

**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO**

---

---

FACULTAD DE QUIMICA

**“QUIMICA ANALITICA DEL TUNGSTENO”**

**BLANCA SONIA ANGELES GARCIA**

**QUIMICO**

**1 9 7 5**



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  
ADQ. 1975  
FECHA  
PROC. Mt-20



QUIMICA

J U R A D O

Presidente	Prof. Carlos Kobeh H.
Vocal	" Alberto Obregón P.
Secretario	" Irma Aguilera O.
1er. Suplente	" Elvia Martínez I.
2o. Suplente	" Ma. Luisa Flores G.

INSTITUTO DE GEOLOGIA, UNAM.

SUSTENTANTE: Blanca Sonia Angeles García

ASESOR: Alberto Obregón P.

# Tabla de los Elementos

1-00797										4-017													
<b>H</b>										<b>He</b>													
1										2													
6.939		9.012										10.81		12.011		14.007		15.9994		19.00		20.18	
<b>Li</b>		<b>Be</b>										<b>B</b>		<b>C</b>		<b>N</b>		<b>O</b>		<b>F</b>		<b>Ne</b>	
3		4										5		6		7		8		9		10	
22.990		24.31										26.98		28.09		30.974		32.064		35.453		39.948	
<b>Na</b>		<b>Mg</b>										<b>Al</b>		<b>Si</b>		<b>P</b>		<b>S</b>		<b>Cl</b>		<b>Ar</b>	
11		12										13		14		15		16		17		18	
39.101		40.08		44.96		47.90		50.94		52.00		54.94		55.85		58.93		58.71		63.54		65.37	
<b>K</b>		<b>Ca</b>		<b>Sc</b>		<b>Ti</b>		<b>V</b>		<b>Cr</b>		<b>Mn</b>		<b>Fe</b>		<b>Co</b>		<b>Ni</b>		<b>Cu</b>		<b>Zn</b>	
19		20		21		22		23		24		25		26		27		28		29		30	
85.47		87.62		88.905		91.22		92.91		95.94		98		101.1		102.905		106.4		107.870		112.40	
<b>Rb</b>		<b>Sr</b>		<b>Y</b>		<b>Zr</b>		<b>Nb</b>		<b>Mo</b>		<b>Tc</b>		<b>Ru</b>		<b>Rh</b>		<b>Pd</b>		<b>Ag</b>		<b>Cd</b>	
37		38		39		40		41		42		43		44		45		46		47		48	
132.905		137.34		138.91		178.49		180.95		181.85		186.2		190.2		192.2		195.09		196.97		200.59	
<b>Cs</b>		<b>Ba</b>		<b>La</b>		<b>Hf</b>		<b>Ta</b>		<b>W</b>		<b>Re</b>		<b>Os</b>		<b>Ir</b>		<b>Pt</b>		<b>Au</b>		<b>Hg</b>	
55		56		57		72		73		74		75		76		77		78		79		80	
(223)		(226)		(227)																			
<b>Fr</b>		<b>Ra</b>		<b>Ac</b>																			
87		88		89																			

140.12	140.9	144.24	147	150.35	152.0	157.25	158.92	162.50	164.93	167.26	168.93	173.04	174.97
<b>Ce</b>	<b>Pr</b>	<b>Nd</b>	<b>Pm</b>	<b>Sm</b>	<b>Eu</b>	<b>Gd</b>	<b>Tb</b>	<b>Dy</b>	<b>Ho</b>	<b>Er</b>	<b>Tm</b>	<b>Yb</b>	<b>Lu</b>
58	59	60	61	62	63	64	65	66	67	68	69	70	71
232.04	(231)	238.03	(237)	(242)	(243)	(247)	(247)	(251)	(254)	(253)	(256)	(254)	(257)
<b>Th</b>	<b>Pa</b>	<b>U</b>	<b>Np</b>	<b>Pu</b>	<b>Am</b>	<b>Cm</b>	<b>Bk</b>	<b>Cf</b>	<b>Es</b>	<b>Fm</b>	<b>Md</b>	<b>No</b>	<b>Lw</b>
90	91	92	93	94	95	96	97	98	99	100	101	102	103

A mis padres con infinito  
cariño y agradecimiento.

Agradezco sinceramente a mi  
asesor, Ing. Alberto Obregón,  
su valiosa ayuda en la elaboraci  
ción de éste trabajo.

## INTRODUCCION

Siguiendo un modelo para formar una serie sobre el análisis de los elementos que componen la tabla periódica, se han hecho diversas monografías.

Este trabajo forma parte de dicha colección y se ha escogido al tungsteno debido a su gran importancia industrial.

La revisión se hizo en el "Analytical Abstracts" y abarca de 1962 a 1973 que era el último índice con el que se contaba en el momento de hacerla.

Se presenta una tabla por cada volumen, los números superiores de las columnas corresponden a los métodos reportados para el material citado, a continuación se adjunta una lista de concordancia entre éstos números y sus métodos.

Se revisó cada método por material, de tal manera que sólo aparecen los últimos extractos que corresponden a los métodos más recientes.



- 1 Absorción atómica
- 2 Activación de neutrones
- 3 Activación gama
- 4 Amperometría
- 5 Análisis
- 6 Catálisis
- 7 Colorimetría
- 8 Complejometría
- 9 Concentración
- 10 Conductimetría
- 11 Coulombimetría
- 12 Cromatografía
  - a) Capa fina
  - b) Columna
  - c) Gases
  - d) Papel
- 13 Detección
- 14 Determinación
- 15 Difusión gaseosa
- 16 Disolución electrolítica
- 17 Disolución isotópica
- 18 Electroforesis
- 19 Electrogravimetría
- 20 Emisión atómica
  - b) Fotoeléctrica
  - c) Ultravioleta
- 21 Espectrometría de masas
- 22 Espectroscopía
  - a) Gama
  - b) Masas
  - c) Rayos-X
- 23 Espectrofotometría
- 24 Espectrografía
  - a) Rayos-X
- 25 Extracción
- 26 Fluorimetría
- 27 Fotometría
- 28 Fuentes de error
- 29 Gasometría
- 30 Gravimetría

- 31 Intercambio iónico
- 32 Mercurimetría
- 33 Polarografía
- 34 Potenciometría
- 35 Precipitación
- 36 Radiometría
- 37 Rayos beta
- 38 Reducción
- 39 Separación
- 40 Volumetría

## GENERALIDADES

Historia :

La palabra "tungsteno" (del sueco tung, "pesado"; sten, - "piedra") fue usada probablemente primero por A. F. Cronstedt en 1775, quién la aplicó al mineral de tungstato de calcio conocido después como scheelita. En 1781 C. W. Scheele encontró que el mineral era un compuesto de cal con un ácido previamente desconocido - y que él llamó ácido túngstico. Durante el mismo año, T. Bergman concluyó que probablemente podría prepararse un metal del ácido. En 1783 dos hermanos españoles, J. J. y F. d'Elhuyar, encontraron que otro mineral, la wolframita, contenía el mismo ácido túngstico encontrado en la scheelita. Ellos fueron los primeros en producir el tungsteno metálico, reduciendo el óxido túngstico,  $WO_3$ , con carbón y lo llamaron "wolframio" de donde viene el símbolo del elemento. Estudiaron también las aleaciones del tungsteno con plomo, plata y oro. En 1820 A. Breithaup adoptó la palabra wolframita para el mineral que contenía el tungstato de fierro y manganeso.

Desde 1855 se ha usado el tungsteno como un constituyente de aleación de aceros y se han sugerido otros usos, pero el desarrollo de la química de éste elemento fue lenta al principio y hasta comienzos del siglo veinte permaneció como una curiosidad científica. La introducción del tungsteno a la industria de los aceros como una substan-

cia de aleación creó gran interés en su química, mientras que la manufactura de tungsteno dúctil y su amplio uso en lámparas incandescentes ha tenido el nombre de palabra casera.

Probablemente no hay elemento de toda la tabla periódica cuya química haya mostrado mayor desarrollo en tan corto espacio de tiempo como la ha hecho el tungsteno en los primeros veinte años del presente siglo.

Estado natural :

La cantidad estimada de tungsteno en la corteza terrestre es de aproximadamente 1.5 partes por millón (0.00015 %) ó sobre un promedio, cerca de 1.5 gramos de tungsteno por tonelada de roca. Se considera al tungsteno como un elemento raro debido a que se encuentra solamente en unos pocos minerales. Existen yaci-mientos considerables de wolframita ó scheelita en China, Corea, Burma, Japón, USA, Checoslovaquia, Rumania, Francia, Portugal, España, Bolivia, Perú y México con el 0.5 % de la producción mun-dial. En México se explotan las menas wolframita y scheelita principalmente en los estados de Sonora y Baja California y en Durango, Zacatecas y otros.

Sólo hay dos minerales de tungsteno económicamente importantes: Scheelita (tungstato de calcio,  $\text{CaWO}_4$ ), cuando está puro contiene 80.6 % de  $\text{WO}_3$ , la impureza más común es el  $\text{MoO}_3$ , la cuál no es una impureza indeseable en la manufactura de aleaciones de aceros. Los depósitos de scheelita son crystalinos, blancos, amarillos ó ro-

jizos, pero nunca oscuros; los cristales son suaves y se cortan fácilmente con un cuchillo y la gravedad específica (5.9) notablemente alta hace fácil su separación mecánica.

Wolframita, tungstato de hierro y manganeso en proporciones variables ( $\text{Fe, Mn} \text{WO}_4$ ). Las muestras varían del tungstato de hierro razonablemente puro, conocido como ferberita, al tungstato de manganeso relativamente puro, llamado hübnerita. El mineral es de forma, ya sea cristalina ó granular, siempre oscuro en color, con una tendencia al café en la hübnerita y un negro brillante en la ferberita. El mineral es bastante suave y también puede cortarse con un cuchillo. El peso específico es alrededor de 7.5, igual a la galena y mayor que la casiterita, con los cuáles está comúnmente asociado en la naturaleza.

Se encuentran otras formas de tungsteno pero usualmente más ó menos asociadas con las formas más comunes. El tungsteno ocre es el  $\text{WO}_3$  y la tungstita es su forma hidratada; la ferritungstita es un tungstato de hierro hidratado; todos estos minerales son de color amarillo canario formados por oxidación y ocurren principalmente como incrustaciones sobre depósitos de scheelita ó wolframita. También hay muestras ocasionales de powelita,  $\text{Ca}(\text{MoW})\text{O}_4$ , cuproscheelita, --  $(\text{CuCa})\text{WO}_4$ , y tungstatos de cobre y plomo.

Propiedades físicas y químicas :

El tungsteno es un elemento metálico caracterizado por su excepcional alta fuerza tensil (600 000 psi), tiene un alto punto de fusión ( $3337^{\circ}\text{C}$ ), mayor que el de cualquier otro metal; la más alta nota musical; el menor coeficiente de expansión  $4.43 \times 10^{-6}$  y puede alargarse en los más finos alambres. Hay cinco isótopos estables con números de masa 180, 182, 183, 184 y 186. Se han preparado nueve isótopos radioactivos, 176, 177, 178, 179, 181, 183, 185, 187 y 188. Los cristales de tungsteno son isométricos y por análisis de rayos-X se encontró que son cubos centrados con una constante de  $3.1652 \text{ \AA}$ . La gravedad específica del tungsteno es aproximadamente la misma que la del oro y es 19.3 en la condición reforzada. El tungsteno es paramagnético, tiene un lustre blanco-azulado a grisáceo. Su símbolo es W, su número atómico es 74 y pertenece al grupo VIa de la tabla periódica.

Químicamente el tungsteno es un metal relativamente inerte. La distribución de electrones en las órbitas incompletas (O y P) es:  $5s^2$ ,  $5p^6$ ,  $5d^4$ ,  $6s^2$ . Los compuestos que se han preparado tienen los números positivos de oxidación de 2, 3, 4, 5, y 6, éste último es el de mayor importancia. El tungsteno no se ataca por los ácidos y álcalis comunes, ni por agua regia. Reacciona con una mezcla de ácidos nítrico y fluorhídrico concentrados. El tungsteno muy finamente pulverizado se disuelve en peróxido de hidrógeno. El mejor disolvente es nitrito de potasio fundido, la reacción es casi explosiva. Incan

descendente reacciona con todos los gases, exceptuando los gases nobles helio, neón, argón, kriptón y xenón. Rápidamente forma aleaciones con los metales ferrosos, con molibdeno, torio, cromo, etc.

**Metalurgia :**

El tungsteno puede obtenerse en forma metálica por varios métodos : (1) el óxido puede reducirse con hidrógeno, carbón, zinc, aluminio ó magnesio, también por carburo de silicio, boro ó silicio; (2) reduciendo el cloruro con hidrógeno; (3) calentando el nitruro; (4) hidrólisis del cloruro doble de tungsteno y sodio. De éstos procesos solamente los dos primeros son de importancia comercial.

**Extracción :**

Hay varios métodos disponibles para la extracción del tungsteno de sus minerales, la selección depende de la naturaleza del mineral, las impurezas presentes y el propósito de la extracción. Es tos métodos pueden clasificarse como sigue :

(1) Extracción ácida, usando ya sea agua regia ó ácido fluorhídrico.

El primero es adecuado para minerales de alto grado y concentrados. El segundo se adapta a minerales de bajo grado, especialmente aquellos que contienen silicatos que puedan descomponerse.

(2) Fusión con bisulfato de potasio. Se recomienda para minerales -- que contienen cantidades considerables de estaño.

(3) Digestión con sosa cáustica que produce el tungstato de sodio solu ble, pero no es aplicable a minerales de scheelita.

(4) Los minerales de scheelita se descomponen fácilmente con ácido clorhídrico ó nítrico.

(5) Fusión con carbonato de sodio, peróxido de sodio ó hidróxido de sodio. La fusión con sosa cáustica se adapta a minerales que contie  
nen fosfatos, fluoruros ó titanio.

Usos :

El tungsteno encuentra una gran variedad de usos, los cuáles pueden clasificarse como sigue: notablmente en las industrias eléc -  
trica y electrónica, para filamentos de lámparas, contactos eléctri -  
cos, resortes para usarse a elevadas temperaturas, blancos de Ra -  
yos-X, electrodos, tubos de vacfo y termopares, y en "aleaciones -  
pesadas" compuestas aproximadamente de 90 - 5 % de W con el res -  
to de Ni y Cu ó Ni y Fe. De éstos usos el último toma la mayor can -  
tidad de tungsteno, mientras que el más conocido es en lámparas in  
candescentes. Otros usos indican las posibilidades de una demanda -  
incrementada grandemente para éste material.

El tungsteno se usa ampliamente en puntos de contacto usados en re -  
guladores de voltaje, llaves de telégrafo y artefactos similares.

Los electrodos de tungsteno son eficientes en ciertos procesos elec -  
troquímicos donde la resistencia a la corrosión es un factor impor -  
tante. Los termopares de tungsteno-molibdeno son útiles, especial -  
mente a altas temperaturas. Dan un incremento en la fuerza electro -  
motriz con una elevación de temperatura hasta de 540°C.

Las hojas de tungsteno encuentran una parte importante en la telegra -  
ffa sin alambres y en el teléfono, puesto que el metal es muy eficien -  
te para la construcción del amplificador.



El tungsteno es ampliamente conocido como filamento de lámparas incandescentes y puede decirse que la industria entera de las lámparas eléctricas depende de éste elemento.

Se han sugerido muchas aplicaciones de éste metal debido a su habilidad para resistir a los ácidos y álcalis, como cendal en máquinas centrífugas, utensilios en plantas ácidas y en instrumentos científicos que se exponen a vapores; resortes para medidores eléctricos y relojes donde sus propiedades magnéticas los hacen útiles. Se sugiere también como catalizador en la producción de amoníaco a partir de nitrógeno del aire.

Los compuestos del tungsteno se usan también para muchos propósitos diferentes. Sus sales u óxidos se usan como opacificantes en la manufactura del vidrio, mientras que la adición del metal a un lote de vidrio produce colores que varían del amarillo al naranja ó gris. El tungstato de calcio fluorescente se usa para intensificar pantallas para fotografía de Rayos-X y el tungstato de cadmio se usa para las pantallas fluorescentes para la observación visual en la práctica de Rayos-X.

Los bronce de tungsteno son usados para propósitos decorativos. Sus colores brillantes y su naturaleza química inerte hacen útiles sus compuestos.

El tungsteno tiene un marcado efecto sobre las propiedades de las aleaciones y como consecuencia se han estudiado muchas de las aleaciones del tungsteno.

El tungsteno reacciona rápidamente con Co, Ni, Fe, Pt, Ir y Mo, con mayor dificultad los hace con Ca, Mg, Zn, Cu, Al, Sn, Pb ó Mn. El efecto usual del tungsteno es incrementar la dureza y resistencia a la oxidación y corrosión.

VOLUMEN 9 1962

MATERIAL	14	2	23	16	31	24	27	37	33
	63		519	656	3053				4664
	1462		1039						
	5156		4173						
Fe			1918						
			2757						
Fe, aleaciones								4007	
Meteoritos						655			
V	108								
Rocas silíceas		5203							
		4713							
Acero	2760		1918						
Poliácidos						1885			
Aleaciones W-Ni	1465								
C, H, N y O	3670								
Impurezas						658			
						4663			
K							3184		
S	1882								
Separación					1350				
Re	657								

VOLUMEN 10 1963

MATERIAL	24a	5	24	14	27	2	23	33	34	25	35	12d	15
	2684	4136		3674 4137			1407	2589	2681		3672		
Impurezas			1784				3579						
Aleaciones	1338						135						
Fe, aleaciones	4685						2302						
Fe y Acero					5170								
Meteoritos						1785							
Minerales				2249									
Nb							1399						
Pu							1665						
Acero				4169		4173							
Ta						2685	1665						
Fe							3690						
O				3607									
Métodos pureza				2580									
Th							4138						
Mo							120						
W (VI)								5140		3582			
Cr, Mo y V											117		
V y Mo												4047	
Isótopos													4642

VOLUMEN 11 1964

MATERIAL	14	4	26	25	24	23	22a	36	2	33a	22	5
Aire	3079	4713	4845		5457			4288		5457	3504	
Per-renato				1974						1288		
Soln. de F <sup>-</sup>	3519											
Fe, aleaciones	162											
Ni						4292						
Aceros						1715	1746			156		
Mo	1713											
Nb y Ti						161						
U	1726											
C	3582											
Co y Ni				3085								
Cu						1627						
Gases	5640											
Fe	1615											
Na									5459			
Mo						2586						
Minerales												
As				3084								174
Oxidos	959											

VOLUMEN 12 1965

MATERIAL	14	4	30	7	24	40	23	2	12	21	24a	27	33	36	25	39	31	19	5
		3861					627 1159					3860	1713 4516 4517	2173		6461	2669		
Bronce de W		654		4514															
Molibdato de amonio					55														
B																			
Sulfuro de cadmio		565																	
Ferrotungsteno						685													
Fe							5168												
Ni							2236												
Mn, Ni y Ti					5014														
Acero							3316	1736											
C	5140						5168												
Gases									3730										
H, N y O	1080																		
Impurezas																			
Mo, Ti y Zr					5141					3707									
S						5142													
Trazas de metales																			
W (VI)											5767								
Ti															3291				
TiC																			5766
Aleaciones																2776			
Si																	97		96

VOLUMEN 13 1966

MATERIAL	14	5	24	12	23	2	27	33	7	37	1	10	34	31
Impurezas		4633	2337 6196	529	3394		4131						4132	
Aleaciones	2944													
Cu					2859									
Fe, aleaciones					6229									
Metales						6060								
Minerales			3548 4130											
Mo						2339	636 5519	3549						1251
Aleación Ni-W			2975											
Nb						513								
P, Si y V	2208													
Suelo									2055	513 3569				
Ta					6828									
Fosfatos y silicatos	2208										6078			
Al												637		
Fe, Ni, Cu y Co					3550									
Ni							2336							
O	5509		2844											
Sn	4147													
Elementos menores	4129													
W (VI), Mo y V	413				2331									
Zn											6078			
Soln. de F <sup>-</sup>				3393										

VOLUMEN 14 1967

MATERIAL	14	31	2	24	23	33	30	4	10	27	40	34
		1838		6758	3161	5233						6803
					6101	5389						
					6102	2540						
Fe			4713									
Rocas minerales					4677							
Plantas, Mo						2100						
Fe, Nb y W						4661						
Aceros							5411	2559				
Bronce de W	3162											
Co, Cu, Fe y Ni		4678										
F <sup>-</sup>					4681							
Ga					5390							
					6805							
Impurezas			3782	3957	3782							
Ni					1402							
O, H <sub>2</sub> O									136			
Na										4662		
Sn											138	
Ti					4663							
W (VI)		690										
Aleaciones				6799		4680	3941					
				6804								



VOLUMEN 15 1968

MATERIAL	14	5	33	23	26	33a	2	34	12c	4	24	12a	31	12d
Soln. alc-metal	3810	3750		2608	1375	1285					4545			
Minerales de Mo			5233	7629										
En mezclas de óxi- dos y TiO <sub>2</sub>	5968			1680										
Agua														
Aceros					3334									
Al y Na							3312							
F								7249						
H y O									5222					
Impurezas							5969							
Fe				5966										
K y Na							3748							
W														
Cr y Mo														
Ga, In, Mo y Tl														
Fe, Mo, Re y V														
W (VI), Mo (VI) y														
Re (VII)														
Re (VIII)														
Sn		7128											2484	
										3311		7153	3309	
												6496		3153



VOLUMEN 17 1969

MATERIAL	9	23	26	30	24	25	2	22b	8	35	12d
Aleaciones	3276	1334			2718					845	
Rocas minerales		3430	1409	2716							
Mo		846				844					
Vegetales							518				
Impurezas					154		3429	3431			
N					3286						
W (VI)									2717		711

VOLUMEN 18 1970

MATERIAL	30	1	2	22	25	31	12a	24	20a	6	34	8	27
Aleaciones	176		766						4491	3947	3946	177	
	2387		3626										
Aceros			604	2426									
Ti ó Mo					764								4402
Agua mineral			636										
Mo				1631	3098								
Nb				765									
				2382									
				3948									
Re				3103				2402					
Se			3934										
Ta				765									
Ti			2331										
Cu y Ni		2387											
F <sup>-</sup>												912	
Na y K			911										
Cr					3	3943							
Zr, Ta, Nb y Mo						889							
W- Ta					1453			2361					

VOLUMEN 19 1970

MATERIAL	14	34	17	12a	24	2	20b	22c	21	16	5	31	12
	3051 4856	1234			255			200		1214			
Mo			3024									2032	
Re, V y Mo				42									
Agua de mar					1825								
Se						3867							
Aceros						1272							
Titania						2177							
						4823							
Cs							4857						
Co y Zn					3014								
Ga					1236								
Impurezas					3876								
Ti					3826				2221				
					4855								
Metalurgia	3R										2861		
V, Zr, Ti y Mo												1021	
W (VI), Mo (VI) y													202
Re (VII)													
De metales raros												2136	

VOLUMEN 20 1971

MATERIAL	13	34	24	2	1	23	31	33	8	29	39	25	12b	7
	3597	3595	181 3621											
Polvo				4412										
Aleaciones			179 2212		1669									
Rocas minerales			221	3060		986								
Molibdenita				3021										
Mo				1647		987								
Scheelita			4522											
Silicatos							940							
Aceros					200			2897	1681					2897
Ca										2432				
C											2379			
Ga				82										
Gases												2418		
P						2407								
S						163								
Pa							3677							
Tierras raras												17		
Re												3022	3034	

VOLUMEN 21 1971

MATERIAL	7	1	I	23	17	2	32	40	12b	27	25	12a	34	24	28
	38	3140	4519	1078	3373	864	173	2553			858				
Aleaciones		223		3982		3222									
				4065		3373									
Grafito				194											
Rocas minerales	1515					2493									
Mo										846					
Mo, Re y V												3383			
Tierras raras										106					
Tungstato de sodio													36		
Silicatos		123													
Suelos	1515														
Aceros				1078											
Zr, aleaciones						3375								1125	
C														137	
C, O						3375									2491
Grado de oxidación															
Ni								1807							
Sc				969						2554					
											2498				

VOLUMEN 22 1972

MATERIAL	14	12a	7	1	2	34	24	33	39	23	31	12	25	27
Al		1439	21	2010	2262	3121				3989			126	
Cd							2130							
Mo							802							
Fe							802							
V								2261						
Ta	3866													
Minerales Nb-Ta			3104											
Mo, Re, U, V			1439											
Aleaciones	1525	28						2261	2241	4032				786
Aceros					3165					2295				
Textiles					917									
Ti							802							
Al, K y Si					3121									
Re				3992										
Tl										127				
Mo y Re									2980					
Mo y V											3972			
Mo, Nb y Zr												1441		
Otros metales											3990			
Minerales							764							



VOLUMEN 23 1972

MATERIAL	5	26	33	2	23	24a	7	22b	1	27	24	14	12d	31	25	12a	18
	1221	1425	4447	1428	3689	2984									2996		
Hidróxidos Alc-metal					3847												
Co					3719	1430											
Fe			3862														
Aleaciones Fe-W							1462										
Minerales					2822	3010		1492									
Nb			3123														
Plantas					2822												
Mo					2442								3845			1244	4511
Rubf			127														
Si			183														
Suelo					2822												
Aceros					1461				4612	3866							
Ta									3127								
Carburos																	
U ó compuestos de											3143						
Zr ó aleaciones											174						
Ca					208												
K y Na									2445								
Baños de metales									242								
Au, Sb, As, Ge, Mo													3144				
Cu, Mg, Mn y Ni													3702				
														1429			

VOLUMEN 24 1973

MATERIAL	14	27	24	24b	31	2	23	1	8	12b
.	1986	1549	25 1551 3427	1984	1429					
Hg y Zr	1434									
Fe					3469					
Minerales						127 3454				
Mo							1548			
Carburos y óxidos				1550						
U							2749			
Re							2809			
Aceros				3474						
Ti						739				
Al y Ca								1552		
Al, K y Si						2169				
Cd			3900							
Ca									783	
Cr, Co, Fe, Mn y Ni								784		
Th									128	
Cr, Fe y V										2678
Cr, Mo y V										2678
Mo y Nb					125					

VOLUMEN 25 1973

MATERIAL	5	9	19	34	23	24	2	22b	3	1	14	22a	31	25	39
Fe(OH) <sub>3</sub> , co-pptn.	1416		3622	3789	169								3068		
Ga, aleaciones		818			3066										
In, aleaciones						85									
Fe						85									
Minerales							3797	2275							
							819		820						
							821								
Nb							3775								
Nb, aleaciones										2237					
Si							2213								
Aceros							821	3086							
Sn, aleaciones						85	3087								
Mo											169		3068	1557	
Th												1C			
MnO <sub>2</sub> , co-pptn.															1509
Te y Re													2953		
Tl													3729		

655 Determinación espectroquímica de pequeñas cantidades de Mo y W en presencia de grandes cantidades de hierro.

Novikov, A. I. Zhur. anal. Khim., 1960, 15 (6), 742-745.

El tungsteno y el molibdeno se determinan espectroquímicamente en meteoritos conteniendo grandes cantidades de Fe. Procedimiento: Calentar 0.12 g de muestra con HCl (1:1) (15 ml), agregar entonces HNO<sub>3</sub> (0.5 ml) y completar la disolución. Calentar la soln. hasta humos con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 6N (10-15 ml) disolver el residuo en 30 ml de agua, ajustar la concentración a 0.45N con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y agregar H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> a una concentración de 1%. Pasar la solución a través de una columna con resina intercambiadora de iones KV-2 en una proporción de 3ml/min, lavar la resina con 180 ml de agua y evaporar los filtrados combinados a sequedad. Determinar el W y el Mo en el residuo espectroquímicamente. La reproducibilidad de los resultados es aproximadamente 12% para el Mo y aproximadamente 15% para el tungsteno. El límite de detección es  $2 \times 10^{-5}$  % para Mo y  $6 \times 10^{-4}$  % para W.

657 Co-precipitación de tungsteno con hidróxido férrico.

Pavlenko, L. I. Zhur. anal. Khim., 1960, 15 (6), 716-718.

La co-precipitación del ión tungstato con Fe(OH)<sub>3</sub> se ha estudiado usando el isótopo <sup>185</sup>W. La co-precipitación ocurre en el rango de pH de 5 a 8, pero decrece con un incremento en el pH, éste es independiente de la concentración de NH<sub>4</sub>Cl, pero incrementa con el tiempo.

de contacto entre la solución y el precipitado. Los iones per-renato no son co-precipitados por éste método, de tal manera que pueden separarse el W-y el Re.

1885 Determinación espectrográfica de molibdeno y tungsteno en trihetero poliácidos con varios átomos centrales.

Nazarova, L. V. y Dagaev, V. A. Uch. Zap. Kishinevsk Univ., 1960 56, 39-43.

Se estudió la determinación espectrográfica de Mo y W en trihetero poliácidos con As, Si ó Ge como átomos centrales. Se usaron las líneas Mo 2649.5 Å y W 2662.8 Å.

La proporción de concentración de Mo a W cambió de 4:8 a 8 : 4 para el ácido As y de 2:10 a 10:2 para los ácidos de Si y Ge. Las gráficas fueron líneas paralelas para el As y el Si, pero la pendiente de la gráfica de Ge fué diferente. La exactitud para Mo y E es casi la misma que la de los análisis químicos.

2760 Determinación volumétrica de tungsteno en acero.

Luke, C. L. Anal. Chem., 1961, 33 (13), 1964-1965.

Después de disolver la muestra, el Cr se elimina como  $\text{CrO}_2\text{Cl}_2$  y el Fe, Mo, V, Ti, Hf, Zr, Nb y Ta se precipitan con cupferrón y se extraen con cloroformo. El tungsteno no se precipita en presencia de un poco de HF y puede reducirse y titularse con solución de  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  de manera usual.

143 Determinación gravimétrica de tungsteno (VI) con ácido N-benzofenil hidroxámico.

Kaimal, V.M.R. y Shome, S.C. *Analytica chim. Acta*, 1964, 31 (3) 268-271.

A la solución muestra conteniendo aproximadamente 30 mg de W, añadir, a 80°, 10 ml de reactivo etanólico al 3%. Ajuste la acidez a 0.1 N con HCl 3N y digiera en un baño de agua hirviente, colecte entonces el precipitado y lávelo con HCl 0.06N a 60°. Seque el precipitado lavado a 115°, péselo o calcínelo a 900° y pese como óxido. En presencia de tartrato el W no se precipita de solución de HCl menos de 0.12 N y se describe un procedimiento basado en éste hecho para separar tungsteno de molibdeno, vanadio, titanio y fierro. Interfieren los fluoruros, fosfatos y el Cr (VI).

529 Detección y cromatografía en papel de ácido bórico, tetraborato de sodio y ácido bencénborónico y uso de los ácidos clorogénico y cafeico para detectar iones de boro, tungsteno, molibdeno y germanio.

Neales, T. F. *J. Chromat.*, 1964, 16 (1), 262-264.

Los tres compuestos de boro pueden separarse por cromatografía en papel, se dan los valores de  $R_F$  en 6 disolventes. Se encontró que la capa superior de butanol-ácido acético es el mejor de los disolventes usados. Las manchas se detectaron rociando sucesivamente con NaOH 0.1 M y solución de ácido clorogénico al 0.1% en acetona y se revelaron con luz ultravioleta. Ambos ácidos, clorogénico y cafeico se han

encontrado útiles para detectar los iones de boro, tungsteno, molibdeno y germanio; inversamente, tales iones pueden ser útiles para detectar fenoles polihídricos de éste tipo. Se tabulan las reacciones coloridas.

637 Determinación de menos de 10 p.p.m. de carbono en tungsteno.

Gordon, W. A.; Graab, J.W. y Turney, Z.T. Rep. atom. Energy - Commn. U.S., NASA-TN-D-2153, 1964.

En el método de combustión conductimétrica, la cantidad mínima detectable de carbono está limitada por errores introducidos por un falso blanco. También, se desconoce la exactitud del método para metales refractarios, puesto que la calibración cuantitativa está basada en las recuperaciones de carbono de muestras de acero ó de compuestos orgánicos. Estudios del control de éstas posibles fuentes de error condujeron al establecimiento de las condiciones donde la concentración de carbono de 4 p.p.m. puede determinarse con un error relativo del orden del 15 %. Esas condiciones parecen ser directamente aplicables a otros metales, incluyendo niobio, tántalo, titanio, zirconio, cromo y cobre.

1261 Separación por intercambio iónico de Re y W.

Kawabuchi, K. J. chem. Soc. Japan, Pure Chem. Sect., 1964, 85 (11) 787-789.

El Re (VII) y el W (VI), en proporciones de 1:1000 a 300:1 pueden eluirse con éxito en Resina Dowex 1-X8 con  $\text{NH}_4\text{SCN}$  - 0.5 M en  $\text{HCl}$  5M ó

NaOH 0.5M, respectivamente.

2231 Determinación espectrofotométrica de W (VI) con morina.

N. Ishibashi y H. Kohora. Japan Analyst, 1964, 13 (3), 239-244.

En medio acuoso conteniendo dimetil sulfóxido, la morina forma un complejo 2:1 con el W (VI) a pH 3-4, la máxima absorción es a  $413m\mu$  y la gráfica de calibración es rectilínea para 5-40  $m$  de W (VI) en presencia de morina 0.2 mM y 4% de dimetil sulfóxido.

2239 Determinación de molibdeno en tungsteno por análisis de activación.

H. Grosse-Ruyken y H. G. Döge. Talanta, 1965, 12 (1), 73-80.

Tan poco como 0.01 microgramos de Mo en 0.1g de muestra pueden determinarse por irradiación por 100 hr. en un flujo de aproximadamente  $10^{13}$  neutrones por  $cm^2$  por seg y midiendo la actividad del  $^{99m}Tc$  resultante de  $^{99}Mo$  después de la separación por extracción con piridina y por cromatografía por intercambio aniónico.

2944 Determinación oxidimétrica de tungsteno (10 a 95%) en aleaciones Cr-W, Cr-Ta-W, Fe-W, y Fe-W-Mo.

A.A. Fedorov. Sb. Trud. tsent. nauchno-issled. Inst. Chern. Metall., 1964, (37), 33-46; Referat. Zh., Khim., 1965, (17), Abstr. No. 17G165.

Se ha desarrollado un método para reducir W (VI) en un amplio rango de concentraciones (0.04 a 3.9g de W en 150ml de solución) a un compuesto conteniendo 40% de W (III) y 60% de W (IV), usando Zn amal-



gamado en solución acuosa conteniendo 7% de ácido sulfúrico concentrado y 13.5 de ácido fosfórico conc. por volúmen. El compuesto conteniendo el W reducido se titula con solución de  $\text{KMnO}_4$ . La determinación toma 4 a 6 hr y la exactitud no es menor que la de los métodos gravimétricos. Se recomienda el método como un método estándar para determinar W en aleaciones Cr-W, Cr-Ta-W y Mo-W, ferrotungsteno (con y sin Mo) y tungsteno metálico y en concentrados de W y sales.

3549 Determinación polarográfica de tungsteno en presencia de molibdeno.

L.S. Studenskaya y G.N. Emasheva. Trudy vses. nauchno-issled. Inst. Standarin. Obraztsov Spektr. Etalonov, 1964, 1, 18-22; Referat. Zh., Khim., 1965, (20), Abstr. No. 20G86.

Disolver 0.5 a 2 g de muestra por calentamiento en 40-80 ml de HCl (1:1), calentar al punto de ebullición, agregar 10-20 ml de  $\text{HNO}_3$  para gelatinizar el precipitado. Evaporar a sequedad; agregar 20 ml de -- HCl concentrado al residuo y separar al W más Mo de los elementos acompañantes cromatográfica ó hidrolíticamente. Procedimiento cromatográfico: Disolver el residuo en 50 a 100 ml de HCl 0.1N más -- HF 0.1N, pasar la solución a través de una columna de anionita AV-17, eluya con  $\text{HNO}_3$  7N y después de eliminar el  $\text{HNO}_3$  someta la solución a polarografía. Procedimiento hidrolítico: Añada 50 ml de HCl diluido al residuo, caliente por 1 hr., agregue 100 ml de agua caliente y caliente por una hora más. Filtre, lave el precipitado con HCl (1:1)

calcine el filtro y el precipitado en un crisol de platino, disuelva las cenizas en 10 a 45 ml de solución de NaOH al 25% y diluya a 50 ml. Añada 5 ml de solución de citrato de K al 25% a 25 ml de ésta solución, diluya a 100 ml con HCl conc. y someta a polarografía.

No hay interferencia en la determinación de 100g de W por litro causada por 25 a 75 g de Mo por litro, el Cr no interfiere si la proporción de Cr a W es menor de 1:2; el Fe (III) en una cantidad igual incrementa algo la altura de la onda para W y el Ti la disminuye; los sulfatos no interfieren, pero en presencia de fosfatos, la altura de la onda para W se reduce mucho.

5509 Determinación de oxígeno en molibdeno, tungsteno y renio por reducción con hidrógeno.

R.Geyer y K. Friedrich. Z. analyt. Chem., 1965, 210 (6), 418-423.

Las muestras (1g) son calentadas a 1200° en hidrógeno seco, y cualquier H<sub>2</sub>O se colecta en una trampa enfriada por nitrógeno líquido. El agua y una pequeña cantidad de hidrógeno son aislados en un sistema de medición de baja presión y el incremento en volumen después de la reacción del agua con CaH<sub>2</sub> se mide. Los valores blanco están en el orden de 5 a 10 microgramos de oxígeno y para muestras conteniendo 60 a 5000 p.p.m. de oxígeno el coeficiente de variación es aproximadamente 2.5%.

6229 Determinación simultánea de molibdeno y tungsteno en aleaciones de fierro con toluén-3,4-ditiol.

K. Kawabuchi. Japan Analyst, 1965, 14 (1), 52-56.

El molibdeno sexavalente y el W, Cu (II), Sn (IV) y Fe (III) son adsorbidos en un medio  $H_2SO_4 - H_3PO_4$  por la resina intercambiadora aniónica Dowex 1-X8 (forma  $SCN^-$ ) y de éste modo son separados del Cr, Mn y Ni. El Sb (III) y el Bi son adsorbidos pero pueden eluírse en la columna con  $H_2SO_4 - N$  (70 ml). El Mo, W y Sn se eluyen con NaCl - 0.5 M conteniendo NaOH 0.5 M, el eluyente se trata con toluén-3,4-ditiol y se extrae con acetato de butilo. El Sn permanece en la fase acuosa y el Mo y el W se determinan midiendo la extinción del extracto a 610 y 660  $m\mu$ , respectivamente.

2100 Determinación polarográfica de Mo y W en materia vegetal.

Nangniot, P. Colln Czech. chem. Commun., 1965, 30 (12), 4070-4077.

El método está basado en la extracción específica en cloroformo de los complejos de los dos metales con ditiol a varias concentraciones de ácido ( $H_2SO_4$  9N-14N para Mo y  $H_2SO_4$  0.5 a 2N para W). Ambos elementos se determinan entonces por las técnicas polarográficas convencionales.

2540 Determinación polarográfica de pequeñas cantidades de tungsteno.

Bock, R. y Bockholt, B. Z. analyt. Chem., 1966, 216 (1), 21-29.

Se recomiendan dos electrolitos basales para esta determinación, el primero es 9 a 10M en  $HClO_4$  y 0.6 a 0.7M en ácido tartárico y el segundo es 9 a 10M en HCl, 0.3M en ácido tartárico (0.01 M en ácido cítrico) y contiene 0.01 % de gelatina. Los valores de  $E_{1/2}$  para W son a -0.60 y -0.63 V, respectivamente, vs el E.C.E. El primer electrolito se recomienda para concentraciones menores de 20 microgramos de W/ml; para 20 a 100 microgramos de W/ml debe usarse el segundo electrolito.

2559 Titulación amperométrica de Mo y W en una sola muestra de acero de alta aleación.

Bogovina, V. I.; Novak, V. P. y Mal'tsev. Zh. analit. Khim., 1965, 20 (9), 951-954.

La determinación involucra la separación de W por hidrólisis con ácido en presencia de gelatina. El precipitado se disuelve en solución de NaOH y se titula amperométricamente con solución buffer de acetato de pH 4.5, con solución de  $Pb(NO_3)_2$  (electrodo indicador de Pt y E.C.E.). El filtrado que permanece después de eliminar el W se trata con Fe (II) para reducir el Cr (IV) y el V (V), se precipitan entonces los hidróxidos y se filtran; el Mo en el filtrado se titula amperométricamente con solución de 8-mercaptoquinoleína. Para más del 5 % de W y Mo en 0.2 a 0.5 g de muestra, el error relativo fué de aproximadamente 3.5 % para cada elemento. Si no se desea determinar W, se omite la hidrólisis inicial y el Mo se titula después de la precipitación de los hidróxidos como se describe anteriormente, en presencia de ácido fosfórico para enmascarar al W.

4461 Incremento en la sensibilidad de la determinación de niobio, titanio, tungsteno y fierro cuando están presentes juntos en una solución basal de ácido fosfórico por polarografía.

Kurbatov, D. I. y Nikitina, G. A. Trudy Inst. Khim., Sverdlovsk, - 1966, (10), 51-56; Referat. Zh., Khim., 1966, (20), Abstr.No. 20G60.

Puede usarse oscilopolarografía para determinar Nb, Ti, W y Fe en ácido fosfórico (2:1) que es más diluido que el usado en el método clásico de polarografía, facilitando la sensibilidad de la determinación e incrementándola considerablemente. Bajo esas condiciones la concen

tracción mínima determinable (M) es : Nb,  $2 \times 10^{-5}$ ; W  $3 \times 10^{-5}$ ; Fe , -  
 $6 \times 10^{-7}$  y Ti  $4 \times 10^{-7}$ . De  $10^{-5}$  a  $10^{-6}$  g-ión de éstos elementos por-  
litro pueden determinarse en Ta metálico y sus compuestos sin elimi-  
nación de la base.

1680 Determinación de tungsteno en agua natural y de desecho.

N.A. Polykovskaya, Gig. Sanit., 1967, (2), 50-52; Referat. Zh., Khim 19GD, 1967, (13), Abstr. No. 13G176.

A 1 ml de agua de desecho ó 20-30 ml de agua natural, añadir 2 ml de solución de NaOH al 10 % y solución de KSCN al 50 %, 30 ml de HCl (1:1) y 10 gotas de reactivo de Ti (III) recientemente preparado [1 vol de soln. de  $Ti_2(SO_4)_3$  más 9 volúmenes de HCl (1:1)] para reducir al W (VI) a W (V) y diluir a 50 ml con HCl (1:1). Después de 10 min. medir la extinción (filtro azul) y calcular el contenido de W en una gráfica de calibración obtenida análogamente con una solución conteniendo más de 0.1 p. p. m. de W. La sensibilidad (0.01 p. p. m. de W) puede mejorarse por un factor de 10 extrayendo el complejo W-SCN con éter etílico y midiendo la extinción del extracto.

3311 Posibles usos de los complejos metálicos de tiocianato de diantipirinilmetano para la determinación amperométrica de ciertos elementos.  
V.P. Zhivopistev y G. A. Sadakov. Uchen. Zap. permsk. Univ., 1966, (141), 174-178.

Esta determinación amperométrica de W (VI) y Mo (VI) está basada en la precipitación de los complejos de tiocianato del W y Mo con diantipirinilmetano. La titulación se lleva a cabo con diantipirinilmetano 0.02 M en una solución basal de  $H_2SO_4$  2N a 3N conteniendo más del 5 % de  $SCN^-$ , de la corriente producida por reducción del metal sobre un

electrodo de Hg a  $-1.2V$  vs. el E.C.E. Para prevenir la precipitación del ácido tungstico ó molibdico, la solución se acidifica antes de la adición del  $NH_4SCN$ . Para Mo, la titulación debe llevarse a cabo inmediatamente después de la adición del tiocianato.

3333 Separación por intercambio iónico y determinación fluorimétrica de tungsteno en acero.

R.S. Bottei y A. Trusk. *Analytica chim. Acta*, 1967, 37 (3), 409-412

La muestra se trata con HCl más  $HNO_3$ , se agrega formaldehído para reducir el Cr (VI) a Cr (III) y la porción soluble se aplica a una columna de resina de intercambio iónico Dowex 50W-X4 (forma Na). La porción insoluble (conteniendo W) se disuelve en NaOH-M y se aplica a la misma columna, el filtrado conteniendo  $WO_4^{2-}$  y otros aniones, se neutraliza a la fenolftalefina, se trata entonces con 3-hidroxiflavona y solución buffer de pH 4 y se somete a fluorimetría como se describe previamente (*Analyt. Abstr.*, 1964, 11, 4845). El Mo y el V interfieren cuando sus proporciones respecto al W son mayores de 4:1 y mayores de 2:1, respectivamente.

3910 Variamina azul B (C.I. Componente azoico diazo 35) como reactivo gravimétrico. Determinación de tungsteno.

L. Erdey, I. Buzás y K. Vigh. *Talanta*, 1967, 14 (4), 515-519.

El W (40 a 200 mg) puede precipitarse cuantitativamente con una solución acuosa de pH 5 por una solución de azul de variamina al 1% en ácido acético.



El precipitado se colecta en papel filtro y se calcina a peso constante a más de 600° y se pesa como  $WO_3$ . Para 92.4 mg de precipitado, el coeficiente de variabilidad fué 0.2 % (6 determinaciones). Los iones metálicos pesados, agentes oxidantes tales como Fe (III), Cr (IV), y Ce (IV) interfieren; el Fe (III) puede enmascarse con EDTA ó reducirse con ácido ascórbico, pero el Mo debe separarse antes de precipitar el W. El procedimiento se ha aplicado al análisis de acero.

6496 Separación de 1-ditionaftoatos metálicos por cromatografía en placa fina sobre gibsita.

R. K. Buman, M. D. Gertner y R. E. Buman. Uchen. Zap. latv. gos. Univ., 1967, 88, 103-105.

Los 1-ditionaftoatos del Mo, W, Ga, In y Tl fueron separados uno de otro sobre gibsita con tolueno-heptano (1:4 ó 1:6) como disolvente. El ácido 1-ditionaftoico ó una de sus sales solubles se recomienda como reactivo para los 1-ditionaftoatos metálicos. Entre mayor sea el contenido del componente más polar en el disolvente, mayores son los valores de  $R_f$  de los 1-ditionaftoatos.

- 128 Determinación de nitrógeno combinado en polvo de tungsteno metálico.  
Awashi, S. P.; Sahasranaman, S. y Sundaresan, M. *Analyst. Lond.*,  
1967, 92, 650-652.

La muestra, 0.5 g se trata con 2 ml de HCl (1:1) y 10 ml de  $H_2O_2$  ac. - al 30 % en un vaso cubierto enfriado con agua de hielo. Después de que ha cesado la reacción, la mezcla se calienta sobre un baño de agua a más de  $60^{\circ}$  para completar la disolución. El  $H_2O_2$  se elimina entonces calentando la solución lentamente sobre una parrilla. Una solución blanco se trata similarmente. La solución se trata con 60 % de NaOH ac. y el  $NH_3$  liberado se destila, se colecta en agua y se determina espectrofotométricamente a 400 nm con reactivo de Nessler. El coeficiente de variación (5 a 7 determinaciones) fue 5.3 % a 75 p. p. m. y 8 % a 30 p. p. m.

- 130 Acido benzohidroxámico como reactivo de extracción para tungsteno.  
Poluéktova, E. N. y Nazarenko, V. A. *Zh. analit. Khim.*, 22 (4), --  
746-750.

En un medio 1-6N en HCl, el W (VI) forma con el ácido benzohidroxámico un complejo 1:2 que puede extraerse en ciertos disolventes orgánicos, preferentemente alcohol isobutílico-cloroformo (1:1). El coeficiente de extinción molar es 6500 a 290 nm y la ley de Beer se obedece para 2 a 20 microgramos de W/ml. Se describe un método para determinar tungsteno presente como impureza en vanadio metálico y sus sales, está basado en la separación del W como hidroxamato y subse

cuenta determinación fotométrica de W con salicil fluorona; el ácido ascórbico usado para reducir V (V) a V (IV) no interfiere con la separación del W. Si hay Nb, Ta y Sb presentes deben enmascararse con  $\text{NH}_4\text{F}$  y el Sn, Mo y Fe con ácido mercaptoacético. La sensibilidad es 2 p.p.m. y para 2 a 10 microgramos de W el error relativo fue menor del 10 %.

1758 Separación por cromatografía en columna de niobio, tántalo, molibdeno y tungsteno.

Fritz, J. S. y Dahmer, L.D. *Analyt. Chem.*, 1968, 40 (1), 20-23.

Basados en las mediciones de los radios de distribución para la extracción de cantidades en mg de Nb (V), Ta, Mo (VI) y W (VI) en isobutilmetil-cetona (I) de varias mezclas acuosas de HCl y HF, se describe un procedimiento para la separación de esos elementos sobre una columna (16 cm X 26 cm X 1.2 cm) de I-impregnada Teflón-6 (70 a 170 mallas). La elución secuencial a aproximadamente 0.6 ml/min (aproximadamente 2 ml/min para Ta) con eluyentes de diferente composición (HCl-HF,  $\text{H}_2\text{O}_2$  ac. y HCl-HF- $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) y con I permite la separación de Nb, y Ta, Mo y W; W, Mo y Nb ó los cuatro elementos de cada uno. Las principales recuperaciones son 99.3 % con una desviación estándar de aproximadamente 0.8 %.

1859 Micro-determinación catalítica de tungsteno.

Hadjioannou, T. P. y Valkana, C. G. *Hém. Hron.*, 1967, 32, (9), 89-95.

El método está basado en la reacción catalizada por W, de  $H_2O_2$  con  $I^-$  para formar  $I_3^-$ . El tiempo requerido para la formación de una cierta cantidad de  $I_3^-$  está directamente relacionada con la concentración de tungsteno. Los mejores resultados, 0.5 mM- $H_2O_2$  y mM- KI son usados para determinar 0.5 a 3 microgramos de tungsteno a 1-2 % con un tiempo de reacción de 20 a 100 seg. Se estudió la interferencia por otros iones; las cantidades máximas que causan error menor del 5 % se determinaron.

2450 Extracción de los complejos de 8-hidroxiquinolina de elementos trazas de soluciones de tungsteno.

Green, T. E. Rep. Invest. U.S. Bur. Mines, RI 7072, 1968. 17 pp. Se investigó la determinación de trazas de Al, Ca, Co, Cu, Fe, Pb, Mg, Mn, Ni y Zn en tungsteno de alta pureza. Después de la pre-concentración de los complejos de la 8-hidroxiquinolina (I) por extracción con  $CHCl_3$ , los metales trazas fueron determinados por espectrografía de rayos-X y métodos de absorción atómica. La distribución de I entre las fases acuosa y  $CHCl_3$  se afecta marcadamente por la presencia de aproximadamente 10g de tungsteno en la fase acuosa, con reducción consecuente en la eficiencia de la titulación de los complejos I de otros metales. La eficiencia de extracción para Zn depende de la cantidad de Zn u otros metales extractables presentes. Si la cantidad total de metales trazas es solamente unos pocos mg, el Co, Cu, Fe, Mn y Ni pueden extraerse de la solución conteniendo aproximadamente 10 g de tungsteno y determinando, después de la destrucción

del exceso de I, por cromatografía en papel y espectrografía de rayos X. Para la determinación de los elementos trazas por absorción atómica, el  $\text{CHCl}_3$  debe eliminarse por evaporación y los complejos del metal extraído y exceso de I se disuelven entonces en HCl diluido. Los métodos para la pre-concentración de elementos trazas de W por intercambio y extracción con ditizona son más simples y más exactos que los basados en la extracción de los complejos I, lo cual, por lo tanto no se recomienda.

3006 Reducción electroquímica de tungsteno (VI) en presencia de ácido oxálico.

Kulev, I. I. y Speranskaya, E. F. Zh. analit. Khim., 1967, 22 (9) 1371-1377.

Se estudió la reducción, llevada a cabo con amalgama de cadmio, en medio HCl 1-10N ó  $\text{H}_2\text{SO}_4$  a potenciales correspondiendo a la corriente limitante de la onda polarográfica. La proporción de reducción fue influenciada por la concentración del HCl ó  $\text{H}_2\text{SO}_4$  y del ácido oxálico (0.4N ó 0.2N), la concentración de tungsteno y la temperatura.

La onda polarográfica (a -0.6 a -0.9V vs. el E.C.E.) que corresponde a la reducción directa de W (VI) a W (III). De acuerdo a esta reducción se libera H. El tungsteno azul se forma como un subproducto si la concentración de HCl ó  $\text{H}_2\text{SO}_4$  es 1 a 5N, se discute la razón de esto.

140 Método por diferencia fotométrica para determinar tántalo con violeta de metilo.

Dobnika, B. M. y Zubynina, K. B. Zh. analit. Khim., 1967, 22 (10), 1510-1513.

Se presenta una descripción de una variante de un método de extracción fotométrica basado en la medición de la extinción a aproximadamente 584 nm del complejo violeta de metilo-fluorotántalo en medio benceno-acetona; se usa una solución amoniacal de  $\text{Cu}^{2+}$  para comparar. El uso del método de diferencia permite que el límite superior de concentración detectable se incremente de 40 a 400 microgramos de Ta por 15 ml. Para muestras de pentóxido de niobio conteniendo aproximadamente 5 % de  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ , el coeficiente de variación fue menor del 2 %.

154 Métodos espectrales y espectroquímicos para la determinación de impurezas en tungsteno.

Tarasevich, N. I., Zheznova, A. A., et. al. Vest. mosk. gas. univ. Ser. Khim., 1968 (1), 85-89.

La determinación espectrográfica directa de Cu, Ni, Co, Fe y Cr en trióxido de tungsteno se lleva a cabo usando una mezcla de muestra 1:1 con carbón en polvo (150 mg), colocada en una cavidad del electrodo inferior y un electrodo superior en forma de cono. Las líneas analíticas ( $A^0$ ) son Fe 2599.4, Cu 2766.37, Cr 2843.25, Ni 3050.8 y Co 2424.9. Las gráficas de calibración son rectilíneas para las im-

purezas nombradas en el rango de concentración de 1 a 100 p. p. m. La sensibilidad del método para Cu y Cr es 0.1 p. p. m. y para Fe, Ni y Co es 1 p. p. m. Para la determinación espectroquímica de impurezas (Cu, Ni, Co y Cd) en ácido tungstico, en el rango de concentración de 0.1 a 1 p. p. m., es necesaria alguna concentración preliminar de las impurezas. Esto se consigue extrayendo 50 ml de una solución amoniacal acuosa de 3.0 g de ácido tungstico a pH 8 ó para Cd pH 9. Para prevenir la oxidación del Co (II) y con solución de metales trivalentes, se agrega hidrocioruro de hidracina (1g), el pH de la solución se ajusta a 8 por adición de HCl (1:1) y el volumen se lleva a 50 ml con agua. La solución se extrae con 5 ml de ditizona 0.58M en cloroformo por 2 min., seguida por dos extracciones adicionales con ditizona 0.03M en cloroformo. Las capas orgánicas separadas se evaporan a sequedad con 25 mg de polvo de carbono, después se agrega 1 % de NaCl y el residuo después de la evaporación se analiza espectrográficamente con las líneas ( $\overset{\circ}{A}$ ) de: Cu 3247.54 ó 3273.96, Ni 3050.82, Co 3044.02 y Cd 2288.00. El error relativo es aproximadamente 30 %.

- 518 Determinación de molibdeno y tungsteno en plantas por activación de neutrones. Método radioquímico adaptado para vegetales ricos en Ca. Neuburger, M. y Fourcy, A. J. radioanalyt. Chem., 1968, 1, 289-296.

La muestra (150 a 200 mg) se calcina en una celda Tra cerlab LTA

600 por 5 a 7 horas a aproximadamente  $100^{\circ}$  en 0-1 torr. Después de la irradiación en un flujo de neutrones de alrededor de  $2 \times 10^{13}$  neutrones por  $\text{cm}^2$  por segundo por 15 hrs y "enfriando" por 6 horas, la ceniza se trata con  $\text{H}_3\text{BO}_3$  0.9 N, Mo y W ordinarios y HF 0.6 M en solución de  $\text{H}_2\text{O}_2$ , se agregan entonces unas gotas de HCl y la mezcla se evapora a sequedad. El residuo se disuelve en solución acuosa de HF y se aplica a una columna Dowex 1-X 10 (200 a 400 mallas). - Las mezclas de HCl y HF se usan como eluyentes y se mide la radioactividad del Mo 48 horas después de la separación para permitir la obtención del equilibrio entre  $^{90}\text{Mo}$  y  $^{99\text{m}}\text{Tc}$ , el Sn contaminante de ésta fracción se elimina después de evaporar con 10 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  6N y 10 ml de acetilacetona-cloroformo (1:1).

711 Separación rápida de Ti (IV), As (III), W (VI) y Au (III) de numerosos iones metálicos y de Fe-Al-Ti por cromatografía en papel.

Qureschi, M. y Khan, F. J. Chromat., 1968, 34 (2), 222-236.

Se tabulan los valores de  $R_f$  de un gran número de cationes, obtenidos por desarrollo ascendente sobre papel Whatman No. 1 con varios disolventes. La separación de Ti (IV) de otras 32 especies se obtuvo en una hora a  $29^{\circ}$  con ácido fórmico-HCl-acetona (3:5:2) como disolvente y ácido cromotrópico al 5 % como reactivo colorido. La separación de As (III), W (VI) y Au (III) de numerosos cationes se describe ampliamente, así como también la separación de Fe (III), Al y Ti (IV) de cada uno con ácido fórmico- HCl-acetona (3:4:3).



845 Efecto de los reactivos orgánicos en la precipitación de tungsteno en forma de ácido tungstico.

Golubtsova, Z. G.; Lebedeva, L. I. y Likhareva, T. P. Vest. Lenin gr. gos. Univ., Ser. Fiz. Khim., 1968, 2(10), 129-132.

La cantidad de  $H_2WO_4$  precipitado de una solución caliente de  $HNO_3$  - conteniendo Mo se reduce introduciendo un disolvente que contenga OH (propanol, etanediol ó glicerol) y un efecto similar se produce si a la solución conteniendo solamente tungsteno se le añade 10-50 % (v/v) de propanol.

2716 Método gravimétrico rápido para la estimación de tungsteno en minerales y minerales libres de estaño, niobio y tántalo.

Roy, A. K.; Syamalarao, K. y Bhattacharyya, N. B. Indian J. Technol, 1968, 6(6), 185-186.

Por el método descrito se efectúa la precipitación cuantitativa de ácido tungstico del complejo tartrato sin el uso de cinconina incluso en presencia de Na y K. Funda la muestra (0.2 a 1 g) con 5 a 6 veces su peso de  $K_2CO_3$  hasta que no haya partículas negras. Enfríe y saque el fundido en ácido tartárico 0.5M (40 ml). Caliente, filtre, lave el filtro con agua caliente y evapore el filtrado a 25 ml. Agregue  $HNO_3$  conc. (2 X 20 ml) caliente poco antes del punto de ebullición hasta que el complejo tartrato se descomponga y el volúmen se reduzca de 10 a 20 ml. Diluya a 50 ml y deje asentar el precipitado durante el calentamiento sobre una parrilla. Colecte y lave el precipitado hasta que es-

té libre de sulfatos, calcínelo entonces a 750<sup>o</sup> y caliente el residuo - con HF en presencia de Sn, Nb ó Ta; el Pb, Mo, Bi, Sb, SiO<sub>2</sub> y P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> no co-precipitan. En presencia de Sn, el cuál se co-precipita, a la - cantidad del 5 % del original presente en la muestra; determine el Sn separadamente con ditiol después de la separación por destilación y - corrija el peso del WO<sub>3</sub>. Los resultados coinciden con los del método gravimétrico convencional y el método colorimétrico para muestras - de wolframita y scheelita.

2717 Determinación de tungsteno (VI) por titulación del exceso de Fe (III) a ñadido con EDTA en presencia de ácido sulfosalicílico.

Crisan, I. A. y Pricop, D. C. Studia Univ. Babeş-Bolyai', Ser. Chem 1968, 13 (2), 27-28.

Bajo las condiciones especificadas, el precipitado amarillo pálido formado ( en el cuál la proporción de W<sup>VI</sup> a Fe<sup>III</sup> es 3:2) es suficientemen te estable y no requiere separación antes de la titulación de Fe (III) - no consumido en la solución sobrenadante. Procedimiento : Diluya la solución muestra a pH 8, conteniendo 16 a 70 mg de WO<sub>3</sub>, a 70-80 ml con agua, caliente al punto de ebullición y añada gota a gota, con agi tación FeCl<sub>3</sub> 0.02M (pH 1) en exceso. Deje enfriar la solución a 40- 50<sup>o</sup> y titule el exceso de Fe (III) con EDTA 0.02M en presencia de 3 ó 4 gotas de ácido sulfosalicílico acuoso al 5 %. Los errores sobre el - rango de concentración decrecen de 0.75 a 0.45 %.

3276 Concentración de elementos por adsorción sobre resinas fenol-formaldehído.

Myasoedova, G. V. y Bol'shakova, L. I.

La resina pirogalol-formaldehído es adecuada para concentración de Be, Ga, Sn, Ti, Mn, Th, U, Zr, Hf y Nb y (de medio fuertemente ácido) de Ge, Ta y W; la cantidad de adsorción es usualmente mayor del 90 %. La resina catecol-formaldehído también exhibe adsorción similar hacia los elementos mencionados, excepto para Ge, Zr, Hf, Ta y Nb. Para concentrar 0,1 g de elemento de 100 ml de solución, se usa 0.1 g de resina, siendo la duración de su contacto con la solución de 0.5 a 1 hora. Se describe la preparación de las resinas. Son adecuadas las resinas de formaldehído y resorcinol.

3429 (Separación, procedimiento para) determinación de impurezas en molibdeno y tungsteno por análisis de activación.

Döge, H. G. y Grosse-Ruyken, H. Isotopenpraxis, 1968, 4 (7), 262-268.

Una mezcla de 0.1 g se irradia por 250 hr. en un flujo de neutrones de aproximadamente  $2 \times 10^{13}$  neutrones por  $\text{cm}^2$  por seg. Los elementos P, Co, Cr, Fe, Zr, Hf, Ta y Th se separan entonces por precipitación y por cromatografía de intercambio iónico, para subsecuente determinación radiométrica. Los límites de detección fluctúan de 0.01 a 0.5 p.p.m.

3430 Determinación espectrofotométrica Ultravioleta de tungsteno como ácido peroxotúngstico.

Parker, G. A. y Boltz, D. F. *Analyt. Lett.*, 1968, (11), 679-686.

A una solución conteniendo  $\text{WO}_4^{2-}$  se le agregó  $\text{H}_2\text{SO}_4$  conc. y soln.  $\text{H}_2\text{O}_2$  al 3 % y la mezcla se mantuvo a  $40^\circ$  por 30 min. Se midió la extinción a 262 nm. La concentración óptima de W para éste método está entre 50 y 160 p. p. m. La longitud de onda y la intensidad de la absorción dependen de la concentración de  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Si se usa  $\text{HClO}_4$  ó  $\text{H}_3\text{PO}_4$  como medio ácido, no se obedece la ley de Beer. Hay muchas razones interferentes. El coeficiente de variación para 18 determinaciones de 100 p. p. m. de W fué 2.7 %.

766 Análisis por activación para cromo, silicio (oxígeno), níquel y tungsteno en aleaciones, con un generador de neutrones.

Barwinski, A.; Buckez, A., et al. Isotopenpraxis, 1968, 4(1), 15-19.

Para determinar 41 a 50 % de Si, más del 2 % de O y 13 a 31 % de Cr, coloque la muestra en un recipiente cilíndrico de 6 ml, active por 10 seg en un generador con un flujo de neutrones de aproximadamente 10<sup>9</sup> neutrones por seg y transfiera la muestra a un scintilador con un cristal de NaI (Tl). Sobre las bases de las reacciones  $^{16}\text{O} (n, p) ^{16}\text{N}$  y  $^{28}\text{Si} (n, p) ^{28}\text{Al}$  miden O y Si después de 6 y 90 seg, respectivamente, en un analizador de un solo canal por un minuto. Sobre las bases de la reacción  $^{52}\text{Cr} (n, p) ^{52}\text{V}$ , mide Cr después de 3 min en un analizador de 400 canales por min. Determine Ni sobre la base de las reacciones  $^{58}\text{Ni} (n, 2n) ^{57}\text{Ni}$  y  $^{58}\text{Ni} (n, p) ^{58}\text{Co}$  activando por 10 min y después de 18 hrs. medir en 23 a 27 canales (0.46 a 0.54 MeV). Para determinar tungsteno active con neutrones de una fuente de Ra-Be de 0.24 Curie por 42 hrs. y después 10 min a 2 hrs, medir la actividad por 20 min. El error relativo para la determinación de tungsteno es 4.2 % y para otros elementos es 3 %.

912 Determinación directa de fluoruro en molibdeno, renio y tungsteno.

Raby, B.A. Rep. Univ. Calif. Rad. Lab., No. 50522, 1968.

La muestra se funde con  $\text{NaNO}_3$  y  $\text{NaOH}$  en un crisol de platino y el

Los mejores resultados se obtuvieron con metanol-HCl 3M (7:3) ó metanol -NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub> M- NH<sub>3</sub> ac. 3M. (14:5:1) como disolvente. Las manchas se localizan rociando con aproximadamente 0.2 % de tolueno-3,4-ditíol en NaOH 0.25M, después con HCl conc.; las sensibilidades (microgramos) son - 2 para Re (manchas amarillo-verdosas), - 1.5 para W (mancha azul) y 0.1 para Mo (mancha verde).

3946 Determinación de tungsteno por titulación acidimétrica.

Sinclair, A.G. Talanta, 1969, 16 (3), 459-461.

En presencia de H<sup>-</sup>, los iones tungstato forman un complejo azul con manitol. Se describe la determinación de cantidades de W mayores de 2.2 milimoles con un coeficiente de variación menor del 0.1 %. Las especies que absorben H<sup>-</sup> a pH 5.5-8.5 (p.ej. CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, NH<sub>3</sub>) interfieren. El tungstato de sodio (0.1M) (25 ml) en H<sub>2</sub>O (25 ml) con manitol (10 g) puede titularse potenciométricamente con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.1 N. Una gota bien marcada se ve cuando se ha añadido un protón por ión tungstato. Las titulaciones visuales también son posibles.

3947 Nueva reacción catalítica para la determinación de tungsteno (VI).

Omarova, E. S.; Speranskaya, E. F. y Kozlovskii, M. T. Zh. analit. Khim., 1968, 23 (12), 1826-1828.

La determinación propuesta está basada en el efecto catalítico del W (VI) sobre la reducción del azul básico K por Ti (III). Hay una relación rectilínea entre la proporción de reacción (medida espectrofotométricamente a 445 nm) y la concentración de W.

terminó aproximadamente 1 mg de cada elemento por ml, el error fue menor del 0.5 %. Los métodos son adecuados para el análisis de aleaciones binarias y mezclas de sales conteniendo ambos elementos en cantidades similares.

2387 Análisis de aleación tungsteno-cobalto.

Payuste, O. Yu. Sub. nauchno-tekh. Statei, Proektno-teckhnol. nau chno-issled. Inst. Tallin, 1968, (8), 177-183.

El W se determina gravimétricamente como  $WO_3$  después de disolver la muestra en una mezcla 3:1 de HCl (1:1) y  $HNO_3$  (1:1), agregando -gelatina y purificando el  $WO_3$  por fusión con  $Na_2CO_3$  a  $900^\circ$  por 10 a 20 min. Los hidróxidos de Fe, Cr, y Ti son precipitados del filtrado por una suspensión de ZnO, la solución remanente se acidifica con --HCl y el Co se precipita con 1-nitroso, 2-naftol y se pesa como  $Co_3O_4$ . El Ti se precipita con cupferrón de solución de  $H_2SO_4$ , el precipitado se calcina y se funde con  $K_2S_2O_7$  y se determina fotométricamente por reacción con  $H_2O_2$ . El Si se determina gravimétricamente como  $SiO_2$  después de disolver el  $WO_3$  del precipitado más  $SiO_2$  con  $NH_3$  diluido acuoso.

2404 Separación de Re, W y Mo por cromatografía en placa fina.

Kuroda, R.; Kawabuchi, K. e Ito, T. Talanta, 1968, 15 (12), 1486-1488.

El Re (VII), W (VI) y Mo (VI) pueden separarse por cromatografía en placa fina sobre una capa de sílica gel de 0.25 mm.

fundido se disuelve en agua. Los fluoruros se separan de los metales en una columna Dowex 1-X8 y se eluye con NaCl 0.5M. Los fluoruros se determinan en el eluyente con un electrodo sensible al F<sup>-</sup>. Alternativamente, cuando solo hay Mo y/o W presentes, los F<sup>-</sup> en la solución del fundido se miden sin separación preliminar del metal. Estos procedimientos pueden usarse para determinar 1 microgramo a 1 mg de F<sup>-</sup> en una muestra de 1g, con un coeficiente de variación de aproximadamente 2 %.

2382 Estudio espectrofotométrico de soluciones de los complejos del Mo (VI) y tungsteno (VI) con catecol en presencia de EDTA.

Busev, A. I. y Sokolova, T. A. Zh. analit. Khim., 1968, 23 (9), - 1348-1354.

En los intentos para desarrollar un método para la determinación de Mo en presencia de W (y viceversa), se demostró que el EDTA podría usarse para enmascarar 1 a 5 mg de Mo (VI) en 25 ml de solución -- prueba (pH 5.2 a 5.5, 27 mM en EDTA y 36 mM en catecol), permitiendo así la determinación espectrofotométrica de W a 350 ó 370 nm. Los métodos involucran el uso de una gráfica de calibración y se describe la diferencia de espectrofotometría, se han aplicado también a mezclas de Na<sub>2</sub>WO<sub>4</sub> · 2 H<sub>2</sub>O con Na<sub>2</sub>MoO<sub>4</sub> · 2 H<sub>2</sub>O, en la cual la proporción de W a Mo se varió de 5:1 a 1:10. El Mo se determinó primero por espectrofotometría del complejo Mo (V)-EDTA a 350 ó 370 nm el Mo (VI) se reduce a Mo (V) con sulfato de hidracina. Cuando se de



Para los mejores resultados, la reacción se lleva a cabo a 25° en medio HCl ó H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> de pH 0.8 a 2.0, las concentraciones óptimas (M) del azul básico de K, Ti (III) y W (VI) son: 1.4 X 10<sup>-5</sup>, 3.2 X 10<sup>-3</sup> y 4.7 X 10<sup>-8</sup> a 33 X 10<sup>-8</sup>, respectivamente.

202 Separación de Mo (VI), W (VI) y Re (VII) por cromatografía en placa fina. Yai Shiobara. Japan Analyst, 1968, 17 (11), 1396-1400.

Usando una capa de sílica gel de 0.1 mm emulsionada con alcohol polivinílico, pueden separarse mezclas binarias de  $\text{ReO}_4^-$ ,  $\text{WO}_4^{2-}$  y  $\text{MoO}_4^{2-}$ . Los  $\text{ReO}_4^-$  ( $R_f$  mayor de 0.6, mayor de 0.1 y mayor de 0.8 en los siguientes ácidos respectivamente) son separados de  $\text{WO}_4^{2-}$  ( $R_f$  aprox. 0.4, 0.025 y aprox. 0) ó  $\text{MoO}_4^{2-}$  ( $R_f$  0.5, aprox. 0.11 y aprox. 0) con HSCN-M preparado de  $\text{NH}_4\text{SCN}$  con Dowex 50W (forma H<sup>+</sup>), maiónico 1-1.8 N ó ácido acético 1-1.8 N. El  $\text{WO}_4^{2-}$  ( $R_f$  0.5 a 0.3) se separa de  $\text{ReO}_4^-$  ( $R_f$  mayor de 0.8) ó  $\text{MoO}_4^{2-}$  ( $R_f$  mayor de 0.8) con  $\text{NH}_4\text{SCN}$  1-1.8 N. Los iones molibdato dan manchas complejas en esos ácidos.

1020 Separación por intercambio iónico de vanadio, zirconio, titanio, molibdeno, tungsteno y niobio.

T. A. Ferraro. Talanta, 1969, 16 (6), 669-679.

Se dan detalles para varios procedimientos de separación involucrando el uso de HF más de 27.5 M y una resina intercambiadora aniónica fuertemente básica (Dowex 1 de 270 mallas) en tubos de poliestireno. Se da un método para calcular la longitud de la columna requerida para las separaciones.

1214 Disolución electrolítica de tántalo, niobio y otros metales refractarios.

A. Aladjem. Analyt. Chem., 1969, 41 (7), 989.

La disolución se efectúa electrolíticamente en cloruro de amonio metanólico al 5 % con el metal muestra sobre un soporte de grafito como el ánodo y tántalo ó alambre de Pt como cátodo. Se usa d. c. de 20 a 30 mA por  $\text{cm}^2$  para asegurar tiempos cortos de reacción, la eficiencia de la corriente es mayor del 50 % y el oxígeno se desprende en el ánodo, pero la deposición del metal no se lleva a cabo en el cátodo.

El método es aplicable también a la disolución de tungsteno, zirconio, vanadio, hafnio y titanio y sus aleaciones, en un amplio rango de tamaños de muestras. Generalmente el metanol se evapora y el residuo se disuelve en el medio acuoso requerido para los análisis subsecuentes.

2861 Determinación conductimétrica del tamaño de partícula y distribución del tamaño de partícula de corundum, tungsteno y polvos de tungstato de calcio dentro del rango de estructura superfina de grano.

D. Priestsch, G.H. Schneider y F. Koegl. *Wiss. Z. tech. Hochsch. Ilmenau*, 1968, 14 (1), 81-89.

Se discuten los métodos continuos del control de producción de la medición de la distribución del tamaño de partícula de tales muestras con un aparato del tipo contador Coulter. Los efectos de varios polvos, de métodos comparativos y de concentración del electrolito sobre la calibración del instrumento, se han estudiado.

3826 Determinación espectrofotométrica de pequeñas cantidades de Ti en Zr, Hf y aleaciones de Zr, Nb y otros metales (Ta, Mo y W) con dianilpirinilmetano.

D. F. Wood y J. T. Jones. *Analytica chim. Acta*, 1969, 47 (2), 215-224.

La reacción entre el Ti y el dianpirinilmetano para formar un complejo amarillo en medio ácido mineral ha sido aplicada a la determinación directa de Ti (20 a 250 p.p.m.) en los metales nombrados. La interferencia de los metales matrices se minimiza por el uso de agentes enmascarantes y por la selección de la longitud de onda (390 nm, ó cuando hay Nb ó Mo presentes, 430 nm) para la determinación. El método es más sensible y está menos sujeto a interferencia de otros metales que el método del  $H_2O_2$ , y puede aplicarse a la aleación -- ZR 30 sin separación preliminar del molibdeno.

3876 Determinación de trazas de impurezas en tungsteno y tungstatos.

A. Szucs y O. N. Klug. *Magy. Kem. Lap.*, 1969, 24 (6), 323-326.

Después de la disolución de la muestra son extraídos el Bi, Cd, Cu, - Pb, Zn, Fe, Ni, y Co a pH 8-8.5 como dietilditiocarbamatos en  $CHCl_3$  y la capa orgánica se evapora. El residuo se disuelve en HCl diluido-  $HNO_3$  diluido, y el Bi, Cd, Cu, Pb y Zn son determinados por polarografía; el Fe se extrae con alcohol isopropílico de un medio de HCl 8N, después de la re-extracción, se determina espectrofotométricamente ya sea con 0-dianisidina ó dianpirinilmetano como reactivo. El Ni se extrae de solución libre de Fe con  $CHCl_3$  como el complejo con dimetilglioxima y se determina por espectrofotometría. Finalmente el Co se determina en la fase acuosa de la extracción del Fe y Ni

con 1-nitroso-2-naftol. Los límites de la determinación son 1 p.p.m.

4855 Determinación de Ti en metales de Mo y W de alta pureza con diantipiriniometano después de la separación por extracción de su complejo con cupferrón.

E. M. Donaldson. Talanta, 1969, 16 (12), 1505 - 1512.

Tratar 0.5 g de metal pulverizado en un vaso PTFE con 5 ml de agua, 5 ml de solución de ácido sulfúrico al 50%, 2 ml de HF conc., 2 ml de HCl conc. y 2 ml de HNO<sub>3</sub> conc., caliente suavemente para disolver el metal y evapore a humos de SO<sub>3</sub>. Lave los lados del vaso con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 5% y re-evapore. Enfríe, añada entonces 5 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 5%, 10 ml de solución de tartrato de amonio al 25%, 5 ml de solución de EDTA al 10% y 10 ml de solución de Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> al 10%. Neutralice con solución de NaOH al 50% a litmus y ajuste el pH de la solución a 8.0 más menos 0.1, añada 10 ml de solución de cupferrón al 5% y extraiga con cloroformo (4X5 ml). Evapore los extractos combinados a sequedad sobre un baño de agua, agregue 5 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 50%, H<sub>2</sub>O, HCl conc. y HNO<sub>3</sub> conc., evapore a humos de SO<sub>3</sub>, lave los lados del vaso con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 5% y re-evapore. Añada 5 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 5%, 2 ml de solución de tartrato de amonio al 25% y 5 ml de solución de ácido ascórbico al 10% y neutralice a pH 6.5 más menos 0.5, añada 10 ml de HCl 9M y solución al 3% de diantipiriniometano en HCl-M, diluya a 100 ml con agua y después de 30 min. mida la extinción a 390 nm. No hay interferencia de menos de 5 mg de Fe,

Sn, Zr, Al, Th ó Sb y los resultados son exactos hasta para 75 microgramos de titanio.

1669 Aplicaciones de la espectrofotometría de absorción atómica en el análisis de productos metalúrgicos.

Jiménez, J. L. y Gómez, A. *Revta. Metal.*, 1970, 6 (1), 64-85.

Se dan los procedimientos para la determinación de (a) Mn, Cr, Ni, Mo, Co, V, Pb, Cu, Ti, Al, Mg y Zn en una sola muestra y (b) Si y W separadamente. Se hicieron estudios de la influencia del Fe, interferencias mutuas, efecto del líquido usado para la disolución, longitudes de onda apropiadas para la medición y longitud del quemador. La extracción preliminar para mejorar la sensibilidad no fue de tanta ventaja como un procedimiento general pero puede ser útil para Pb ó Al. Para la determinación de los elementos en el grupo (a), la muestra fue disuelta en HCl 12N - HNO<sub>3</sub> 15N - 60% HClO<sub>4</sub> (4:11:15) para el Si se usa H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> - (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>, y para W se usó H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> - H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Se usó una flama de N<sub>2</sub>O - acetileno para V, Al, Ti, Mg, W, y Si y una flama de aire-acetileno para los restantes.

1681 Determinación polarográfica de tungsteno en acero.

Polotebnova, N. A. y Danilina, L.M. *Zab. Lab.*, 1970, 36 (39), 261-263.

La muestra (0.2 a 0.3 g), conteniendo 6-10 ‰ de W se disuelve en 5 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (1:4), 3 ml de H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> conc. y 3 ml de HNO<sub>3</sub> conc., la solución se evapora hasta humos y el residuo se enfría y se disuelve en agua a 25 ml. Una alícuota (5 ml) se hierve con 2 ml de solución de NaVO<sub>3</sub> al 1 ‰, se enfría y se deja asentar por 20 minutos.

La solución se trata con 4 ml de  $H_2SO_4$  (1:4), el complejo tungstovanadofosfato se extrae en pentanol (dos veces) y el extracto se trata con 0.7 ml de  $H_2SO_4$  conc., se disuelve entonces con pentanol a 25 ml. Una alícuota (10 ml) de ésta solución se de-oxigena con  $H_2$ , y se corre un polarograma. El valor  $E_{\frac{1}{2}}$  del complejo es -0.52V vs. el E.C.E. El método es sensible a 0.04 mg de W por ml de la solución final. Con contenidos de W entre 2 y 3 % la muestra (0.4 a 0.5 g) se disuelve en 10 ml de  $H_2SO_4$ , con  $H_3PO_4$  y  $HNO_3$  como antes y la resultante extra acidez de la alícuota de 5 ml se reduce añadiendo 1.5 ml de NaOH 2N, se agrega después solución de  $NaVO_3$  al 2 % y se sigue el procedimiento anterior.

2379 Determinación de carbono en metales refractarios por combustión sin flujo en un horno de inducción.

Friedrich, K. y Engelhardt, H. Z. analyt. Chem., 1970, 249 (4), 244-245.

En el horno descrito, las muestras (10 mg a 2 g) de niobio, tántalo, molibdeno y tungsteno pueden quemarse en aproximadamente 1 min. con solamente pérdidas despreciables de óxidos; las temperaturas de ignición son entre  $1850^{\circ}$  y  $1950^{\circ}$  y son independientes de la forma y pureza de los materiales. El método es adecuado para muestras que contienen menos de 10 p.p.m. de C; el  $O_2$  se determina gasométricamente por el método descrito previamente (Analyt. Abstr., 1964 11, 3582).



3021 Determinación de renio y otros metales trazas en molibdenita por activación de neutrones.

Randa, Z.; Benada, J.; Kuncir, J. y Vobecky, M. Radiochem. Radioanalyt. Lett., 1970, 3 (4), 227-237.

El Re y el W se midieron por medio de un detector de Ge (Li) después de la irradiación de la muestra (en una bolsa de polietileno) por 10 min en un flujo de neutrones de aproximadamente  $2 \times 10^{12}$  neutrones por  $\text{cm}^2/\text{seg}$ . Se hicieron mediciones para Re y W 5 horas después de la irradiación; para los otros elementos, se hicieron 47 días después de la irradiación. La concentración estimada mínima detectable fueron 1.5 p. p. m. de Re y 15 p. p. m. de W.

3957 Reactividad del ácido quinizarina 2-sulfónico con sustancias inorgánicas.

García, F. C. y Guíaraum, A. Revta. Univ. ind. Santander., 1970 (3), 27-32.

La reacción del ácido quinizarina 2-sulfónico con 53 cationes en medio acuoso de diferentes valores de pH ha sido medida. En medio amoniacal el reactivo tiene baja selectividad, dando precipitado ó colores con 31 cationes, pero en medio acuoso de ácido clorhídrico a pH 4 se obtienen reacciones específicas con Cu (II), Mo (VI), Fe (III), Al, Be y Zr, con sensibilidades de 10, 50, 2.5, 50, 40 y 0.5 p. p. m., respectivamente. En medio acuoso ó medio neutro, la selectividad

es más pobre, pero la sensibilidad es alta (menos de 1 p. p.m.) para Al, Fe, Zr y Mo (VI) en ácido acético y para W (VI) y Th en medio neutro.

174 Microdeterminación espectrográfica de elementos refractarios en Uranio (y sus compuestos). Destello directo de excitación de un extracto del ácido N-fenilhidroxámico-cloroformo con un sistema de solución-transporte.

Muzik, R. J., y Vita, O. A. *Analytica chim. Acta*, 1971, 57 (2).

El molibdeno, niobio, tántalo, titanio, tungsteno y zirconio son extraídos de una solución de la muestra en HCl 10M en una solución de ácido N-fenilhidroxámico en cloroformo. El extracto se evapora a un pequeño volumen y se re-diluye con cloroformo. Esta solución se alimenta en un flujo constante a través de un electrodo vacío y se excita con una fuente de destellos. El hafnio (std. interno) se agrega a la solución muestra antes de la extracción. El método es más rápido que el método del disco rotante y excepto para Ta, los límites de detección son mejores, variando de 0.9 microgramos de Ta a 0.1 microgramos de molibdeno por gramo de uranio. El Mo, Nb, Ti y Zr fueron determinados en estándares de uranio por éste método, por el método del disco rotante, por métodos químicos y se compararon los resultados.

208 Análisis por fluorescencia de rayos-X para cantidades pequeñas de Hf, Co, Cu y W en Zr y sus aleaciones.

Nakajima, T.; Ouchi, Y., y Kato, K. *Japan Analyst*, 1971, 20 (3).

Se han establecido condiciones óptimas para ésta determinación. Es-

tas incluyen el uso de un blanco de Pt (tubo) operado a 50kV y 30 mA y detectores semi-conductores. Se usa un filtro de Co para absorber líneas de Cu del tubo de rayos-X, y el efecto de la radiación de Pt L sobre los resultados para tungsteno se minimiza por un filtro de Cu. Los límites de determinación (p. p. m.) son 40, 10, 8.2 y 15 para Hf (L ), Cu (K ), Co (K ) y W (L ), respectivamente.

242 Micro determinación de sodio y potasio en tungsteno y molibdeno por espectrofotometría de absorción atómica.

Neumann, G. M. Talanta, 1971, 18 (10).

El procedimiento permite la determinación de sodio y potasio, cada uno en concentración menor de aproximadamente 3 p. p. m., sin separación inicial. Su interferencia mutua se previene por adición de Cs, y la interferencia proporcional del Mo se evita usando un peso constante de muestra, el W no interfiere y más de aproximadamente 500 veces un exceso de Ca ó Al se tolera. Se usa una flama de aire-acetileno, las mediciones se hacen a 589 nm (para Na) y 766.5 nm (para K). La gráfica de calibración es rectilínea para 0.1 a 15 microgramos de cualquier elemento por ml, y la sensibilidad para 1% de absorción es 0.05 microgramos por ml. La muestra (aproximadamente 1 g) y ácido cítrico (1 g) se disuelven en H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> al 30% (10 ml) y después añadiendo CsCl ( 5 ml 50 mg de Cs), el volumen se lleva a 50 ml con agua antes del análisis.

1242 Polihidroflavona como agentes extractores. I. Extracción de los com  
plejos metálicos de morina con alcohol isoamílico.

Blaunk, A. B., y Mirinskaya, I. I. J. analyt. Chem. USSR, 1971,  
26 4(1).

Un estudio de la extracción de los compuestos metálicos de morina --  
con alcohol isoamílico, ha demostrado que la morina forma comple-  
jos extractables con más elementos que la ditizona ó el dietilditiocar-  
bamato y se compara con agentes universales tales como el cupferrón  
y la 8-hidroxiquinoleína. Las posibilidades de usar morina para la -  
concentración de trazas de elementos de propiedades similares ó de  
formas diferentes del mismo elemento y para la extracción y deter-  
minación fotométrica se discuten ampliamente.

1244 Cromatografía en placa fina en Análisis Inorgánico. Comportamiento  
de adsorción de iones de elementos sobre sílica gel.

Volynets, M. P.; Ermakov, A. N., y Fomina, T. V. Z. analyt.  
Chem., 1971, 256 (7).

Se han establecido las relaciones entre los valores de  $R_F$  y concen-  
traciones de HCl en la fase móvil, para los iones de 59 elementos --  
(en cantidades de 5 a 10 microgramos). Estas relaciones se usan pa-  
ra predecir las condiciones óptimas para la separación de ciertos e-  
lementos difíciles de separar, por ej.: Th de los lantanoides, uranio  
de zirconio, hierro de cobalto, germanio de estaño, niobio de tántalo  
molibdeno de tungsteno, molibdeno de renio y tungsteno de renio.

- 1425 Determinación de molibdeno y tungsteno por titulación con Pb (II) en presencia de eritrosina como indicador fluorescente de adsorción. Makseyneheva, Z. T.; Andrushko, G. S., y Talipov R. Shit. Dokl. Akad. Nau uzbek. SSR, 1971, (3), 234-236.

Las soluciones de  $\text{Na}_2\text{MoO}_4$  ó  $\text{Na}_2\text{WO}_4$  conteniendo eritrosina (I) -- exhiben una fluorescencia amarilla similar a la de la solución pura de (I), pero en solución de  $\text{PbNO}_3$  la fluorescencia se reduce agudamente. El máximo extinguiamiento de la fluorescencia se obtiene en una proporción de Pb a I de 1:2, indicando la formación de un complejo Pb-I. Para la determinación de 0.2 a 40 mg de Mo (ó 0.2 a 33 mg de W), a la solución prueba (más de 8 ml) agregar solución buffer de he:ramina de pH 5.25 a 6.25 y 20 3 gotas de I etanólico al 0.1% y titular con solución de nitrato de plomo hasta desaparición de la fluorescencia (observada a 552 nm). Los errores varían de 0.1 a 2.5 % para Mo " de 0.2 a 4.6 % para W.

- 1428 Determinación de tungsteno utilizando la onda cinética de polarografía.

O'Shea, T. A., y Parker, G. A. Analyt. Chem., 1972, 44 (1).

El procedimiento consiste en la medición de la corriente cinética de polarografía de una solución conteniendo solamente wolframato, -- 0.08M -  $\text{H}_2\text{O}_2$  y ácido oxálico 0.1M a 25°. La mezcla de solución - muestra y reactivos se calienta primero a aproximadamente 40° por 10 min. para asegurar la reacción completa y se corre el polarogra

ma en un electrodo de mercurio de 0.4V a 0.2 ó 0.0 V vs. el E. C. E. El pico cinético se presenta a más 0.233V y la corriente cinética corregida es 23 micro A. Debido a la presencia de más de un complejo, la gráfica de calibración muestra porciones rectilíneas, - la primera se extiende de 5 a 20 microM-  $WO_4^{2-}$  y la segunda de 0.04 a 0.25 mM de  $WO_4^{2-}$ . Las mediciones sobre 0.03mM de  $WO_4^{2-}$  demuestran una desviación estándar de  $\pm 0.009V$  y  $\pm 0.5$  A (20 determinaciones). A causa de que el Cr (VI), Fe (III), Mo (IV), Ti (IV) y V (V) deben eliminarse inicialmente.

2445 Determinación de calcio en los metales de alta fusión (W y Mo) por-Espectrometría de Absorción atómica.

Kuroda, R. y Kawabuchi, K. Z. analyt. chem., 1971, 123 (11).

La interferencia por Na, K, Al y Si durante la determinación de Ca en molibdeno y tungsteno, en flamas de aire-acetileno y  $N_2O$ -acetileno, puede reducirse grandemente por la adición de Cs y Sr. Se describe un procedimiento usando la flama de  $N_2O$ -acetileno, la sensibilidad es 20 a 30 p. p. m. de Ca en los metales sólidos. En este método se agregan excesos de Al y Si a la solución para dar una concentración constante de éstos elementos.

2822 Determinación rápida de tungsteno en suelos, sedimentos de ríos, -- rocas y vegetación.

Malamand, F. Analisis, 1971, 1 (6).

La muestra de suelo, sedimento ó roca se funde con  $\text{KHSO}_4$ , el fundido se filtra con  $\text{HCl}$  10M y una porción clara del extracto ácido se calienta con una solución de  $\text{SnCl}_2$  en  $\text{HCl}$  10M. Se agrega una solución (1 ml) de ditiol en acetato de isoamilo en condiciones precisamente definidas, de tal manera que se forme un glóbulo conteniendo el complejo W-ditiol en 6 horas. El glóbulo se disuelve en petróleo (hirviendo en un rango de 80-100<sup>o</sup>) y la extinción de la solución se mide a 630 nm. Se puede determinar menos de 1 p. p. m. de W y se sigue la ley de Beer para más de 300 p. p. m. Las modificaciones a las condiciones pueden mejorar la sensibilidad a 0.2 p. p. m. Bajas concentraciones de Mo no interfieren. Las muestras de vegetales se calcinan a 500<sup>o</sup>, las cenizas se calientan con solución de ditiol en acetato de isoamilo y se completa el análisis para sólidos pero bajo condiciones adecuadas para concentraciones de tungsteno en menos de 0.01 p. p. m. Se obedece la ley de Beer para más de 1 p. p. m. Se presentan coeficientes de variación.

2996 Extracción de algunos elementos como yoduros de un medio  $\text{H}_2\text{SO}_4$  - KI con tolueno y su aplicación al análisis de activación de neutrones.

I. Comportamiento de extracción de 14 elementos.

Jaskolska, H.; Rowinska, I.; Walis, L. y Radwan, M. J. radioanalyt. Chem., 1971, 13 (1), 41-52.

Las curvas de extracción de 4 ó más molaridades de KI se presentan como una función de acidez para los elementos extraíbles: As, Ge, -



Hg, Sb, y Sn. También se presenta información para Br, Cd, Cu, Ga, In, Mo, Se, W y Zn sobre un rango de condiciones. Las curvas de extracción son características y muestran que pueden hacerse varias separaciones para usarse en análisis radioquímico.

125 Separación cromatográfica de molibdeno, ácido tungstico y niobio en medio fluorhídrico.

Kurvatova, V.I.; Emasheva, G.N. y Fedorova, N.D. Trudy vses. nauchno-issled. Inst. standart. Obraztov spektr. Etalonov, 1971, -- 102-106.

El coeficiente de partición del W, Mo y Nb entre la solución conteniendo HF y HCl en varias concentraciones y la resina de intercambio aniónico AV-17 fue determinado por un método estático y los resultados fueron usados para desarrollar un método para determinar Mo y W en aleaciones de alta temperatura. Procedimiento: disolver la muestra (0.2 a 0.5 g) en un vaso PTFE, por suave calentamiento con 20 ml de HCl (1:1), agregar 0.5 ml de HNO<sub>3</sub> y evaporar a sequedad sobre un baño de agua. Agregar 5 a 10 ml de HCl al residuo y evaporar hasta humedecer las sales, disolver después las sales por calentamiento con 2.5 ml de HF al 40%. Diluir la solución a 50 ml, y adsorber el Mo sobre la resina AV-17 en una columna PTFE, lavar la columna con 100 ml de HF N a 1 ml/ min. para eliminar, por ejemplo: V, Fe, Cr, y Ni y eluir W con 500 a 700 ml de HCl 6N y Mo con 200 a 300 ml de HNO<sub>3</sub> 7N. Determinar W y Mo en los respectivos eluyentes por fotometría ó polarimetría.

127 Determinación rápida de tungsteno en rocas usando W-183m.

Zinner, H.; Henkelmann, R. y Staerk, H. Radiochem. radioanalyt. Lett., 1972, 10 (4), 191-200.

El método está basado en la reacción  $^{182}\text{W}(n, \gamma)^{183}\text{W}$ . La muestra (menos de 2g) en un envase de polietileno es irradiada en un flujo de neutrones de aproximadamente  $7.6 \times 10^{12}$  neutrones por  $\text{cm}^2$  por seg por 10 seg. La muestra se saca del envase transportador -- después de que el último transporte neumático de la posición de irradiación y la baja energía se han llevado a cabo. Se contaron los rayos X y gama del  $^{183\text{m}}\text{W}$  por 13 seg. Después de 20 seg más la muestra se cuenta otra vez para evaluar el retroceso y las actividades de matrices de larga vida. El área total del pico de los rayos X,  $\text{K}\alpha$ , y  $\text{K}\beta$  es usado para calcular el contenido de  $\text{WO}_3$ . Los métodos relativos del NaI (Tl) y Ge(Li) y la superioridad del último para esta aplicación se demuestra. Se tabulan los resultados de este método sobre muestras de rocas silíceas y muestran concordancia con los valores de referencia. El límite de determinación es 0.1% de  $\text{WO}_3$ .

128 Luminiscencia (titulación complejométrica). Determinación de Th en alambre de tungsteno.

Boumans, P. W. J. M. *Analyt. Chem.*, 1972, 44 (7), 1219-1228.

La muestra lavada con alcali (0.1 g) se disuelve en 10 ml de HF-HNO<sub>3</sub> (1:1), la solución se trata con 4 ml de solución de La(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> al 0.03% (como co-precipitante) y 2 ml de pulpa de papel, se filtra después de 14 a 15 min: Los fluoruros insolubles de torio y lantano se lavan con agua caliente y solución de amoníaco (1:10). El precipitado se calcina a 400-500° y se disuelve en 2 a 3 ml de HClO<sub>4</sub> y la solución se -

evapora casi a sequedad. La adición de  $\text{HClO}_4$  y la evaporación se repiten varias veces para eliminar el HF. El residuo final se disuelve en 3 ó 4 gotas de HCl (1:1) y 5 ml de agua y 3 a 4 mg de ácido ascórbico (para reducir trazas de Fe III). El pH se ajusta de 1.9 a 2 y la solución se diluye a un volúmen adecuado (25 a 100 ml). Una alícuota (1 ml) se titula con EDTA mM en presencia de 1 a 3 gotas de solución etanólica de morina al 0.02% hasta que la luminiscencia amarillo-verdosa desaparezca.

- 739 Uso del análisis por activación de neutrones para determinar trazas de impurezas de titanio y para estudiar el comportamiento del titanio durante la corrosión.

Uzbekor, A. A.; Akalaev, G. G.; Roskin, V. I. y Likhobabin, V. A. *Zav. Lab.*, 1972, 38 (7).

La muestra (7 a 10 mg) es irradiada en un flujo de neutrones de aprox.  $3 \times 10^{13}$  neutrones por  $\text{cm}^2$  por seg por 22 horas y después de 5 horas,  $^{137}\text{W}$ ,  $^{198}\text{Au}$ ,  $^{56}\text{Mn}$ ,  $^{64}\text{Cu}$ ,  $^{99}\text{Mo}$  y  $^{182}\text{Ta}$  son determinados por medio de un detector de Ge(Li) unido a un analizador de 4000 canales. La intensidad de los rayos gama del  $^{47}\text{Sc}$  producido por la reacción puede usarse para determinar Ti en productos de corrosión.

- 784 Determinación de Fe, Ni, Co, Mn y Cr en tungsteno y molibdeno por espectrofotometría de absorción atómica.

Neumann, G.Z. *Analyt. Chem.*, 1972, 259 (5).

Se aplicó un método previamente descrito para las determinaciones -

de estos elementos. Los resultados están tabulados y se ilustran por gráficas, se demuestra que técnica puede usarse, sin separación preliminar de trazas de Fe, Co, Ni, Mn y Cr en tungsteno ó molibdeno con una sensibilidad de 5 a 20 p. p. m.

1548 Determinación fotométrica de W (VI) en presencia de grandes cantidades de Mo (VI) por medio de catecol violeta.

Lebedeva, L. L.; Golutsova, Z. G. J. analyt. chem. USSR, 1971, 26 10 (1).

Con el fin de evitar la interferencia de Mo en la determinación de W, se ha hecho un estudio de los complejos Mo-catecol violeta (I) en un sistema en el cuál se agrega hidroxilamina a la solución de prueba a pH 5.4 a 6.2 antes de ajustarlo de 1.5 a 2.5 y añadiendo I. Basados en los resultados se han planeado para determinar W en concentrados de Mo. Procedimiento: A una porción (3 a 5 ml) de una solución obtenida por descomposición ácida de la muestra, son añadidos a la solución (conteniendo 2 mg de Mo), NaOH ac. al 20% (aprox. 3 ml para producir pH 5.4 a 6.2) y solución de sulfato de hidroxilamonio al 40% (25 ml). La solución se hierve por 20 min., se enfría y se trata con HCl (3 a 4 ml para producir pH 1.9 a 2.1) y solución de Yodo al 0.02% (5 ml) y diluida a 50 ml con agua. La extinción se mide a aprox. 560 nm contra una solución blanco conteniendo 2 mg de Mo. Se pretende que éste método sea más seguro que el método del tiocianato.

1550 Determinación por difracción de rayos-X de fases presentes en compuestos de tungsteno.

Rantschke, R. y Dowe, C.Z. *Chemie, Lpz.*, 1972, 12 (8).

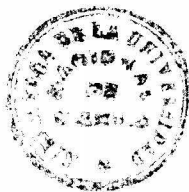
Se determinaron las composiciones de polvos de  $WO_3$ ,  $WO_2$ , WC y W por difracción de rayos-X con un error del 2.8% (25 mediciones) - investigando primero mezclas conocidas de los componentes en pares. Se midieron primero las proporciones de intensidad en valores conocidos de  $d$  (Cuk) para los compuestos y se evaluó una serie de constantes, éstas se usan para examinar las muestras.

1551 Efecto de la adición de ciertas sustancias durante la determinación espectrográfica de tungsteno y molibdeno con polvo de grafito como diluyente.

Tarasevich, N.I.; Khlystova, A.D. y Shuvalova, E.I. *Zh. analit. Khim.*, 1971, 26 (19).

Los efectos de adiciones de KCl, NaCl, CsCl, CuCl,  $CuCl_2$ ,  $PbCl_2$  ó AgCl sobre la intensidad de las líneas espectrales de W y Mo en arcos con c.d. y c.a. se han investigado. Se encontró que el aditivo más efectivo fue el  $PbCl_2$ . Las sensibilidades en la determinación espectrográfica de W y Mo con el uso de grafito- $PbCl_2$  (1:1) como diluyente espectrográfico son 10 p.p.m. y 0.5 p.p.m., respectivamente. El coeficiente de variación es 4% para 30 p.p.m. de W y 12% para 1 p.p.m. de Mo (5 determinaciones en cada caso).

1552 Determinación de Al y Ca en tungsteno y molibdeno por espectrometría de absorción atómica.



Neumann, G.Z. *Analyt. Chem.*, 1972, 261 (2).

La influencia del tungsteno en la determinación de Al y de Ca, de Ca y Si en la determinación de Al, y de Al en la determinación de Ca se minimiza por el diseño adecuado de un mechero y por adición de Cs y La a la solución examinada. Las mediciones de la absorción atómica fueron hechas a 309.3 nm (Al) y 422.7 nm (Ca) en una flama de  $\text{N}_2\text{O}$ -acetileno, la solución rociada preparada disolviendo la muestra finamente pulverizada en una solución de ácido cítrico -  $\text{H}_2\text{O}_2$ . Menos de 3 p.p.m. de Al y 0.4 p.p.m. de Ca pueden determinarse.

2168 Identificación de impurezas que forman burbujas en tungsteno lubricado.

Sell, H.G.; Stein, D. F.; Stickler, R.J. *Inst. Metals* 1972, 100 (9) 275-288.

Las burbujas que se forman en tungsteno lubricado con Al, K y Si se han analizado por espectrometría de electrón-Auger, espectrómetro secundario de masa-ión y energía dispersiva de espectrometría de rayos-X. Los resultados muestran que las burbujas (menos de una micra de diámetro) se forman por potasio elemental.

2169 Método para la determinación de elementos aditivos en varillas sinterizadas de tungsteno metálico por análisis de activación rápida de neutrones.

Nagy, A.Z.; Csoke, A.; Pocs, L.; Szazo E. *J. radioanalyt. chem.*, 1972, 11 (2), 231-240.

En este método para determinar Al, Si y K se usó un generador de neutrones a 14MeV para producir las reacciones nucleares  $^{27}\text{Al} (n, p) ^{27}\text{Mg}$ ,  $^{28}\text{Al} (n, p) ^{28}\text{Al}$  y  $^{39}\text{K} (n, 2n) ^{38}\text{K}$ , la irradiación, declive y los tiempos de conteo fueron 600, 60 y 500 seg., respectivamente. El espectro de rayos gama se midió con un detector NaI (Tl) en un conjunto con un analizador de 256 canales. Se describe también un sistema de transferencia neumática para usarse en un análisis automatizado de rutina en gran escala.

2678 Separación por intercambio aniónico de iones metálicos por cromatografía en papel.

De, Anil, K. y Bhattacharya, Chetta R. *Chemia analit.*, 1972, 17, (3).

Se usó papel Amberlita SB-2 de intercambio aniónico, conteniendo resina IRA-400 (forma  $\text{Cl}^-$ ) para separar varios iones metálicos por desarrollo ascendente con disolventes conteniendo tetrifluoroacetona ó tributil fosfato mezclado en varias proporciones con HCl 6M y LiCl 5M. Las manchas se localizaron con uno de nueve reactivos. Esta técnica da buenas separaciones de, p. ej.: Ce, Nb y La, Pd, Pt, Cu y Ag; W, V, Fe y Cr y W, V, Mo y Cr. Están tabulados todos los valores de  $R_f$ .

2749 Determinación simultánea (espectrofotométrica) de Mo y W en uranio y soluciones uraníferas.

Toussaint, C. y Cattin, G. *Analisis*, 1972, 1 (3).



El uranio se separa primero por extracción en un medio  $\text{HNO}_3$  6M - en una solución al 40% de tributil fosfato en dodecano. El molibdeno se reduce entonces selectivamente con ácido mercaptoacético en ácido sulfúrico 5M, acompañado con tiocianato y extraído con butil acetato (I), se mide la extinción a 478 nm. El W en la fase acuosa se reduce con  $\text{TiCl}_3$ , se acompaña con tiocianato y se extrae con I para medir la extinción a 400 nm. El rango analítico es 0.2 microgramos de Mo y 0.5 microgramos de W. El coeficiente de variación fluctúa de 2 a 3% para Mo y de 14 a 4% para W (11 determinaciones cada una de 5, 10 y 20 microgramos de Mo ó W). Se tolera más de 1 mg de F- si la solución muestra contiene menos de 2 g de uranio, el Mo puede determinarse sin separación. Se obtienen resultados dentro de aproximadamente 7 horas.

2809 Separación por intercambio iónico y determinación espectrofotométrica de molibdeno y tungsteno en metales de Renio.

Kuroda, R. y Kawabuchi, K. Z. analyt. Chem., 1972, 261 (4-5).

Una alícuota de la solución muestra (10 ml) (igual a 20 mg de Re) se ajusta a pH 3.3 con acetato de sodio y se pasa a través de una columna de DEAE- celulosa (forma  $\text{Cl}^-$ ) a 50°. El Mo sexavalente se eluye con solución buffer de acetato 0.1M, a pH 4.2, hecho 0.5M en NaCl ó KCl, después el W (VI) se eluye con NaCl 0.5M-NaOH 0.5 M. Ambos, el Mo y el W se determinan entonces espectrofotométricamente con tolueno 3,4-ditioil y Re gravimétricamente con cloruro de tetra-

fenil arsonio.

3437 Determinación de niobio en aleaciones refractarias y en acero por -  
espectrografía bajo vacío en la región del lejano Ultravioleta usando  
las líneas del cuarto y quinto orden del niobio.

Malamand, F. Analisis, 1972, 1 (6).

El procedimiento descrito previamente, se ha aplicado a la determi-  
nación de 0,1 a 20% de Nb en aleaciones basadas en Co ó Ni y algunos  
aceros. Las líneas del Nb a 1030,27 Å fueron usadas con excitación  
cada 2 seg sobre un período de 100 seg. Los resultados reportados -  
para las muestras estándar internacionales confirman las ventajas -  
de éste método, alta exactitud y reproducibilidad, supresión de los e-  
fectos de inter-elementos y determinación simultánea de Nb, Cr y C  
en la muestra. La precisión fue aproximadamente 2,5 para 1,02% -  
de Nb en un acero estándar (40 determinaciones). El método se apli-  
ca también a determinaciones de Ni, Mo, Ta, Hf, W y Fe.

3469 Análisis por emisión espectrográfica para trazas de Fe y acero.

Ku, S. M. Chemistry, Taipei, 1971, (3).

La muestra (1 g) se disuelve en HF al 40% hirviendo (50 ml) y HNO<sub>3</sub>  
conc. (3 ml), la solución se evapora a sequedad. El residuo se trata  
con HF M (20 ml) y la solución se pasa a través de una columna de -  
3 g de Amberlita CG-400 empacada en una bureta de polietileno de -  
25 ml. Los principales constituyentes se eliminan lavando la colum-  
na con HF M a 1 ml/ min, entonces el MoF<sub>8</sub><sup>2-</sup>, TiF<sub>6</sub><sup>2-</sup>, ZrF<sub>6</sub><sup>2-</sup>, --

$WF_8^{2-}$ ,  $NbF_6^{2-}$  y  $NbF_7^{2-}$  son eluidos con HCl 3M- HF 3M (120 ml) a 1.2-1.5 ml/min. El eluyente se concentra y el residuo se transfiere a la punta de un electrodo de cobre. La muestra se excita en un arco de 6.5 amp. Los pares de líneas espectrales son seleccionados entre 3310 y 4020 Å. El Pd se usa como estándar internacional. El método es adecuado para el control de calidad de Fe y acero conteniendo de 1 a 100 p.p.m. de Mo, Nb, Ti y Zr y de 10 a 100 p.p.m. de tungsteno.

3474 Análisis de fierros de alta pureza, aceros suaves y aceros de baja aleación por Espectroscopía de emisión de rayos-X.

Griffiths, J. y Whitehead, H. R. NPL Rep. Chem., No 16, 1972.

I. Determinación de Mn y elementos residuales en aceros suaves.

Se desarrolló un procedimiento general para la determinación de Mn, Cr, Ni, Mo, V, Cu, Co, Pb, Sb, W, Ti, As y Sn (en el rango de concentración de 0.002 a 0.36%) con el uso de un blanco (tubo de oro operado a 50kV y 18 mA) y un cristal de LiF, las muestras se rotaron a 30 r.p.m. durante el análisis, las condiciones usadas para cada elemento son específicas. Se encontró inadecuada la sensibilidad para el aluminio. Unas series de B.C.S. analizadas de muestras de aceros suaves se usaron para establecer las gráficas de calibración, las muestras fueron pulidas con lija antes del análisis. Se usó la línea K-alfa, excepto para W (L-alfa), Co (K $\beta$ ) y Pb (L $\beta$ ), los resultados para As se han corregido por la contribución de la línea

del Pb L-alfa a la misma longitud de onda.

Las ecuaciones para las líneas representadas por los resultados para la muestra estándar fueron obtenidos por medio de un programa de cómputo y se tabulan. La corrección por el background fue omitida a un tiempo más corto de análisis, el coeficiente de variación obtenido (el cuál varió de 0.4% para Cr a 10% para Pb) se considera para justificar esta simplificación. Los resultados por el método de fluorescencia de rayos-X corresponden con los valores certificados para las muestras B.C.S.

3900 Cátodo cóncavo de descarga con la aplicación de campos magnéticos de varias configuraciones.

Rudnevskii, N. K.; Maksimar, D. E. *Zav. Lab.*, 1972, 38 (11).

De varios tipos de campos magnéticos probados, ya sea un campo magnético axial ó un transversal-longitudinal, puede aplicarse exitosamente a un cátodo de descarga para la determinación, por medio de un arco, de las trazas de impurezas con un potencial bajo de excitación. La determinación de Cd abajo de 0.02 p. p. m. en polvo de W ó de In ó Ga en menos de 0.01 p. p. m. en Si puede afectarse por la excitación de descarga a 600-800 mA en un cátodo cilíndrico vacío de carbón de alta pureza en He a 25 torr con un campo magnético axial de 850 oersteds. La sensibilidad es 5 a 10 veces mejor que la obtenible sin aplicación del campo magnético.

- 85 Determinación espectrográfica de tántalo y tungsteno en aleaciones de galio.

Miskar'yants, V. G., y Nikitina, L. A. *Zav. Lab.*, 1972, 38 (12), 1467-1469.

Las dificultades de la excitación para Ta y W por medio del arco, - pueden evitarse por fluorinación, se describe un método para ésto. En el fondo del electrodo inferior se coloca una capa de PTFE y sobre él una muestra prueba. El electrodo superior, conducido a tierra se coloca cerca (0.3 mm gap) de la punta del electrodo inferior, y se enciende el arco. Después de 10 seg., cuando ha cesado la liberación de gas, se incrementa el gap a 2 mm. Se corre el espectro - en el momento del encendido del arco y se usa una exposición de 30 seg. Las intensidades de las líneas de Ta 3012.6 Å y W 2896.4 Å son medidas, se determinan contenidos entre 0.001 y 0.1% de Ta o W en aleaciones de Ga, In y Sn.

- 169 Pérdida de molibdeno durante la determinación de molibdeno en tungsteno.

Lassner, E., y Schedle, H. *Talanta*, 1972, 19 (12). 1670-1671.

No pueden hacerse determinaciones de 10 a 1000 p.p.m. de molibdeno en tungsteno por ignición oxidativa de la muestra a 750-850<sup>o</sup>, a causa de la pérdida de 350 p.p.m. de molibdeno como MoO<sub>3</sub> libre. Solamente se obtienen resultados exactos cuando el metal se disuel-

ve en mezcla de ácidos nítrico y fluorhídrico y la solución se calienta después hasta vapores con ácido sulfúrico.

- 819 Determinación rápida de tungsteno en concentrados minerales por Activación de Neutrones.

Abbosov, O.; Abrams, I.; Babaev, A.; Pelekis, L.; y Starchik, L.P.

Dokl. Akd. Nauk tadzhik. SSR, 1972, 15 (4), 18-21.

La muestra (1g) se irradia, junto con un estándar de  $WO_3$  por 20 seg. en un flujo de neutrones de por lo menos  $3 \times 10^8$  neutrones por  $cm^2$  por seg. Los neutrones se obtienen irradiando una placa de berilio con gama-bremsstrahlung de un acelerador lineal de electrones, y -desacelerando con parafina. Cinco segundos después de que terminó la radiación, se cuenta la actividad del  $^{183m}W$  por 30 seg. a 55keV usando en espectrómetro de scintilación con un detector de NaI(Tl). Los espectros gama son procesados por el método de Covell permitiendo así, efectos de la dispersión Compton. Una determinación lleva aproximadamente 2 minutos más que un análisis químico. La sensibilidad es 0.01% de W.

- 820 Método de Activación para la determinación de tungsteno en minerales y productos refinados por medio de la reacción ( $\gamma, \gamma'$ ).

kodiri, S.; Abrams, I.; Pelekis, L. y Starchik, L.P. Zav. Lab.,

1973, 39 (1); 39-41.

La excitación de la muestra (6g) se lleva a cabo con desaceleración .

de rayos gama (obtenidos de un acelerador lineal usando un convertidor de platino y con energía de electrones arriba de 5 MeV) durante 15 seg, con transporte neumático durante 2 a 3 seg a un espectrómetro de scintilación NaI (Tl). La reacción es  $^{183m}\text{W} (\gamma, n) ^{183m}\text{W}$  el producto del cuál emite cuantums gama con energías de 60, 105, 160 y 210 keV. De las mediciones a 60 keV, pueden determinarse menos de 0.03 mg de W en presencia de Mn, Fe, Zn, Cu, Ti, V, Mo, Sb, Tl, Ta, Nb y Pb. Y en presencia de Ba si el tiempo de exposición es reducido a 10 seg con un tiempo de transporte de 4 seg y midiendo a 10 seg.

821 Análisis de tungsteno por activación no destructiva en wolframitas y aceros.

Iyer, C. S. P.; Parthasarathy, R. Radiochem. radioanalyt. Lett., 1972, 12 (2-3), 201-205.

Se determinan bajas concentraciones (menos de 0.05 %) de W en minerales y aceros por irradiación en un flujo de neutrones de  $5 \times 10^{11}$  neutrones por  $\text{cm}^2$  por seg por hr. 'enfriando' por dos días y midiendo la emisión de rayos gama del  $^{187m}\text{W}$  a 680 keV usando un cristal de NaI (Tl) y un analizador de 400 canales.

1557 Separación de molibdeno de tungsteno, fierro, vanadio y otros elementos que interfieren por extracción de sus complejos con tiosulfato.

Yatirajam, V.; y Ram, Jaswant, *Mikrochim. Acta*, 1973, (1), 77-86.

La solución muestra (25 ml conteniendo arriba de 0.8 mg de Mo por ml y 32 ml añadidos de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  por ml y ajustada a 1.5 N en HCl) se extrae con isobutil-metil-cetona (I) a  $10^\circ$ . La fase acuosa -- se trata con Br (cualquier exceso reducido con solución de tiosulfato de sodio), extrayendo después con más I y añadiendo más solución de tiosulfato de sodio. La segunda extracción se repite tres veces - y el precipitado café-rojizo se incluye en el último extracto. El Mo es re-extraído de las fases combinadas de I con amoníaco acuoso (1:1) conteniendo  $\text{H}_2\text{O}_2$  y los poli-tiocianatos formados son descompuestos acidificando e hirviendo la solución. por éste método pueden separarse grandes cantidades de Ti (IV), V (V), Cr (VI), Mn (II), Fe (III), Co (II), Ni, W (VI), Zr, Ce (IV), U (VI), Bi (V), Sb (III) y Al. Solamente interfieren grandes cantidades de cobre y estaño.

2213 Aplicaciones del análisis por activación de neutrones en la fabricación de semiconductores.

Lafeville, D. y Roche, D. *Analisis*, 1973, 2 (3), 207-214.

Los resultados reportados y discutidos, se refieren a (i) la determinación de trazas de impurezas en las capas superficiales del silicón pre-tratado, en los reactivos y disolventes usados para el pre-tratamiento, y la capa epitaxial del óxido y (ii) la difusión e implanta - ción de As, P y Cu en silicón a diferentes temperaturas. Los méto -



dos basados en la activación de neutrones, análisis iónico y reacciones nucleares son revisados con relación a la sensibilidad y conveniencia por referencia a los perfiles de difusión obtenidos para P y As. Dependiendo de si el tiempo de irradiación es largo (1 semana) ó corto (aprox. 1 hr.) las sensibilidades obtenidas para Na, Cr, Fe, As, Sb, Ta, W, Au, Hg, Pt, In, Ge, Cl, K, Zn, Ni y Br fluctúan de aproximadamente  $10^{11}$  a  $10^{15}$  átomos por  $\text{cm}^3$  de silicón. La activación de neutrones es especialmente sensible y conveniente para los perfiles de difusión de P, As y Sb.

2237 Determinación de molibdeno y tungsteno en aleaciones de niobio por absorción atómica.

Saltykova, A. M.; Davidovich, N. K. y Melamed, Sh. G. Zh. analyt. Khim., 1972, 27 (6), 1216-1218.

Disolver 0.1 g de muestra por calentamiento en 1.5 ml de ácido sulfúrico concentrado más 0.3 g de sulfato de amonio, agregar 2 ml de  $\text{H}_2\text{O}_2$  al 30 %, diluir a 50 ml con agua y analizar la solución para Mo. Usando flama de acetileno-aire para Mo y para W con una flama de acetileno- $\text{N}_2\text{O}$ , hacer mediciones a 313.3 y 400.9 nm, respectivamente. La sensibilidad (microgramos por ml para 1 % de absorción) es 0.8 para Mo y 30 para W.

2953 Estudios sobre la reacción de algunos elementos de transición de óxido de estaño (IV) de medios agua-acetona, ácido nítrico-acetona y ácido clorhídrico-acetona.

Se muestran curvas que presentan la variación en retención de Mo (VI), W (VI), Re (VII), Pd (II), Pt (IV), Ag (I), Au (III) y Tc (VII) sobre este adsorbente con concentraciones de medios de acetona en agua (pH aprox. 3), 0.1N HNO<sub>3</sub> - 10% acetona y 0.1N HCl-acetona. Los resultados obtenidos se explican por las diferentes cargas de las especies iónicas participantes en la adsorción. Parecen posibles dos separaciones: en HNO<sub>3</sub> 0.1N- 10% acetona, el Mo (VI) y el W (VI) (los cuáles son retenidos por el adsorbente) pueden separarse de Te y Re en agua-80% acetona, el Pd es retenido y puede separarse de Au y Pt.

#### 3066 Determinación de W (VI) con 3,5-dinitro catecol

Poluektova, E.N. y Shitareva, G.G. Zh analit. Khim., 1972, 27 (7), 1301-1304.

En medio ácido el 3,5-dinitro catecol forma un complejo con el tungsteno, adecuado para determinación espectrofotométrica. Se ha establecido la composición del complejo y se han determinado sus parámetros espectrofotométricos. La solución de prueba (conteniendo 5 a 80 microgramos de tungsteno) se mezcla con 2.5 ml de reactivo etanólico al 0.02%, la mezcla se acidifica a pH 1.0 con HCl 2.5M y se diluye a 25 ml con agua, se mide la extinción a 400 nm después de 15 a 20 minutos. Se obedece la ley de Beer sobre el rango establecido y no hay interferencia de cantidades en mg de Ca, Mg, Sr, Ba, Co, Ni, Bi, Mn (II), Zn, Ga, As, Cd, In, B ó Li. Interfieren el

niobio, tántalo, titanio, vanadio, estaño y germanio.

3068 Comportamiento de intercambio aniónico del tungsteno en presencia de ácido fosfórico.

Padmanabhan, P. K. y Venkateswarlu, C. Acad. bulg. Sci., 1973, 26 (3), 407-410.

Se usó la Amberlita IRA-400 (1 g) para medir el equilibrio de distribución del tungsteno en un rango de mezclas de ácidos binarios (conteniendo ácido fosfórico como uno de los componentes). Más de 0.3 mg de tungsteno pueden eluirse con 125 ml de  $H_3PO_4$  M- HCl 5 M, - para dar una separación cuantitativa de 0.5 mg de Mo.

3086 Valoración preliminar del espectro Siemens MRS multicanal-rayos-X.

Hughes, H. y Scholes, P. H. Br. Steel Corp. open Rep. GS/TECH/V/6/72/C.

Este instrumento de 17 canales puede adaptarse con una variedad de tubos de rayos-X y cristales analizadores e incorporarse a contadores de scintilación y contadores proporcionales de flujo (llenados con Argometano ó Ne-metano) para detección. Es posible el análisis automático con el uso de un sistema de almacenamiento de 160 muestras y el instrumento puede unirse a una computadora. Las gráficas de calibración y reproducibilidades de Si, Mn, P, S, Mo, Cu, V y W -- en aceros de baja aleación y para Fe, Mn, Ca, P, Si y Al en óxidos

(minerales, tobas y escorias) han sido establecidas con el uso del instrumento y se considera que demuestran el potencial considerable del MRS 3.

3087 Determinación de trazas de algunos elementos en acero ARMCO por activación de neutrones.

Jaskolskv, H.; Rowinska, L.; Walis, L., y Radwan, M. J. radioanalyt. Chem., 1973, 13(1), 41-52.

Métodos previamente descritos, basados en la irradiación térmica de neutrones, seguida por separaciones radioquímicas involucrando la extracción ó precipitación en presencia de transportadores inactivos se han adaptado a la determinación de As, Au, W, Mo, Ga, In, Sc y La en acero. Los rendimientos radioquímicos fueron 30-80% y los límites menores de determinación fueron 0.1 partes por  $10^9$  para Au, una parte por  $10^9$  para In, Ga, La, W y As, y 0.01 p.p.m. para Mo y Sc.

3622 Determinaciones electrogravimétricas con un electrodo vibrante.

Kuchta, K. G-I-T Fachz. Lab., 1973, 17 (4).

Se describe un aparato convencional diferente, en el cuál el electrodo vibra a 40 Hz. Los resultados de aplicación a la determinación de -- Cu, Pb, W y Sb se presentan. Las ventajas reclamadas son : un análisis más rápido y mejor estructura de precipitación.

3729 Separación de Tl (I) sobre intercambiadores aniónicos en forma de carbonato.

Eristvi, V.P. y Mgaloblischuily, M.G. Zh. analit. Chim, 1973, 28 (3), 1390-1393.

Los elementos que interfieren In, Be, U (VI), Fe, Zn, Ga, Cd, Cu, Ni, Pb, Al, Cr, Ti, Mn, Mo, W y V (cantidades menores de 20 mg) pueden separarse de una muestra de 25 ml de solución de Tl (I) (conteniendo 0.1 a 1mg de Tl por ml) por adsorción sobre una columna (15 cm X 16 mm) empacada con un intercambiador aniónico AV-17- (forma  $\text{CO}_3^{2-}$ ) a pH 2.5, el Tl (I) se eluye con agua (50 ml), oxidado con Br a Tl (III) y determinado fotométricamente con Rodamina B (C.I. violeta básico 10) como reactivo. Los errores relativos para la determinación de Tl en el rango de concentraciones dado son menores de aproximadamente el 8%.

3789 Estudios sobre reducciones con V (II). Titulación potenciométrica de W (VI) con V (II).

Akinchan, N.T., y Prasad, S.N. Zav. Lab., 1973, 45 (5), 1570-4.

Cuando el W (IV) (mM) es titulado potenciométricamente con V(II) a 28-30°, solamente una inflección en la curva de titulación, correspondiente al consumo de una mol de V (II) por mol de W (IV) se obtiene. Si las titulaciones se llevan a cabo de 39-41°, se obtiene una inflección adicional, correspondiente al consumo de 3 moles de V (II)

por mol de W (VI). La titulación de V (II) con W (VI) solamente es posible de 39-41<sup>o</sup>, se obtiene una inflexión. La reacción es casi cuantitativa y debe ser útil para la estimación de W (VI) en solución diluida, ya que es más exacta que otros métodos volumétricos ó gravimétricos.

3797 Determinación no destructiva de trazas de impurezas en fierro, por análisis de activación térmica de neutrones con isótopos de larga vida. Pelekis, L. Dokl. Akad. Nauk. tadzhik. SSR, 1973, 15 (6), 34-38.

Se describe la determinación si multánea de Co, Cu, W, As, Ga y Sb en especímenes de Fe, ya sea en forma cilíndrica o como bolitas comprimidas; las muestras fueron irradiadas por 6 horas en un flujo térmico de neutrones de aproximadamente  $5 \times 10^{11}$  neutrones por  $\text{cm}^2/\text{seg}$  después declinando por 20 hrs. , el espectro gama se midió con un detector de Ge (Li) y un analizador de 400 canales, el espectro se guardó sobre una tapa magnética para futuro procesamiento por una computadora PDP-9.

Se dan relevantes datos nucleares para isótopos producidos de Fe, --  $^{56}\text{Fe}$ ,  $^{57}\text{Fe}$  y  $^{58}\text{Fe}$ , la principal actividad matriz es la del  $^{56}\text{Mn}$ . Como estándares se usaron polvos de multi elementos y se demostró su homogeneidad. El coeficiente de variación (%) cuando se usan los picos más adecuados son 1.9 para W; 1.3 para As; 2.8 para Ga; 1.3 para Co y 2.5 para Cu.

## BIBLIOGRAFIA

- 1) Ander, P. and Sonnessa, A. J. Principles of Chemistry. The Macmillan Company, N. Y. ( 1965).
- 2) Bell, C. F. and Lott, A.K. Un esquema moderno de la Química Inorgánica. ED. Alhambra, España (1969).
- 3) Blaedel, W. J. and Meloche, V. W., Elementary Quantitative Analysis, Theory and Practice, 2nd. Ed, Harper & Row, N. Y. - (1966).
- 4) Goddard, F. W. and James, E.J. F., The Elements of Physical Chemistry. Longmans Green & Co Ltd, London (1967).
- 5) Furman, H. Standard Methods of Chemical Analysis. Vol II, 6th Ed. D. Van Nostrand Co., Inc. N.Y. (1962).
- 6) Hillebrand, W. F.; Lundell G. E. F. et al. Applied Inorganic - Analysis, 2nd. Ed. J. Wiley, N. Y. (1953).
- 7) Li, K. C. and Wang, C. Y. Tungsten, 3th. Ed. Reinhold Publishers, N. Y. (1955).
- 8) Orgel, L. E. Introducción a la Química de los metales de transición. Ed. Reverté, S. A., España (1964).
- 9) Rieck, D. G. Tungsten and its Compounds. Pergamon Press, N. Y. (1967).
- 10) Pecsok, R. L. and Shields, L.D. Modern Methods of Chemical

Analysis. J. Wiley, N. Y. (1968).

- 11) Schoeller, W. R. and Powell, A. R. The Analysis of Minerals - and Ores of the rarer Elements. 3th. Ed. Charles Griffin & Company Limited, London (1955).
- 12) Smith, H. B. Chapters in the Chemistry of the less familiar Elements. Vol. II. Stipes Publishing, Co. Champaing, Ill. (1939).
- 13) Wagner, W. ; Hull, C. J. and Markle, G. E. Advanced Analytical Chemistry. Reinhold Publishing Corporation, N. Y. (1956).