha)^{17}\text{N}$ y las partículas emitidas por ^8Li .

Este método fue aplicado a varios minerales conteniendo Li y a muestras de agua del Mar Muerto.

2970

Separación de trazas de litio en el cuarzo.
Z. Chemie. Lpz. 1970 10 (4) 155-156.

Una muestra de cuarzo finamente pulverizada se calienta con HF al 40% para eliminar el SiO_2 , y con H_2SO_4 concentrado es adicionado y se evapora a sequedad, el residuo es tratado con HCl concentrado y se vuelve a calentar a sequedad, se disuelve en agua y la solución se centrifuga.

El litio contenido en el sobrenadante se determina a 670.8nm y con el uso de una flama de aire-acetileno. Por este método el Li es cunitativamente separado del cuarzo.

891

Determinación de metales alcalino, alcalino
térreos y tierras raras.
V.K. Ivanov, A.G. Stromberg y A.A. Kaplin.
Zh. analit. Khim., 1970 25 (3) 584-586.

Los picos anódicos producidos por el Li, K, Na, Rb,
y Cs fueron obtenidos por esta técnica con un electrodo base de
ioduro de tetrabutilamonio en dimetil formamida. Las alturas de
los picos estan de acuerdo con la concentración de los metales
en un rango de 8-50 μ M.

892

Determinación de Litio.
Lazslo Erdey y Zsuzsa Szabo-Akos. Analyt. Chem.,
Tech. Univ., Acta chim., hung., 1970 65 (2) 121-123.

La solución muestra conteniendo de 5-20mg de
Li es colocada en una celda de un medidor por titulación de
alta frecuencia, el electrodo se sumerge completamente en me-
tanol al 96%, entonces se titula por adiciones por incrementos
de NH_4F -0.5M en etanol al 80%. La curva de titulación muestra
un incremento en el gradiente hacia el punto de equivalencia.

Los resultados difieren por menos del 1% del método gravimétrico.

2371

Análisis Iodométrico de tetrahidrofurano
en soluciones de litio y sodio.
A.I. Shakaline, V.B. Breitsis y L.K. Lepin.
Izv. Akad. Nauk. latv. SSR, Ser. Khim., 1970 (2)
439-443.

Adicionar una solución de 0.02M a 5.1M de
cualquier reactivo en tetrahidrofurano a yodo 0.4N en benceno,
esta solución se guarda en un frasco de vidrio con tapón
por 5 minutos en un cuarto obscuro, después se le adicionan

25ml de agua y 5 gotas de ácido acético 0.5N y antes de que se consuma el yodo se titula con $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ hasta que la capa superior del benceno presente una coloración rosa pálido; adicionar 2ml de solución de almidón al 1% y titular hasta que la coloración azul desaparezca.

3235

Determinación de pequeñas cantidades de metales alcalino y alcalino térreos, por cromatografía de intercambio iónico.

Shun Araki, Shigetaka Suzuki, Toshiyuki Hobo y Masaaki Y. Japan Analyst. 1970 19 (4) 493-501.

El detector de simple quemador descrito al principio en Analyt. Abstr. 1967 14 5274 ha sido mejorado por el uso de dos flamas (a 1250°) 40-80nm y tanto la ionización como la vaporización se efectúan separadamente. Los límites en la determinación (moles) son $\approx 10^{-14}$ para K, Rb y Cs, $\approx 10^{-13}$ para Na, Sr y Ba, y $\approx 10^{-12}$ para Li y Ca. Una columna (20mm x 4.2mm) de fosfato de circonio (100-200 mallas) puede ser usada para separar Na y Cs con $\text{NH}_4\text{Cl-M}$ como eluyente (a 6 gotas/min). Las gotas obtenidas del eluyente se evaporan a sequedad sobre una muestra retenida (platos de platino de 30mm de diámetro y 0.5mm, de espesor) sobre un plato de giro automático. La curva de elución se registra automáticamente.

3991

5,7-Dibromo-8-hidroxiquinolina, reactivo fluorescente para la determinación de litio.

N.S. Poluektov, S.B. Meshkova y E.V. Melent'eva. Zh. analit. Khim. 1970 25 (7) 1314-1316.

Se ha comprobado que a pH de 9-9.5 en medio etanolico, el ion Li^+ forma un complejo 1:1 con este reactivo; este complejo fue expuesto a la radiación de 345-385nm, la intensidad de la fluorescencia se observó que es directamente proporcional al conte

nido de Li en un rango de 1-100 μ g en 4ml de solución problema.
No hay interferencias de otros metales alcalino arriba de 1.5 μ g
pero de Fe, Ca, Sr, Ba, Mg o Al arriba de 1 μ g sí hay interferencias.

616

Análisis isotópico de litio.
Ahmad, S.A. y Saksena, G.D. Rep. Bhabha Atom.
Res. Centre, BARC-503, 1970.

El desarrollo del método se basa en la estructura isotópica de resonancia del Li en la línea de 670.8nm, y usando como fuente un cátodo hueco. Se obtuvieron en orden el radio de intensidad verdadero de los componentes isotópicos y se establecieron las condiciones óptimas experimentales. Usando solamente $2\mu\text{g}$ de Li (como Li_2SO_4) en el cátodo hueco, y con una extinción a 10mA los efectos de la autoabsorción fueron prácticamente eliminados.

714

Determinación de litio en silicatos.
O'Gorman James V. y Suhr Norman H.
Analyst. Lond. 1971 96 335-337.

El método es similar al descrito por Suhr y Ingamells (Analyst. Abstr. 1967, 14, 5346), pero se usó $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ como fundente en lugar de LiBO_2 . Procedimiento: fundir 80mg de muestra (200 mallas) con 400mg de $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ por 10min. en un crisol de grafito a una temperatura de 1000° , vaciar la mezcla en 40ml de HNO_3 al 3% y determinar el Li en esta solución por absorción atómica en una flama de aire-acetileno.

2094

Análisis isotópico del litio.
Attalla Albert y Eckstein Ralph R.
Analyst. Chem 1971 43 (7) 949-950.

El espectro de r.m.n. fue obtenido con un instrumento de alta resolución con doble frecuencia, se ensayó sintonizando las frecuencias de resonancia a 8.8MHz y 23.3MHz de Li y Li respectivamente, en un campo magnético de 14,078 oersteds.

Todas las muestras fueron convertidas en LiCl, el cual se disolvió en MnCl_2 -0.1M. La abundancia de isótopos fue determinada por una gráfica estandar de radio del ${}^6\text{Li}$ así como el área que forma el pico en el espectro y la suma de las áreas de los picos que forman el ${}^6\text{Li}$ y ${}^7\text{Li}$, contra la concentración de ${}^6\text{Li}$.

2096

Determinación de litio, sodio y potasio en materiales geológicos.
Hildon, M.A. y Allen, W.J.F. Analyst, Lond., 1971 96 480-487.

Después de la disolución de una muestra (0.5g) por tratamiento con HNO_3 , H_2SO_4 y HF y finalmente con HCl acuoso, se adicionan 10ml de una solución de CsCl (4% de Cs) y la solución se afora a 100ml para la determinación de Li, Na y K por espectrofotometría de emisión atómica usando para ello una flama de óxido nitroso-acetileno de flujo laminar.

2977

Determinación posible de iones metálicos utilizando sus reacciones de fluorescencia.
Gertner, Antun y colaboradores.
Acta pharm. jugosl., 1971 21 (3) 125-130.

Los iones del grupo II fueron separados sobre un papel filtro y sometidos al calor en un horno circular a una temperatura de $105-110^\circ$ y usando como solvente HNO_3 -0.05M; después el papel se expuso a los vapores de NH_3 , los iones fueron localizados con morin metanólico al 0.02%. Los límites de detección (μg) de la fluorescencia de los complejos metal-morin en 366nm de radiación fueron para Al 0.006, As^{V} 15, Be 0.005, Ca 0.5, Cs 15, La 0.1, Li 2, Mg 0.1, Pb 1, Sr 5 y Zn 0.2. De los tipos de papel filtro examinados, S y S los grados 589¹ y 589² fueron los preferidos; sobre estos, Mg, Sr, Li, Zn, Ca, La y Pb podrían ser determinados semicuantitativamente entre 0.005 y 20 μg .

2991

Posible determinación de litio por activación en un medio de energía de protones o deuterones.
 Vialatte B.J. Radioanalyt, Chem. 1971 8 (2) 269-276.

Se reportan los métodos basados sobre las reacciones ${}^7\text{Li}(p,n){}^7\text{Be}$ (efectuado por protones a 15 Mev) y ${}^6\text{Li}(d,n){}^7\text{Be}$ ${}^7\text{Li}(d,2n){}^7\text{Be}$ (ambas efectuadas por deuterones a 27 Mev). Las interferencias debidas a la producción de ${}^7\text{Be}$ por reacciones nucleares, por ejemplo ${}^{10}\text{B}$, ${}^{11}\text{B}$ y ${}^7\text{Be}$ fueron también estudiadas.

Después de un periodo de decaimiento de ≈ 15 días, la actividad del Be a 0.48 Mev el área del pico fue medida con un detector de centelleo que contenía un fósforo de NaI(Tl). Las sensibilidades teóricas son 0.1 p.p.m. de Li para irradiaciones con protones (10^{-4} de flujo) por una hora y continuando después por 53 hrs. y 0.025 p.p.m. para irradiaciones con deuterones.

4569

Determinación de Cu, Zn, Fe, Mn, K, Li y Rb en agua de mar.
 Curren M.J. JLS. Afr. chem. Inst. 1971 24 96-102.

Un simple y rápido procedimiento ha sido desarrollado para la determinación de elementos ya sean solubles e insolubles: los metales alcalinos son determinados directamente, pero los otros elementos son primero concentrados por un solvente de extracción. Los metales alcalinos se determinan en la solución filtrada resultante por espectrofotometría de absorción atómica.

Por el uso de estándares orgánicos de metales conocidos, se obtuvo una eficiencia de esta técnica de 100%.

59

Determinación de metales alcalino y alcalino
térreos por coulometría.

Muto, Giichi; Nozaki Ken y Nonaka Takashi.

Japan Analyst, 1971 20 (2) 180-187.

El electrolito se divide dentro de la celda en dos porciones una superior y una inferior por un depósito de mercurio soportado sobre una membrana intercambiadora de cationes. El Li, Na, K, Sr y Ba son depositados electrolíticamente en la solución de prueba, en la parte superior de la celda en el electrodo de mercurio (a -2.45 V contra el electrodo saturado de calomel) y son disueltos en la parte inferior de la celda a 0.50V contra el electrodo saturado de calomel; la corriente de disolución es registrada coulombiéticamente.

Las eficiencias de la corriente son 88.6, 93.1, 86.6 y 93.2% para Li, Na, K, Sr y Ba, respectivamente.

327

Determinación de metales alcalinos en
materiales cerámicos.

Bardley R.P. y Reed R.A. Analyst, Lond.

1971 96 699-711.

Determinación de Na, K y Li en aluminosilicatos con ayuda de un fotómetro de flama EEL (mod.100) usando propano que es más satisfactorio que el uso del gas natural, ya que se obtiene una flama más consistente y está sujeta a variaciones menores.

La muestra se descompone con H_2SO_4 - HNO_3 , evitando efectos depresivos debidos al ion Cl^- ; las interferencias debidas al calcio

son eliminados por adición de $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, y las interferencias debidas a Na-K son eliminadas por adición de Cs_2SO_4 .

2303

Determinación del contenido de Li en LiF y después evaporación al vacío.
Le Duigou Y. y Lauer K.F. Nucl. Instrum. Meth.
1971 97 199-200.

El Li fue determinado gravimétricamente como Li_2SO_4 . El promedio de los valores de los ensayos para el volumen del LiF (1) fue de $26.694 \pm 0.008\%$ de Li, y la desviación estandar fue de $\pm 0.03\%$ para el 99% en los límites de confianza.

Una diferencia no significativa fue encontrada entre el Li contenido en la evaporación 1 de la muestra y el Li contenido en la muestra inicial, y el análisis del volumen 1 es conveniente hacerlo en películas delgadas de 1. Donde el análisis directo no es factible se recurre al uso de un estandar de neutrones y mediciones de sección cruzada.

2852

Determinación de litio con nitroantranilazo 2-(3-metil-5-oxo-1-fenilpirazolin-4-il)-5-ácido nitrobenzoico, en aguas naturales.
Morgen B.A. y Vlasov N.A. Zh. prikl. Khim. Leningr.
1971 44 (12) 2752-2753.

Una versión modificada del método de Dziomko y colaboradores (Analyt. Abstr., 1969, 17, 1977) se presenta.

La muestra (25-50ml) es evaporada a sequedad, el residuo es extraído con acetona 3 veces, el solvente es evaporado y el residuo se disuelve en agua hasta completar un volumen de 25ml

Una alícuota (5ml) se trata con 0.83ml de cualquier derivado de nitroantranilazo-2mM en dimetilformamida, KOH-0.2M y se diluye a 25ml con acetona.

La extinción de la solución se mide (filtro verde) o el color se compara con soluciones estándar.

La sensibilidad de este método a $1.3 \mu\text{g}$ de Li/25ml de solución de acetona sigue la ley de Beer para muestras arriba de $10 \mu\text{g}$ de Li/25ml, el Pb, Mg, Ca, Zn, Al, Fe, Co, Ni, Cu, CO_3^{2-} y SO_4^{2-} no interfieren.

3714

Determinación de litio en materiales sólidos por medio de la reacción $\text{Li}(n, \gamma)\text{H}$.
 Evreev B.F., Simakhina Yu.F. y Dutov A.G. Atom. Energ., 1972 32 (1) 39-42.

La muestra se irradia con un flujo de neutrones $\approx 10^8$ /cm seg. por un tiempo de 5min., y el ^3H producido se detecta con un cristal de CsI (Tl). El espectro producido por las partículas cargadas es aprovechado para modular el flujo de neutrones. Este método es sensitivo para 0.5-1 p.p.m. de Li, ha sido aplicado para la determinación de Li en muestras de cuarzo.

4274

Análisis alcalino y alcalino térreos (metales) en mezclas, por cromatografía de intercambio iónico.
 Araki Shun, Suzuki Shigetaka y Yamada Masaaki. Talanta 1972 19 (4) 577-582.

Se describe un aparato en el cual los componentes de la muestra (en pocos μl de solución) son separados sobre una columna (20mm x 4.2mm) de fosfato de circonio, con NH_4Cl comouyente y el producto se colecta gota a gota sobre colectores de platino, secado, evaporado en la flama de hidrógeno y detectando por ionización con una segunda flama arriba de la primera. Los límites de detección para Li, Na, K, Rb, Cs, Ca, Sr y Ba es de 5-30 moles.

614

Análisis por excitación de algunos elementos.
 Pretorius R. Radiochem.radioanalyt.Lett.
 1972 10 (5) 297-307

El método descrito involucra las medidas que coinciden al momento de emisión de la partícula y del producto de los núcleos; es ilustrado por el uso de la reacción ${}^6\text{Li}(d,\alpha){}^4\text{He}$ para el análisis isotópico del litio. Las mediciones de las partículas complementarias pueden ser hechas con una excelente especificidad y con una completa eliminación de interferencias. La desventaja es que se necesitan preparar (por ejemplo $10\text{-}200\mu\text{g}/\text{cm}^2$) blancos por irradiación.

1434

Influencia de la concentración de elementos de diferente volatilidad, en análisis espectroquímico. lll.
 Alvares herrero C., Burriel-Marti F. y Palacios
 Corvillo M.A. Infcción quim.analit.pura apl.ind.
 1972 26 (3) 126-134, 144.

El efecto de un elemento sobre la determinación espectrográfica del otro ha sido estudiada para los siguientes pares en los cuales cualquiera de los dos está en mayor proporción Cr-La, Mo-Y, W-Zr, Na-Be, Fl-Si, Ba-Li, Sc-Ga, Co-In, Ta-Cs, Nb-Rb, Ti-K y W-Hg. En general, uno de los elementos del par afecta las líneas del espectro del otro. Por ejemplo, en el grupo de W-Hg, Co-In, Ta-Cs Nb-Rb, Ti-K y W-Zr, cualquier elemento siempre reduce la intensidad de las líneas del otro; en el grupo Cr-La, Mo-Y, Fl-Si y Sc-Ga, el elemento más volátil incrementa la intensidad de las líneas del otro elemento, pero el menos volátil incrementa la intensidad de las líneas del más volátil.

1506

Determinación de trazas de elementos en silicatos.
 Chowdhury A.M. y Das A.M. Z. analit.Chem. 1972 261 (2) 126-127.

Después de la descomposición de 1g de muestra con HF-HClO_4 , la determinación por absorción atómica de Cu, Zn, Ni, Pb, Cr, Sr y Li se estudia, con una referencia particular de una posible interferencia. Para la determinación de Cr se usó una oxidación por medio de una flama de aire-acetileno reduciendo las interferencias; para el Sr, la solución final contenía 1000 p.p.m. de La y 5% (v/v) de HCl conc.; para Li, conteniendo 500 p.p.m. de Na y 5% (v/v) de HCl conc.

2791

Método para el análisis químico de rocas que contienen cromo y cromo en refractarios.
 Bennett H. y Reed R.A. Analyst, Lond. 1972 97 794-819.

Los detalles del procedimiento son dados para la determinación de descomposición por ignición, Si (gravimétricamente como molibdosilicato de quinolina), Cr (por titulación de óxido-reducción), Ti, Fe y Mn (espectrofotométricamente con H_2O_2 , 1,10-fenantrolina y KIO_4 , respectivamente), Al, Ca y Mg (por titulación complejométrica); y Na, K y Li (por fotometría de flama).

689

Distribución de coeficientes e intercambio aniónico precedido por elementos en ácido oxálico-ácido clorhídrico.
Strelow F.W.E., Weinert C.H.S.W. y Bloff Cynthia.
Analyt. Chem. 1972 44 (14) 2352-2356.

La distribución de los coeficientes obtenidos con una resina AGI-X8 (de forma Cl^- ; de 100-200 mallas) para 36 elementos en medio ácido usando ácido oxálico (0.05M y 0.25M)-HCl (de 0.1-4M) es reportada y discutida con cuidado precediendo la elución y posibles separaciones.

Por el uso de una columna (14cm x 2cm), de una resina (200-400 mallas) y de eluyentes apropiados (ácido oxálico y/o HCl). Las siguientes eluciones fueron efectuadas: (i) $Mn^{II}-Ni^{II}-V^{IV}-Nb^{V}-U^{VI}$, (ii) $Mg-Al-Ga-In$, (iii) $Co-Cu^{II}-Ti^{IV}-Mo$ y (iv) $Cu^{II}-Al$. Li, Na, K, Rb y Cs no son adsorbidos, pero pueden ser separados de los elementos multi-valentes bajo gran variedad de condiciones.

Cualquier elementos estuvo presente en una concentración entre 0.05mM y mM.

1446

Separación de litio en salmueras del mar Muerto.
por cromatografía de la gel.
Rona M. y Schmuckler G. Talanta 1973 20 (2) 237-240.

Este método fue desarrollado en conexión con la recuperación de Li, Rb y Cs de la salmuera ya procesada (obtenida de las aguas del mar Muerto por evaporación), las cuales contienen ≈ 40 p.p.m. de Li.

La muestra se coloca dentro de una columna (147cm x 3.5cm) y una resina de Bio-Gel P2 se hincha con el agua por un tiempo de 24 hrs., la elución fue conducida fuera con agua; fracciones de 10ml fueron colectados y analizados, para Li (por absorción atómica), K

y Na (por fotometría de flama) y Ca y Mg (por titulación con EDTA). Los elementos emergieron de la columna en orden:K,Na, Li,Mg,Ca y fue posible separar una fracción rica en Li y también una poca fracción de K y Na,pero no de Ca o Mg.

2121

Variación de la solubilidad y estabilidad
debido al pH en algunos iones metálicos.
Smith A.E. Analyst, Lond.,1973 98 209-212.

El trabajo descrito en la parte I (Analyt.Abstr. 1973,25,1434) ha sido extendido hacia un estudio de la estabilidad de una solución de NaCl al 0.5% conteniendo Au,Ba,Bi,In,Pd,Pt, Rh,Ru,Sb o Tl (1 o 10_μg/ml de cualquiera) o Cd o Li (0.2 o 1_μg/ml de cualquiera) a valores de pH de 1-11. Solamente el Li es estable por 24 hrs.,bajo todas las condiciones examinadas;es recomendable acidular la solución a pH de 1.5 o menos antes de ser almacenada.

136

Determinación de litio en materiales que contienen hierro.
 Vashun' Z.M. y Shevchuk T.A. Ukr.khim. Zh.
 1973 39 (6) 604-605.

Con muestras de prueba (óxidos de Fe, o ferritos o acero), con un contenido de Fe menor a 50mg, la solución (3-6M en HCl y conteniendo de 5-30 g de Li) es tratada con un volumen igual de tributil fosfato-etil eter (o CCL_4) (2:1) se elimina el Fe, y la capa acuosa se evapora más o menos a sequedad. El residuo se disuelve en 10ml de agua, la solución se trata con solución de EDTA y 1ml de glicerol, después se neutraliza y se hace la solución 2M con NaOH, y el Li es extraído con igual volumen de una solución de azo-azoxi BW en tributil fósforo- CCL_4 (1:4) (Vashun' y colaboradores en el mismo lugar 1973, 25, 43). La extracción se repite y el Li es contraextraído con 10ml de HCl-0.1M.

Si la solución de prueba ácida contiene cantidades menores de 50mg de Fe, la extracción de Fe se omite y la solución obtenida después de la evaporación y disolución del residuo es tratado con 5-10ml de glicerol (Fe enmascarado), juntos con solución de EDTA el litio se determina por fotometría de flama o espectrofotométricamente con nitroantranilazo, thoro I o arsenazo III.

1418

Comportamiento de iones de los metales alcalinos en solventes conteniendo fenol. Cromatografía en papel.
 Shukla S.K. Chromatographia 1973, 6, (8-9) 371-374.

Los aparatos y el procedimiento experimental

empleados para la cromatografía centrífuga, fueron descritos previamente (Analyt. Abstr. 1964, 11, 2071). Pequeñas porciones de solución de metales alcalinos (inclusie trazas de radios) fueron aplicadas en discos de papel (S y S 2440a, 33cm de diámetro).

El sovente, consistiendo de fenol saturado con HCl-2M, fue añadido a 3cm del centro del papel con ayuda de un atomizador de vidrio trabajando con aire comprimido. El desarrollo fue llevado fuera por 6min. con un papel rotatorio a 1200 r.p.m. Las pequeñas porciones fueron localizadas por auto-radiografía, por exploración y por rocío de un reactivo cromogénico apropiado.

El método proporciona una separación rápida de isótopos de corta vida.

1987

Diseño para cationes, basado en las propiedades de intercambio iónico de los mismos.
Machiroux R., Merciny E. y Schreiber A. Mikrochim. Acta 1973 (5) 829-840.

Después de la disolución de la muestra por tratamiento con $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{SO}_4$, los sulfuros de los metales insolubles son precipitados por calentamiento, la solución (previamente saturada con SO_2) con tioacetamida en presencia de NH_3 acuoso, y el Li, Na, K, Mg y Ca en el filtrado son separados por intercambio catiónico sobre una resina Dowex 50W (de forma H^+)

Los sulfuros precipitados son calentados con $\text{HNO}_3\text{-HCl}$ conteniendo $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$; la mezcla se evapora a sequedad y tratada con $\text{HNO}_3\text{-M}$ conteniendo NH_4Cl .

La solución se pasa completa a la resina Dowex 50W (de forma H^+) y Dowex 1 (Cl^-) que separa As, Bi, Hg, Cd, Mn, Ni, Co, Cu, Fe y Zn;

el material insoluble en HNO_3 M conteniendo Ag, Pb, Ba, Sr, Al, Cr, Sn y Sb estos metales son separados por otros caminos.

2540

Determinación de litio en soluciones de alta salinidad.
Leva G.V. y Vol khin. Zh.analit.Khim. 1973 28 (6) 1209-1211.

El litio fue separado de soluciones acuosas (pH 6) contenido/l Li^+ (11mg), NaCl (50g), MgCl_2 (20g), CaCl_2 (5g) y KCl (2g), por absorción selectiva sobre un intercambiador catiónico ISM-I (basado sobre MnO_2); el Li fue obtenido con HNO_3 de 0.1-0.2N y determinado por fotometría de flama o por el método del per-Iodato.

2608

determinación espectrográfica de impurezas en diboruro de titanio.
Degtyareva O.F., Sinitsyna L.G. y Barikhina T.A. Zh.analit.Khim. 1973 28 (6) 1164-1168.

Las impurezas de Al, As, Ba, Be, Ca, Cd, Cr, Cu, Fe, Li, Mn, Mg, Na, Ni, P, Pb, Sb, Si, Sn, V y Zn fueron determinadas simultáneamente por análisis espectroográfico con el uso de un arco trabajando a 10-amp. y c.a., un electrodo de carbón portador con una cavidad, un disco de carbón electrodo detector y un medio de dispersión espectroográfico.

Las muestras (10 partes) fueron mezcladas con polvo de carbón (1 parte) y K_2CO_3 amortiguador, conteniendo K al 6% y con Co y Ga (100 p.p.m. de cualquiera) como estándares intrínsecos; las muestras estandar fueron preparadas por mezclas de TiB_2 con óxidos, carbonatos apropiados (Li, Na) o $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$. Los límites mínimos en la determinación fueron de 1-50 p.p.m. para los elementos individuales.

127

Determinación de elementos por emisión de flama. Espectrofotometría.
Prudnikov E.D. y Shapkina Yu.S. Zh.analit. Khim., 1973, 28 (7) 1257-1261.

La capacidad de este método es ilustrada para la determinación directa de Na, K, Ca, Al, Fe, Mn, Ba, Cr, Ni, Co, Mg y Ga (\approx 0.01-20% de los elementos) en muestras estandar de rocas (1-10mg) con el uso de una flama de N_2O -acetileno; el coeficiente de variación fue del rango de 0.2-30%.

Se recomienda el uso de un ensayo en micro sobre platino, para la determinación de Li de 0.8-5p.p.m. en Fe puro, sulfato o cloruro de magnesio (\approx 5 g de muestra) en una flama de aire-acetileno.

2422

Determinación directa de trazas de elementos por emisión de flama.
Prudnikov E.D. Zh.analit. Khim., 1972 27 (11) 2129-2133.

El método esta basado en la evaporación paulatina de los elementos, abarcando así un amplio rango en la determinación de muestras por emisión de flama. Para elementos que se volatilizan rapidamente se usa una flama de aire-acetileno y un micro crisol de platino; pero es recomendable por la dificultad que estos elementos, usar una flama de N_2O -acetileno y un micro crisol de grafito. El crisol (1-1.5mm, altura 3-5mm, espesor de la pared 0.3-0.5mm, volumen 10 μ l) es conectado a una varilla de grafito-pirolitico o a un alambre de platino. Arriba de 10mg la muestra se coloca en un crisol, el cual es introducido en la flama por medio de un dispositivo rotatorio y el puso debido al elemento volátil es medido.

Los límites de detección de 0.1-a 10 partes x 10^4 (10mg) - son posibles para Na, K, Li, Rb, Cs, Ca, Sr, Ga, In, Tl, Mn, Cu, Fe, Ni, Co, Cr, Ag, Yb, Lu, Ba y Mg.

2432

Determinación espectrográfica de impurezas en fluoruro de litio de alta pureza. Znbinder, I.S.; Zakhariya, N.F. y Zhikhareva S.A. Zh. prikl. Spektrosk., 1973, 18 (4), 567-570.

Son proporcionadas las condiciones óptimas para la determinación de Cu, Mg, Al, Ti, Sn, Pb, V, Cr, Mo, Mn, Fe, Co, y Ni por combustión de una mezcla (10:1) de la muestra y en polvo de carbón. Un procedimiento es descrito - por el cual las impurezas pueden ser determinadas en concentraciones abajo de pocas p.p.m. (abajo de 0.1 p.p.m. para Mn) con un coeficiente de variación de más de 15%.

3376

Métodos de análisis de salmueras en campos petrolíferos: Berio, Calcio, Cobro, Hierro, Plomo, litio, Magnesio, Manganeso, Potasio, Sodio, Estroncio y Zinc. Fletcher, Gordon B.; y Collins, A. Gene Rep. Invest. U.S. Bur. Mines, RI 7861, 1974 16 pp.

Estos elementos son determinados con el uso de una flama de aire-acetileno (H_2O -acetileno para Ba). La concentración se determina por el método directo, está generalmente en el rango $1-10 \mu g/ml$ (0.1-0.5 μg para Mg; 0.2-1 μg para Zn; de 100-500 μg para Na). Las condiciones de operación recomendadas están tabuladas, incluyendo las longitudes de onda -- usadas y reactivos que son adicionados a la muestra, así como las pruebas hechas a los elementos. Este método está sujeto a las interferencias de los constituyentes de la mezcla de las salmueras.

Las muestras serian inicialmente pasadas a una membrana filtrante de $0.45\mu\text{m}$ y ajustando el pH a 5.5 con HCl reduciendo así al mínimo el precipitado y la absorción de los metales.

La determinación del Zn se lleva a cabo por medio de un arco de 2°H al final del corrector.

1B23

Efectos de la composición de la solución en la determinación por fotometría de flama. Bukreev Yu.F. Trudy mosh. Inst. Khim. Mashinost. 1972 (46) 102-105.

Fueron estudiados los efectos de algunos ácidos y elementos en la determinación de Li, Na, Ca y Sr por fotometría de flama y espectrofotometría de absorción atómica, siendo hechas las mediciones a 670.8nm para Li, 589.0 y 589.9 para Na 422.7 y 554.0nm para Ca y 460.8nm para Sr. Las interferencias debidas al HCl, HNO₃, HClO₄, H₂SO₄, H₃PO₄, H₃COOH y varios elementos (ejemplo Li, V, Mg en la determinación de Ca, Sr y V en la determinación de Li) son discutidos. Los efectos de Ba y Cu en la determinación de Ca por fotometría de flama también son considerados.

Se concluye que la presencia, de una solución neutra de Mg, Ca, Sr, Ba, Ag, Jd, Bi, Br, Fe, In, Ni, Al y Ti (arriba de 0.9g/l) no afecta la determinación de Ca y de Na, K, Cu y Zn (arriba de 6g/l de cualquier elemento) no afecta la determinación de Sr.

2B21

Separación de litio, sodio, berilio y de otros elementos por cromatografía de intercambio iónico en ácido nítrico-metanol. Sorelow A. E., Selnert S. H. S. P. y Galt P. H. Analytica Chim. Acta, 1974 71 (1) 123-132.

Li en Mg o Hg fue separado de Na, Be y de otros elementos por elución con HNO₃-H en metanol al 80% en columnas que contenian una resina de AG 50W-X8 sulfonada con poliestireno (60ml) (de 200-400 mallas) y equilibrada con HNO₃-0.1M y metanol al 50%. Después de la elución del Li con 500ml de

eluyente, el metanol fue eliminado por lavados de la columna con 60ml de HNO_3 0.1M, y los elementos (excepto para Pb^{II} , Bi^{III} y Na) fueron obtenidos con 300ml de HCl -3M; el Pb y el Bi fueron obtenidos con 300ml de HNO_3 -3M y el Na con 300ml de HNO_3 -M.

Los factores de separación en este sistema no son altos como en el sistema HCl -M, metanol al 80%, pero elementos semejantes como Zn, Cd, In, Pb^{II} , Bi^{III} y Fe^{III} (el cual forma complejos con el cloro) son cuantitativamente retenidos sobre la columna, junto con Na, Be, Mg, Ca, Mn^{II} , Al, Ti^{IV} y U.

Este método se ha aplicado en la determinación de trazas de Li en rocas. El Li obtenido por cromatografía de intercambio iónico es determinado por espectrofotometría de absorción atómica a 670.8nm (con flama de aire-acetileno).

5B26

Estearatos y oleatos de etanolamina como reactivos para la detección de litio.
Tyllich K. Z. analyt. Chem. 1974 272 (1) 43.

Los oleatos y estearatos de mono-di y tri-etanolamina fueron preparados por calentamiento en equilibrio con anhídrido ácido y base por un tiempo de 10min. a 40-60°, la solución (2%) de esta masa en acetona, butanol, pentanol, alcohol isobutilico o 2-etilhexanol dan un precipitado con LiCl, pero no con NaCl o KCl. El reactivo es estable por un mes.

6B29

Determinación de litio en boro por los productos de las reacciones (n, α)
Lobanov E.M., Zverev B.P. y colaboradores.
Dokl. akad. Nauk belorussk. SSR. 1973 17 (11)
1004-1006.

Un método no destructivo es descrito para la determinación de Li y boro en sólidos via reacciones nucleares

$\text{Li}(n,\alpha)^3\text{H}$ y $^{10}\text{B}(n,\alpha)^7\text{Li}$, midiendo el ^3H y las partículas α producidas.

La muestra y el estandar son colocados en la parte superior de la horizontal en el canal del reactor nuclear a 30° del eje de emisión térmica de neutrones y a 38 mm del centro de la emisión.

En la determinación de Li, el ^3H es medido (simultáneamente con la irradiación) a 2.73 Mev. por medio de un fósforo de CsI (Tl), el contador de centelleo teniendo las dimensiones tomadas conforme a la eliminación de fondo de las radiaciones β y γ y una característica crítica a 1.5 Mev. En la determinación de las partículas α (energía 1.47 Mev) el registro se hace por medio de una cámara de ionización con una característica crítica a 1 Mev. En la determinación de boro, cuando el boro y el litio están juntos, el primero que se determina es el litio (sin interferencia del boro) y después el boro.

BIBLIOGRAFIA

- 1) ANALYTICAL ABSTRACTS.
Volumen 12-28
- 2) Furman, H., Standard Methods of Chemical Analysis., Vol. 11., 6th. Ed.,
D. Van Nostrand Co., Inc., N.Y. (1962).
- 3) F.A. Cotton and G. Wilkinson., Advanced Inorganic Chemistry., 3rd. Ed.
John Wiley and Sons, Inc., N.Y. (1972)
- 4) Li, K. C. and Wang, C.Y. Tungsten., 3rd. Ed, Reinhold Publishers.,
N.Y. (1955)
- 5) R.M. Silverstein and G.C. Bassler., Spectrometric Identification
of Organic Compounds., 2nd. Ed., John Wiley and Sons, Inc., N.Y. (1967).
- 6) Brown, T.L., Adv. Organomet. Chem., Vol. 3 (1965)
- 7) Pecsok, R.L. and Shields, L.D., Modern Methods of Chemical Analysis.,
John Wiley and Sons, Inc., N.Y. (1968).
- 8) Howard A. Strobel., Instrumentación Química., Limusa Wiley. (1968).
- 9) Schoeller, W.R and Powell, A.R., The analysis of Minerals and Ores
of the rare elements., 3rd. Ed., Charles Griffin Co. London (1955).
- 10) Sienko, J.M. and Plane, A.R. Química., 7th. Ed., Aguilar España (1970).
- 11) Bell, C.F. and Lott, A.K. Un esquema Moderno de la Química
Inorgánica., Alambra España (1969)
- 12) Nakamoto, K., Infrared Spectra of Inorganic and coordination
Compounds., Wiley, N.Y. (1963)
- 13) Semat, H. FÍSICA ATOMICA Y NUCLEAR. 4th. Ed., Aguilar, España (1966).
- 14) Symposium on Alkali Metal Coolants., J. American. Soc. 1970.

