

*Prácticas
de análisis químico
cualitativo I*

Mercedes Eulalia Sosa Martínez

Prácticas de análisis químico cualitativo I

Ing. Mercedes Eulalia Sosa Martínez



Editorial
Pueblo y Educación

67:764

Este libro,
en tus manos de estudiante,
es instrumento de trabajo
para construir tu educación.
Cuidalo,
para que sirva también
a los compañeros que te sigan.

Edición: Prof. Norka Susana Rodríguez Varona
Diseño: José A. Fernández Lescaille
María Elena Gil Mc Beath

© Mercedes Eulalia Sosa Martínez, 1986
© Editorial Pueblo y Educación, 1986

EDITORIAL PUEBLO Y EDUCACIÓN
Calle 3ra. A No. 4605, entre 46 y 60,
Playa, Ciudad de La Habana

SNLC:CU 01.36471.5

Impreso por el Combinado Poligráfico "Osvaldo Sánchez", taller 03, 1986.

Prólogo

Este libro recoge las prácticas de Análisis Químico que se utilizan en la especialidad de metalurgia no ferrosa; contiene una introducción general sobre las instrucciones que deben cumplirse para desarrollar un buen trabajo, así como las técnicas de análisis de aniones y cationes más usuales y la forma de desarrollarlas. De estas técnicas de análisis se seleccionan los tipos de aniones y cationes que tienen interés en la ingeniería metalúrgica. Además, todos los tipos de ensayos por vía húmeda y vía seca que se pueden realizar en esta especialidad.

Al final del libro aparece un anexo que contiene tablas, de las cuales dos de ellas (9 y 11) deben ser completadas por los alumnos y entregarlas a manera de informe final, además, siete esquemas donde se recogen las marchas sistemáticas de los grupos de iones estudiados.

Este libro es el complemento del libro de texto *Química analítica cualitativa*

Antes de finalizar, deseamos expresar nuestro agradecimiento a los compañeros del Departamento de Química —Procesos de la Facultad de Metalurgia— Electro-mecánica y a todos los compañeros que con sus sugerencias han contribuido a la confección de este libro.

También agradecemos a los lectores todas aquellas críticas y sugerencias que contribuyan a mejorar el contenido de este.

Esperamos que el libro sea también de utilidad a otras especialidades de ingeniería de nuestro país.

La autora

Índice

Introducción /5

1 INTRODUCCIÓN AL ANÁLISIS QUÍMICO /7

Práctica No. 1 Introducción al análisis /7

Técnicas de las operaciones analíticas /8

Práctica No. 2 Reacciones por vía húmeda /10

Práctica No. 3 Reacciones por vía seca /13

2 ANÁLISIS CUALITATIVO DE ANIONES /19

Práctica No. 4 Estudio del grupo I de aniones /19

Práctica No. 5 Estudio de los grupos II y III de aniones /21

Práctica No. 6 Estudio de la marcha sistemática de aniones /24

3 ANÁLISIS CUALITATIVO DE CATIONES /29

Práctica No. 7 Estudio del grupo I de cationes /29

Práctica No. 8 Estudio del grupo II de cationes /31

Práctica No. 9 Estudio del grupo III de cationes /38

Práctica No. 10 Estudio del grupo IV de cationes /42

Práctica No. 11 Estudio del grupo V de cationes /45

Práctica No. 12 Estudio de la marcha sistemática de cationes (1ra. parte)
grupos I, II y V de cationes /47

Práctica No. 13 Estudio de la marcha sistemática de cationes (2da. parte)
grupos III y IV de cationes /54

Bibliografía /60

Anexo /61

Introducción

La Química Analítica ha sido definida como la ciencia y el arte de determinar la composición de los materiales, por la forma de los elementos o compuestos que contienen.

La Química Analítica Cualitativa tanto en el aspecto teórico como en el práctico se basa en el principio general, de que la finalidad principal del análisis cualitativo es identificar los grupos químicos que componen una muestra, y separarlos unos de otros. Este objetivo se logra mediante el desarrollo de las prácticas de laboratorio.

En este libro nos dedicamos al estudio de las técnicas de análisis que se utilizan en la Química Analítica Cualitativa.

En el capítulo 1, Introducción al análisis químico, estudiaremos: introducción al análisis, reacciones por vía húmeda y reacciones por vía seca; en el capítulo 2, los tres grupos de aniones con sus marchas y, en el capítulo 3, los cinco grupos de cationes con sus marchas correspondientes.

Esperamos que este libro sirva de guía para nuestros estudiantes en sus trabajos de laboratorio, los lleve a la esencia de cada uno de los temas tratados y los ayude a desarrollar hábitos y habilidades en su trabajo futuro.

Para lograr los objetivos planteados en las prácticas debemos tener en cuenta la estructura que estas poseen y cumplir con todo lo que se orienta en sus partes:

1. Título:

2. Objetivos:

En esta parte se señalan los conocimientos que el alumno comprobará experimentalmente y algunas manipulaciones que realizan durante las prácticas.

3. Introducción teórica:

Aquí se plantean en forma breve, aspectos teóricos que tienen estrecha relación con la práctica a desarrollar.

4. Materiales y reactivos:

Aquí se relacionan todos los materiales y reactivos que el alumno utiliza durante las prácticas.

5. Técnica operatoria:

Se plantean en esta parte en forma ordenada las operaciones que el estudiante utilizará durante las prácticas.

6. Esquemas:

Describen las marchas analíticas de cada grupo de iones, donde se indican los pasos a seguir durante las prácticas.

Tablas:

En estas se relacionan los datos que los estudiantes deben obtener durante las prácticas, los que se entregarán como informe final de estos.

7. Informe final:

Contiene los resultados obtenidos, conclusiones y observaciones realizadas durante las prácticas. Este se entrega al profesor.

INTRODUCCIÓN AL ANÁLISIS QUÍMICO

Práctica No. 1 Introducción al análisis

Objetivos

- Conocer las orientaciones generales para el trabajo en el laboratorio.
- Conocer las técnicas más usuales con sus operaciones analíticas: concentración, filtración, centrifugación, calentamiento y evaporación de las muestras objeto de análisis.

Introducción teórica

En el Análisis Químico, tanto cualitativo como cuantitativo es importante saber cómo se deben manejar los diferentes utensilios e instrumentos de laboratorio y el cuidado que hay que tener cuando se está trabajando con estos, por eso es imprescindible conocer las orientaciones generales para trabajar en el laboratorio.

Orientaciones generales para trabajar en el laboratorio

Para realizar un trabajo analítico correcto deben seguirse algunas normas, como son:

1. Mantener un orden estricto en la manipulación de los materiales.
2. La limpieza es fundamental para evitar contaminaciones, tanto en los reactivos, como en el material con que se trabaja.
3. Debe seguirse el método dado sin suprimir ninguna operación, ni sustituirla por otra, ya que esto puede traer como consecuencia resultados erróneos.
4. Para realizar un análisis correcto deben observarse todos los detalles del experimento, aunque parezcan mínimos, ya que estos pueden ayudar a conducir el experimento por caminos correctos que nos lleven a un resultado exitoso.
5. Cumplir con las reglamentaciones establecidas para el uso correcto de los equipos en el laboratorio. Además, en todo laboratorio, para concluir con un buen trabajo deben seguirse las siguientes instrucciones:
 - 1) Los equipos y utensilios de vidrio o de porcelana deben estar perfectamente limpios.
 - 2) Después de usar cada objeto se ha de lavar bien con ayuda de un hisopo y si es necesario usar detergente.
 - 3) La meseta de trabajo debe mantenerse limpia y seca.
 - 4) No deben acumularse demasiados objetos sobre la mesa: frasco lavador, mechero, soporte, etc.
 - 5) Cada objeto debe tener su lugar específico a fin de encontrarlo cuando se necesite.
 - 6) Al usar el pomo de reactivo, el tapón no debe dejarse sobre la mesa, sino sostenerlo entre los dedos durante su uso y taparlo tan pronto se termine para evitar la contaminación que implique la pérdida del análisis.

- 7) Antes de empezar un experimento lea el procedimiento completo y adquiere la seguridad de que se comprende la finalidad de añadir cada reactivo.
- 8) Examine el rótulo del frasco antes de añadir cada reactivo.
- 9) Todas las operaciones que dan por resultado desprendimiento de humos o gases desagradables deben realizarse bajo la campana.
- 10) No deben pedirse reactivos prestados.
- 11) Los vasos de precipitados y cápsulas que contengan ácidos no deben manipularse con pinzas metálicas, porque estas reaccionan con los ácidos y por tanto se introduce algo de metal en la disolución.
- 12) Asegurarse de que se pone el rótulo debido a todas las disoluciones y precipitados que han de utilizarse en etapas posteriores.
- 13) Para realizar un ensayo que dependa de la formación de un precipitado, es condición esencial que tanto la disolución que se va a utilizar como el reactivo estén absolutamente libres de partículas en suspensión.

Técnicas de las operaciones analíticas

El conocimiento de las técnicas de las operaciones analíticas es fundamental e indispensable para realizar un buen trabajo en el laboratorio.

A continuación nos referiremos a las técnicas más generales que emplearemos en las prácticas de Química Analítica.

Separación de sólido y líquido

Para separar un líquido de un sólido finamente dividido, suspendido en él, podemos utilizar diferentes operaciones:

- | | |
|----------------------------|-------------------|
| a) Decantación. | e) Calentamiento. |
| b) Filtración. | f) Evaporación. |
| c) Centrifugación. | g) Calcinación. |
| d) Lavado de precipitados. | |

Decantación

Esta operación es utilizada en aquellos casos en que el sólido mezclado con el líquido es pesado y se deposita en el fondo de la vasija en un tiempo mínimo, lo que permite que el líquido pueda verterse, cuidadosamente, o sea, decantarse. Ejemplo de este caso es la separación de arena suspendida en agua.

Filtración

Esta operación se utiliza cuando el sólido no se separa fácilmente, o cuando se desea una separación más completa que la que es posible obtener por decantación.

La filtración consiste en verter la disolución sobre un papel de filtro doblado colocado dentro de un embudo, que retiene el sólido, pero que deja pasar el líquido.

Para preparar un papel de filtro en forma simple, debe doblarse este, a lo largo de su diámetro, en dos mitades, después en ángulo recto con el primer doblez, en cuartas partes. El papel de filtro doblado se abre entonces en forma de cono, una parte de este, tiene el grueso de tres veces el papel y, la otra parte, del grueso del papel. Coloque el papel de filtro en el embudo. El papel de filtro debe ajustar bien, si es preciso varíese el ángulo del doblez. Para que quede bien ajustado al embudo

humedézcase con agua. Una vez que esta ha filtrado, apriétese el papel fuertemente contra los lados del embudo con los dedos, para eliminar las burbujas de aire, el filtro puede entonces usarse.

Los filtros simples se emplean generalmente cuando es preciso conservar el precipitado para el trabajo posterior, porque es más fácil quitarlo de un filtro simple. Por el contrario, si en las siguientes operaciones se utiliza únicamente la disolución, se emplea el filtro plegado, el que asegura una mayor velocidad de filtración debido a que es mayor la superficie filtrante.

En los casos de precipitados muy abundantes, jarabes, aceites o cuando se quiere aumentar la velocidad de filtración, se utiliza la filtración a presión reducida o filtración al vacío.

La filtración al vacío se realiza con un embudo especial de porcelana llamado Buchner, que al igual que el corriente, requiere papel de filtro, aunque existen otros embudos y crisoles que no lo necesitan, pues constan de una placa de vidrio filtrante. Además, el papel puede sustituirse por otras sustancias tales como asbesto, algodón, etc., dependiendo de las características del precipitado y la disolución a filtrar.

Para efectuar la filtración se utiliza el embudo de porcelana, llamado Buchner y un erlenmeyer especial denominado kitasato; este tiene paredes gruesas y una tubuladura lateral en la que se conecta un tramo de goma de pared también gruesa. El otro extremo del tramo de goma se conecta a la llave de vacío, entre ambos se coloca un frasco denominado "frasco trampa" para recoger cualquier líquido o vapor que salga del kitasato y proteger así la bomba de vacío.

El fundamento de la filtración al vacío se basa en que al disminuir la presión en el kitasato se facilita que pase el líquido a través del papel de filtro, esta tiene la ventaja de que el sólido retiene menor cantidad de líquido.

Centrifugación

La centrifugación constituye el procedimiento más rápido, cómodo y limpio de separar precipitados. Esta se realiza en el aparato denominado centrífuga. Las centrífugas pueden ser eléctricas o manuales, para dos, cuatro o seis tubos de centrífugas.

En todos los casos hay que tener la precaución de colocar un tubo gemelo, con la misma cantidad de agua, en la parte opuesta a la que sostiene el tubo a centrifugar, para que la centrífuga esté bien nivelada.

Lavado de precipitados

Todos los precipitados tienen cantidades variadas de sustancias presentes que proceden del seno del líquido donde se formaron. Muchas de estas impurezas se suelen eliminar por lavados, los que se efectúan generalmente, con agua destilada a la que se ha añadido un poco de reactivo precipitante. Otras veces el precipitado presenta carácter coloidal y esto obliga a realizar el lavado con agua destilada a la que se añade un electrolito que ayuda a la separación.

El lavado debe efectuarse con pequeñas porciones de líquido y repetidas veces (2 o 3), esperando que filtre la totalidad del líquido cada vez, mejor que una sola vez con mucho líquido.

Calentamiento

A menudo en nuestros análisis será necesario calentar las disoluciones en tubos de ensayo; esta operación es muy sencilla, pero da lugar a numerosos accidentes si no se toman las precauciones necesarias.

El tubo de ensayo, bien seco exteriormente, debe introducirse en la llama, ligeramente inclinado, cuidando que la boca de este no quede hacia el operador. Mientras se calienta debe agitarse suavemente y dar vueltas para que todo el líquido se caliente por igual y se eviten las proyecciones por ebullición súbita. Debe aplicarse el calor como está establecido, teniendo cuidado de que la llama no se aplique por encima del nivel del líquido, ya que la rápida formación de vapor hace en ocasiones que se derrame el contenido del tubo de ensayo.

Evaporación

Esta operación se utiliza para concentrar líquidos o para llevar a sequedad la sustancia disuelta, no debe hacerse en general a llama directa, ya que se corre el riesgo de proyecciones, pérdidas por volatilización o descomposición del producto seco. Para realizar la evaporación en baños de arena o baños de María no deben emplearse tubos de ensayo, ya que la pequeña superficie libre del líquido y la altura de las paredes sobre las que se condensa el líquido evaporado hace la evaporación lenta. Para que sea rápida se deben utilizar crisoles o cápsulas de porcelana de tamaño apropiado a la cantidad de líquido.

Calcinación

La calcinación se verifica a la llama directa en crisoles o cápsulas de porcelana hasta la total eliminación de líquido. Después de haber estudiado las medidas de protección necesarias para el trabajo en el laboratorio ya ustedes están en condiciones de comenzar a realizar los análisis correspondientes.

Práctica No. 2 Reacciones por vía húmeda

Objetivo

- Desarrollar los hábitos de observación, experimentación, investigación y habilidades, mediante el desarrollo de los ensayos por vía húmeda.

Introducción teórica

Cuando queremos llevar a cabo el análisis cualitativo de una muestra podemos utilizar reacciones entre sólidos o reacciones que tienen lugar en disolución, así estas se clasifican en:

- a) Reacciones por vía húmeda son las que tienen lugar en disolución
- b) Reacciones por vía seca son las que tienen lugar entre sólidos.

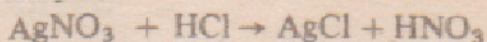
En la práctica de hoy nos dedicaremos al estudio de las reacciones por vía húmeda que son las que tienen lugar entre iones en disolución adecuada, generalmente en disolución acuosa. Dentro de estas reacciones tenemos tres tipos:

1. Reacciones con formación de precipitados.
2. Reacciones con desprendimiento de gases.
3. Reacciones con cambio en la coloración de la disolución.

Reacciones con formación de precipitados

Donde el producto de la reacción es un precipitado visible de diferentes coloraciones de acuerdo con las sustancias reaccionantes.

Ejemplo:

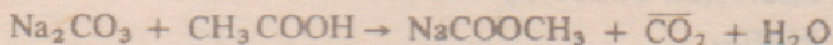


Blanco

Reacciones con desprendimientos de gases

En este tipo de reacciones se obtiene el desprendimiento de un gas, el que puede ser incoloro o coloreado, pero que puede reconocerse.

Ejemplo:

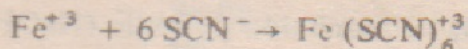


Incoloro

Reacciones con cambio en la coloración de la disolución

En este tipo de reacciones al final del ensayo se observa que ha tenido lugar un cambio en la coloración.

Ejemplo:



Amarillo

Rojo
intenso

Materiales

Tubos de ensayo

Gradilla para tubos de ensayo

Probeta graduada

Reactivos

Ácido sulfúrico (H_2SO_4) $0,1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$

Nitrato de bario (BaNO_3) $0,1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$

Nitrato de plata (AgNO_3) $0,1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$

Ácido clorhídrico (HCl) $0,1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$

Sulfato de cobre (CuSO_4) $0,1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$

Hidróxido de sodio (NaOH) $0,1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$

Carbonato de sodio (Na_2CO_3) $0,1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$

Cinc metálico (Zn) granallas

Cromato de potasio (K_2CrO_4) $0,1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$

Permanganato de potasio (KMnO_4) $0,1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$

Nitrito de sodio (NaNO_3) $0,1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$

Ácido sulfúrico (H_2SO_4) $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$

Cloruro férrico (Fe_2Cl_3) $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$

Tiocianato de potasio (KSCN) $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$

Sulfato de manganeso (MnSO_4) $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$

Bismutato de sodio (NaBiO_3) $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$

Fósforo (cerillas)

Técnica operatoria

En esta práctica vamos a comprobar si ocurren o no las reacciones de este tipo.

1. Reacciones con formación de precipitados

- a) Reacción del ácido sulfúrico (H_2SO_4) con nitrato de bario (BaNO_3) ambos en disolución.
 - Añada en un tubo de ensayo 2 mL de H_2SO_4 $0,1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ y sobre estos añada 2 mL de disolución de BaNO_3 $0,1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$.
 - Observe lo que ocurre.
 - Escriba la reacción correspondiente.
- b) Reacción del nitrato de plata (AgNO_3) con ácido clorhídrico (HCl).
 - Añada en un tubo de ensayo 2 mL de disolución de AgNO_3 $0,1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ y sobre estos añada 2 mL de disolución de HCl $0,1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$.
 - Observe lo que ocurre.
 - Escriba la reacción correspondiente.
- c) Reacción entre el sulfato de cobre (CuSO_4) e hidróxido de sodio (NaOH).
 - Añada en un tubo de ensayo 2 mL de disolución de CuSO_4 $0,1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ y 2 mL de disolución de NaOH $0,1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$.
 - Observe el resultado de la reacción.
 - Escriba la reacción correspondiente.

2. Reacciones con desprendimiento de gases

- a) Reacción entre una disolución de carbonato de sodio (Na_2CO_3) y el ácido clorhídrico (HCl).
 - Añada en un tubo de ensayo 3 mL de disolución de Na_2CO_3 $0,1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ y 3 mL de disolución de HCl $0,1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$.
 - Observe el gas que se desprende.
 - Escriba la reacción correspondiente y señale el gas desprendido.
- b) Reacción entre el ácido sulfúrico (H_2SO_4) y el cinc metálico (Zn).
 - Añada en un tubo de ensayo 3 mL de disolución de H_2SO_4 $0,1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ y una granalla de Zn .
 - En esta reacción se observa el desprendimiento de un gas, para comprobar esto, coloque un fósforo en la boca del tubo de ensayo durante el desarrollo de la reacción y observe lo que ocurre.
 - Escriba la reacción correspondiente y señale el gas desprendido.

3. Reacciones con cambio en la coloración de la disolución

Nota. En este tipo de ensayo el alumno debe tener presente la coloración de la disolución al inicio y al final del experimento.

- a) Reacción del ácido sulfúrico (H_2SO_4) con el cromato de potasio (K_2CrO_4).
 - Añada en un tubo de ensayo 3 mL de disolución de H_2SO_4 $0,1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ y 3 mL de disolución de K_2CrO_4 $0,1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$.
 - Observe lo que ocurre.
 - Escriba la reacción correspondiente.

- b) Reacción entre el permanganato de potasio (KMnO_4) y el nitrito de sodio (NaNO_2) en medio ácido.
- Añada en un tubo de ensayo 3 mL de disolución de KMnO_4 $0,1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$, 1 mL de disolución de NaNO_2 $0,1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ y cuatro gotas de H_2SO_4 $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$.
 - Observe el cambio de coloración (tengan en cuenta que esta es una reacción de oxidación-reducción).
 - Escriba la reacción.
- c) Reacción entre el cloruro férrico (FeCl_3) y el tiocianato de potasio (KSCN).
- Tome un tubo de ensayo y añada 2 mL de FeCl_3 $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ y 2 mL de KSCN $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$.
 - Observe el color de los reactivos antes de unirlos.
 - Observe el cambio de coloración que sufre la reacción.
 - Escriba la reacción correspondiente.
- d) Reacción entre el sulfato de manganeso (MnSO_4) y el bismutato de sodio (NaBiO_3) en medio ácido.
- Añada en un tubo de ensayo 2 mL de MnSO_4 $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$, 2 mL de NaBiO_3 $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ y 0,5 mL de H_2SO_4 $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$.
 - Observe el color inicial y el final de la reacción.
 - Escriba la reacción correspondiente.

Informe final

1. Entregue las observaciones hechas en cada experimento, o sea, informe los resultados.
2. Escriba las reacciones correspondientes a cada experimento, señalando en cada caso las sustancias que determinan el tipo de reacción ocurrida.

Nota. Es necesario dominar los tipos de reacciones y poder establecer las diferencias entre estas.

Práctica No. 3 Reacciones por vía seca

Objetivo

- Conocer las reacciones por vía seca más utilizadas y su aplicación en el análisis de diferentes minerales.

Introducción teórica

Las reacciones o ensayos por vía seca se practican sobre las muestras sólidas o sobre productos procedentes de evaporar a sequedad la disolución problema a analizar.

Los ensayos más importantes en el análisis por vía seca son los siguientes:

1. Ensayos de coloración a la llama.

2. Ensayos de formación de perlas coloreadas:

- a) Perlas ácidas.
- b) Perlas básicas.

3. Ensayos sobre el carbón.

4. Ensayos en tubos cerrados.

5. Ensayos en tubos abiertos.

Nota. Nos referiremos brevemente a cada tipo de ensayo:

Ensayos de coloración a la llama

Estos ensayos se realizan con la ayuda de un hilo de platino de unos 10 cm de largo por 0,5 mm de diámetro, engarzado en una varilla maciza de vidrio que le sirve como soporte y utilizando la metodología adecuada se realiza el ensayo usando la base de la llama del mechero.

Ensayos de formación de perlas coloreadas

Este tipo de ensayo se realiza utilizando el hilo de platino con las mismas características que los ensayos de coloración a la llama, utilizando la propiedad que poseen diferentes sustancias de formar perlas coloreadas al fundirse en el extremo del hilo de platino.

Las perlas pueden ser de diferentes colores de acuerdo con las sustancias que se utilicen y según el carácter oxidante o reductor de la llama empleada.

Las perlas pueden ser ácidas o básicas de acuerdo con las sustancias que se empleen en los ensayos.

- a) Las perlas ácidas se obtienen con bórax ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) y el fosfato ácido de amonio y sodio tetrahidratado ($\text{PO}_4\text{H}\text{NH}_4\text{Na} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$).
- b) Las perlas básicas se obtienen con carbonato de sodio (Na_2CO_3) o carbonato de potasio (K_2CO_3).

Ensayos sobre el carbón

Este tipo de ensayo se realiza sobre un trozo de carbón de madera en el que se abre una cavidad pequeña con la punta de un cortaplumas o con una fresa de acero.

En esta cavidad se coloca un poco de la sustancia que se va a analizar (en polvo), mezclada con carbón en polvo (reductor) o carbonato sódico anhidrico (oxidante) (en exceso). Toda esta mezcla después de ser colocada en la cavidad se somete al dardo del soplete pudiendo ocurrir diferentes fenómenos.

La utilización de una u otra zona de la llama depende de la forma en que se use el carbón. Cuando el carbón se usa como simple soporte infusible, se emplea la llama oxidante y fundente. Cuando se desea aprovechar las propiedades reductoras del carbón, entonces se emplea la llama reductora.

De acuerdo con las sustancias que se analicen serán los fenómenos que se presenten. (Ver pp. 527-528 del libro de texto *Química Analítica Cualitativa*.)

Entre los fenómenos que se pueden presentar tenemos:

Deflagración.

Decrepitación.

Cambios de color.

Desprendimiento de gases o vapores.

Formación de aureolas.

Fusión.

Reacción del h  par.

Ensayos en tubos cerrados

Para realizar este ensayo se utiliza un tubo de vidrio de 8-10 cm de largo y 6-7 mm de di  metro, cerrado por un extremo en forma de bola. A este tubo se le suministra calor para que se realicen las reacciones. En este ensayo, en el cual no ocurren fen  menos de oxidaci  n por falta de circulaci  n del aire se pueden observar diferentes fen  menos de acuerdo con las caracter  sticas que posea el mineral a analizar. Los fen  menos que se pueden presentar son los siguientes:

Cambio de color.

Fusiones.

Volatilizaciones (olor)

Sublimaciones

Disociaciones parciales o totales, etc.

Consulte el libro de texto *Qu  mica Anal  tica Cualitativa* (pp. 531-533) para realizar el informe posterior.

Ensayos en tubos abiertos

Se emplea un tubo de 12 cm de largo por 5 mm de di  metro y con un   ngulo obtuso a unos 3 cm de uno de sus extremos.

En este tipo de ensayo se producen todos los fen  menos que ocurren en los tubos cerrados, debido a la acci  n del calor y, adem  s, se suman los debidos al ox  geno del aire que circula a trav  s del tubo, oxidando por ejemplo al S, As, arseniuros, sulfuros, etc. Por tanto se debe observar especialmente desprendimiento de gases y formaci  n de sublimados.

Materiales

Hilo de platino

Quemador de gas tipo Bunsen

Tubo cerrado

Tubo abierto

Carb  n vegetal

Soplete

Papel tornasol azul

Reactivos

  cido clorh  drico (HCl) 7,5 mol $\cdot$ L⁻¹

Calcopirita (CuFeS₂)

Celestina (SrSO₄)

Fosfato   cido de sodio y amonio tetrahidratado (sal de f  sforo.
(NH₄NaHPO₄ $\cdot$ 4 H₂O))

Cromita (Cr₂O₄Fe)

Pirolusita (MnO_2)
 Trióxido de arsénico (As_2O_3)
 Carbón vegetal en polvo
 Trióxido de antimonio (Sb_2O_3)
 Galena (PbS)
 Carbonato de sodio (Na_2CO_3)
 Cuprita (Cu_2O)
 Limonita ($\text{FeO}(\text{OH}) \cdot n\text{H}_2\text{O} + \text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$)
 Malaquita ($\text{CO}_3\text{Cu}_2(\text{OH})_2$)
 Pirita (FeS_2)
 Arsenopirita (FeAsS)

Técnica operatoria

Nota. En esta práctica vamos a comprobar si ocurren o no algunos de los ensayos antes mencionados.

1. Ensayos de coloración a la llama

- Tome el hilo de platino y pruebe que no se obtiene coloración a la llama.
- Sumerja el hilo de platino en HCl $7,5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ y tome un poco del mineral calcopirita con el hilo humedecido e introdúzcalo en la base de la llama (llama reductora).
- Repita el ensayo anterior utilizando el mineral celestina (SrSO_4).
- Observe las coloraciones que se obtienen a la llama.
- De acuerdo con las coloraciones que se obtienen y con la constitución de cada mineral, remítase a la tabla 1 (Ensayos de coloración a la llama) que aparece en el anexo, e informe a qué elementos se deben los resultados obtenidos.

2. Ensayos de formación de perlas coloreadas

- a) Para realizar este ensayo se utiliza el hilo de platino y la técnica apropiada de acuerdo al tipo de perla.
 Realicemos el ensayo con la perla de sal de fósforo (fosfato de ácido de amonio y sodio tetrahidratado).
 - Introduzca el hilo de platino en la llama y cuando esté al rojo toque con él un poco de sal de fósforo ($\text{PO}_4\text{H}_2\text{NH}_4\text{Na} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) y funda a la llama. Observe primero la fusión acuosa y la fusión ígnea de la perla. Se obtiene una perla transparente.
 - Con la perla transparente aún caliente, se toma un poco de sustancia pulverizada del mineral a analizar (cromita (Cr_2O_3 Fe)) y se vuelve a calentar primero en la llama oxidante y después en la llama reductora hasta que se disuelva totalmente.
 - Repita el ensayo anterior utilizando el mineral pirolusita (MnO_2).
 - Rectifique los resultados obtenidos, comparándolos con los existentes en la tabla 2 (Coloración de las perlas ácidas) que aparece en el anexo.
- b) En las muestras problemas entregadas por el profesor determine los elementos que contiene el mineral como se indica en el inciso a.

3. Ensayos sobre el carbón

a) Para realizar el ensayo:

- Utilice un trozo de carbón vegetal con una cavidad pequeña en la cual colocamos la muestra a analizar (trióxido de arsénico (As_2O_3)) en polvo, mezclada con un poco de carbón vegetal en polvo.
- Someta la mezcla a la acción del dardo del soplete, de forma tal que actúe sobre la muestra la zona oxidante de la llama.
- Repita el ensayo utilizando una muestra de trióxido de antimonio (Sb_2O_3).

b) Para realizar el ensayo:

- Utilice un trozo de carbón vegetal con una cavidad pequeña en la cual colocamos la muestra a analizar (galena (PbS) mezclada con tres partes de Na_2CO_3 anhidro.
- Someta la mezcla a la acción del dardo del soplete, de forma tal que actúe sobre la muestra la zona reductora de la llama.
- Repita el ensayo utilizando una muestra del mineral cuprita (Cu_2O).
- Rectifique los resultados obtenidos comparándolos con los existentes en la tabla I.

Tabla I

Ensayos a la llama y al soplete con tratamiento previo de determinados reactivos

Anión	Reactivo	Color de la llama
Fosfatos, boratos	Ácido sulfúrico concentrado	Verde amarillento
Boratos, borosilicatos	Sulfato ácido de potasio y fluoruro cálcico	Verde esmeralda
Cloruro (azul púrpura) Bromuros (azul verdoso) Ioduros (verde esmeralda)	Perla de fósforo saturada de cobre, CuO	De verde a azul

4. Ensayos en tubos cerrados

a) Este ensayo se realiza utilizando el tubo descrito anteriormente (puede ser un tubo de ensayo).

- Introduzca en el interior del tubo, con cuidado de que no queden partículas en las paredes del tubo, un poco del mineral limonita* previamente desecado.
- Caliente directamente el tubo por el extremo cerrado procurando que la parte superior del tubo no se caliente para poder observar los fenómenos que puedan ocurrir.

*($FeO(OH) \cdot nH_2O + Fe_2O_3 \cdot nH_2O$).

b) Repita el ensayo del inciso a con los minerales siguientes:

Malaquita ($\text{CO}_3\text{Cu}_2(\text{OH})_2$).

Pirita (FeS_2).

Arsenopirita (FeAsS).

— Observe en cada caso, los fenómenos que ocurren y consulte en el libro de texto *Química Analítica Cualitativa* (p. 531) lo referente a qué elementos se deben los fenómenos detectados.

5. Ensayos en tubos abiertos

a) Este ensayo se realiza utilizando el tubo ya descrito.

— Introduzca el mineral pirita (FeS_2) en el vértice del ángulo del tubo y caliente, primero la punta inferior del tubo, y luego, el mineral, sosteniendo el tubo por la rama más larga y en posición casi vertical.

— Coloque un papel tornasol azul en la boca del tubo y explique a qué se debe el cambio de coloración y qué gas se desprende.

b) Repita el ensayo del inciso a, utilizando los siguientes minerales:

Trióxido de antimonio (Sb_2O_3).

Trióxido de arsénico (As_2O_3).

— Observe los fenómenos que ocurren y consulte en el libro de texto *Química Analítica Cualitativa* (p. 534) los resultados obtenidos, teniendo en cuenta la composición de cada muestra de mineral.

Informe final

1. Observe los resultados obtenidos en cada experimento.

2. Informe en cada experimento, de acuerdo con el mineral utilizado y la coloración obtenida, cuál es el elemento que se identifica.

ANÁLISIS CUALITATIVO DE ANIONES

Práctica No. 4 Estudio del grupo I de aniones

Objetivo

- Identificar los aniones del grupo I comprobando las propiedades de estos.

Introducción teórica

Los aniones que forman el grupo I son 14 en total; de estos solamente tres serán objeto de estudio, por ser los que poseen importancia para nuestra especialidad. Los aniones a estudiar son:

carbonato (CO_3^{2-}), fosfato (P_4^{3-}), sulfato (SO_4^{2-}).

El reactivo general de este grupo es el acetato de bario $\text{Ba}(\text{COOCH}_3)_2$ (catión Ba^{2+}) o una mezcla de $\text{Ba}(\text{COOCH}_3)_2$ (catión Ba^{2+}) y $\text{Ca}(\text{COOCH}_3)_2$ (catión Ca^{2+}) en un medio neutro o débilmente alcalino.

Los tres aniones del grupo son incoloros, los aniones CO_3^{2-} y PO_4^{3-} son básicos, mientras que el SO_4^{2-} es neutro.

De acuerdo con las características de los aniones estos reaccionan con diferentes reactivos generales y luego cada cual se identifica con su reactivo especial.

Para realizar el análisis comenzamos haciendo reaccionar la disolución que contiene los aniones del grupo I con el reactivo general, obteniéndose precipitado blanco de las sales cálcicas y báricas de todos los aniones. Posteriormente eliminamos los restos del reactivo general y pasamos a identificar cada anión con su reactivo especial.

Debemos aclarar que el anión CO_3^{2-} se debe identificar directamente de la disolución problema, ya que si se analiza al final se obtiene siempre, porque lo introducimos por medio de la práctica con los reactivos que utilizamos para los diferentes análisis (no debe olvidarse este detalle).

El anión CO_3^{2-} se identifica utilizando su característica particular de que al ser atacado por ácidos, se transforma hasta formar CO_2 y este gas se identifica recogiendo sobre "agua de barita" (hidróxido de bario recién preparado, obteniéndose un precipitado blanco).

El anión SO_4^{2-} se identifica utilizando su propiedad de formar precipitado de BaSO_4 frente a sales solubles del catión Ba^{2+} .

El anión PO_4^{3-} se identifica utilizando su reactivo especial: el molibdato de amonio frente al que se obtiene un precipitado de fosfomolibdato amónico.

Materiales

Probeta
Gradilla con tubos de ensayo
Mechero, trípode y tela de amianto
Beaker 500 mL
Embudo y soporte
Papel de filtro
Gotero
Papel indicador de pH
Probeta de 10 mL
Vidrio reloj

Reactivos

Disolución problema
Disolución de agua de barita ($\text{Ba}(\text{OH})_2$)
Ácido acético CH_3COOH
Acetato de calcio ($\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2$)
Acetato de bario ($\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2$)
 H_2O destilada
Ácido nítrico (HNO_3) 1:1
Ácido clorhídrico (HCl) $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$
Cloruro de bario (BaCl_2) $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$
Ácido nítrico (HNO_3) concentrado
Molibdato de amonio $(\text{NH}_4)_3 \cdot 12 \text{ MoO}_4$ o reactivo tartaricomolibdico*
Carbonato de sodio Na_2CO_3 al 30 %
Hidróxido de sodio (NaOH) al 30 %

Técnica operatoria

Nota. Para desarrollar los pasos de la técnica operatoria utilice la tabla 3 (Esquema del análisis del grupo I de aniones) que aparece en el anexo.

1. Mida en una probeta 2 mL de la disolución problema y viértala en un tubo de ensayo. Añada cinco gotas de HNO_3 concentrado. Tape el tubo de ensayo con un vidrio reloj, en el cual se ha colocado previamente una gota de "agua de barita" pendiente en su parte convexa. Precipitado blanco de BaCO_3 indica la presencia del anión CO_3^{2-} .

2. Tome 5 mL de la disolución problema, neutralice con CH_3COOH para disminuir el pH y que el CO_3^{2-} pase a formar CO_2 y H_2O hierva para expulsar CO_2 y precipite con 1 mL de disolución de $\text{Ca}(\text{COOCH}_3)_2$, más 1 mL de $\text{Ba}(\text{COOCH}_3)_2$ o caliente suavemente, deje enfriar y filtre.

El precipitado consta de sales cálcicas y báricas de los aniones del primer grupo.

* $(\text{NH}_4)_3 \cdot 12 \text{ MoO}_4 + \text{HNO}_3$ (concentrado) + $\text{CH}_3\text{COCH}_2\text{COOH}$

3. Lave bien el precipitado con agua que contenga unas gotas de $\text{Ba}(\text{COOCH}_3)_2$ (para estar seguros de que la precipitación ha sido total).
4. El precipitado obtenido en el paso 2, bien lavado, colóquelo en un tubo de ensayo y añádale 2 mL de Na_2CO_3 al 30 % y 0,5 mL de $\text{Na}(\text{OH})$ al 30 %. Hierva bien, mezclando con cuidado el precipitado y la disolución, deje enfriar y filtre. El precipitado se despreja, ya que contiene las sales sobrantes de los cationes Ba^{2+} y Ca^{2+} que pueden interferir posteriormente.
5. Neutralice cuidadosamente la disolución con HNO_3 (1:1) y diluya hasta 8 mL y utilice esta en la identificación de los diferentes aniones.

Identificación del anión sulfato (SO_4^{2-})

6. Tome 1 mL de la disolución preparada de este grupo (neutra) (paso 5). Añada diez gotas de HCl $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$, hierva hasta eliminar los gases que puedan producirse. Enfríe y separe cualquier precipitado que pueda aparecer. Añada a la disolución BaCl_2 $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$, hasta precipitación total (BaSO_4). Un precipitado blanco indica el anión SO_4^{2-} .

Identificación del anión fosfato (PO_4^{3-})

7. Tome cinco gotas de la disolución anterior (paso 5) añada cuatro gotas de HNO_3 concentrado e hierva hasta eliminar cualquier gas que pueda producirse. Añada 0,5 mL de $(\text{NH}_4)_3 \cdot 12 \text{ MoO}_4$ e hierva. Un precipitado amarillo indica anión PO_4^{3-} .

Nota. En presencia de silicatos es mejor emplear reactivo tartaromolibdico para identificar el anión PO_4^{3-} obteniéndose resultados similares.

Informe final

El informe contendrá el número de la disolución problema, así como los aniones encontrados y sus reacciones de identificación.

Práctica No. 5 Estudio de los grupos II y III de aniones

Objetivos

- Identificar los aniones del grupo II y un anión del grupo III.
- Comprobar las propiedades de los aniones analizados.

Introducción teórica

Grupo 2 de aniones

Los aniones del grupo II objeto de estudio son: cloruro (Cl^-), bromuro (Br^-), yoduro (I^-).

El reactivo general del grupo es el catión Ag^{+1} en medio ácido (nítrico), o sea, nitrato de plata (AgNO_3) en medio ácido.

Los tres aniones de este grupo precipitan con el reactivo general obteniéndose diferentes coloraciones que nos sirven como una orientación sobre los iones presentes.

El precipitado de los aniones del grupo II con AgNO_3 puede ser:

- AgI (amarillo)
- AgBr (blanco amarillento)
- AgCl (blanco).

Este grupo se analiza haciendo reaccionar la disolución que contiene los aniones del grupo con su reactivo general AgNO_3 en medio ácido (nítro), se obtiene un precipitado mezcla de las coloraciones antes señaladas. Se procede posteriormente a eliminar el resto del catión Ag^{1+} , usado como reactivo general, haciéndolo precipitar en forma de Ag_2S , mediante el Na_2S , eliminando el resto de este último reactivo por medio del calor.

Una vez realizados los pasos anteriores pasamos a la identificación de cada uno de los aniones, la cual se basa en las propiedades reductoras de estos. O sea, que para identificarlos, ellos se oxidan hasta su halógeno correspondiente y luego se procede a la identificación con diferentes reactivos especiales.

De acuerdo con el carácter reductor que presentan los aniones:

El anión Cl^- se puede oxidar con oxidantes fuertes como el KMnO_4 y luego, el cloro que se forma se reconoce con fluoresceína más bromuro de potasio.

El anión Br^- se identifica con oxidantes no tan fuertes, por ejemplo el $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ en medio ácido y luego el bromo que se forma se identifica con fluoresceína.

El anión I^- se identifica con oxidantes débiles, por ejemplo el NaNO_2 y el yodo que se forma se identifica con tetracloruro de carbono.

Grupo III de aniones

Este grupo está compuesto por varios aniones, pero nosotros solo estudiaremos el anión NO_3^- ya que el resto de los aniones no presenta interés para nuestra especialidad.

Este anión se identifica con varios procedimientos, pero el más selectivo es la reducción a NH_3 por el cinc, aluminio o cobre metálico. Esta reducción también puede lograrse con una mezcla de esos tres metales llamada aleación de varda, y luego reconocimiento del NH_3 con papel indicador universal. También en presencia de papel tornasol rojo el NH_3 (el cual tiene carácter básico) vira a azul.

Materiales

- Gradilla con tubos de ensayo
- Soporte para embudo
- Embudo y soporte
- Papel de filtro
- Gotero
- Mechero, trípode y tela de amianto
- Probeta de 5 o 10 mL
- Papel indicador universal
- Papel tornasol rojo

Reactivos

Disolución problema

Cinc (Zn)

Cobre (Cu)

Aluminio (Al)

Ácido nítrico (HNO_3) $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$

Disolución de nitrato de plata (AgNO_3) $0,1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$

Sulfuro de sodio (Na_2S)

Ácido acético (CH_3COOH) concentrado

Nitrito de sodio (NaNO_2) $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$

Tetracloruro de carbono (CCl_4)

Cloroformo (CHCl_3)

Ácido sulfúrico (H_2SO_4) concentrado

Ácido sulfúrico (H_2SO_4) $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$

Permanganato de potasio (KMnO_4) sólido

Bromuro de potasio (KBr)

Dicromato de potasio ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) sólido

Hidróxido de sodio (NaOH) $8 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$

Aleación devarda en polvo (mezcla de los melates cinc (Zn), aluminio (Al) y cobre (Cu))

Disolución de fluoresceína

Técnica operatoria

Nota. Para desarrollar los pasos de la técnica operatoria utilice la tabla 4 (Esquema del análisis de los grupos II y III de aniones) que aparece en el anexo.

Grupo III de aniones

El anión nitrato (NO_3^-) debe identificarse directamente de la disolución problema.

Reducción de NO_3^- a NH_3 .

1. Coloque que en un tubo de ensayo 0,5 mL de disolución problema alcalina con dos gotas de NaOH $8 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ y añada un poco de Zn, Al o Cu o aleación devarda en polvo. Coloque en la boca del tubo de ensayo un papel indicador universal o papel tornasol rojo. Caliente. Viraje a coloración azul indica anión nitrato (NO_3^-).

Grupo II de aniones

2. Tome la disolución problema restante, acidule con HNO_3 diluido y añada AgNO_3 hasta precipitación total. Filtre y lave con agua que contenga gotas de AgNO_3 . (Se desprecia la disolución.)

El precipitado puede ser amarillo de AgI, blanco amarillento de AgBr, o blanco de AgCl.

3. Lave el precipitado, y una vez lavado, dilúyalo en 2 mL de H_2O destilada a la que se añaden cuatro gotas de Na_2S . Caliente suavemente hasta que el precipitado sea totalmente negro. Filtre. (Desprecie el precipitado negro de Ag_2S .) Acidule el líquido con CH_3COOH e hierva hasta eliminar el H_2S que se forma. La disolución se utiliza para identificar los aniones del grupo.

Identificación del anión ioduro (I^-)

4. Tome cinco gotas de la disolución anterior, añada cinco gotas de $NaNO_2$, cuatro gotas de CCl_4 , acidule con H_2SO_4 concentrado y agite. Un color violeta con el disolvente orgánico anterior, indica anión ioduro (I^-).

Identificación del anión cloruro (Cl^-)

5. Coloque en un tubo de ensayo 0,5 mL de disolución acidulada con cuatro gotas de H_2SO_4 $2 \text{ mol} \cdot L^{-1}$ y un poco de $KMnO_4$ sólido, caliente y recoja los vapores de cloro formados sobre un papel de filtro impregnado en disolución de fluoresceína y KBr . Coloración rosada sobre el papel de filtro indica anión cloruro (Cl^-).

Identificación del anión bromuro (Br^-)

6. Tome 0,5 mL de la disolución acidulada en un tubo de ensayo y añada un poco de $K_2Cr_2O_7$ sólido. Acidule nuevamente con cinco gotas de H_2SO_4 $2 \text{ mol} \cdot L^{-1}$. Caliente procurando que no salpique el ácido y recoja los vapores de bromo sobre un papel de filtro impregnado en disolución de fluoresceína. Coloración rosada sobre el papel de filtro indica anión bromuro (Br^-).

Informe final

El informe contendrá el número de la disolución problema, así como los aniones encontrados y sus reacciones de identificación.

Práctica No. 6 Estudio de la marcha sistemática de aniones

Objetivos

1. Analizar la marcha sistemática de aniones, separando los tres grupos existentes.
2. Identificar cada uno de los aniones que integran los grupos.

Introducción teórica

En esta parte analizaremos cómo es posible separar los aniones de los grupos e identificar cada uno de ellos cuando se encuentran formando parte de una disolución problema común.

Para esto recordaremos los aniones estudiados, diferenciándolos por grupo.

Grupo I

Aniones CO_3^{2-} , PO_4^{3-} y SO_4^{2-}

Reactivo general

Cationes Ca^{2+} y Ba^{2+} en un medio neutro o débilmente alcalino

Grupo II

Aniones Cl^- , Br^- y I^-

Reactivo general

Catión Ag^{1+} en medio nítrico

Grupo III

Anión NO_3^-

En esta práctica partimos de una disolución problema que contiene aniones de los tres grupos estudiados, se emplean los reactivos generales para realizar la separación de los grupos y posteriormente se procede a la investigación y reconocimiento de cada anión según las técnicas aplicadas en el análisis de los grupos por separado.

Tenemos que considerar que los aniones carbonato (CO_3^{2-}) y nitrato (NO_3^-) deben identificarse directamente de la disolución problema, puesto que por medio de la marcha ellos son incluidos con los diferentes reactivos que se utilizan en los análisis.

La identificación del anión carbonato (CO_3^{2-}) se efectúa liberando CO_2 por adición de un ácido mineral y reconociendo este gas con H_2O de barita ($\text{Ba}(\text{OH})_2$) obteniéndose un precipitado de BaCO_3 blanco.

Los aniones del grupo I se separan del resto utilizando el reactivo general del grupo, o sea, haciéndolos precipitar con una mezcla de acetato de calcio y acetato de bario.

Los precipitados obtenidos se tratan con una mezcla de Na_2CO_3 y NaOH sufriendo de esta manera todos los precipitados una doble descomposición. Esto permite obtener una disolución que contiene las sales alcalinas de los aniones de este grupo, libres de los cationes Ca^{2+} , Ba^{2+} y de los aniones de otros grupos, o sea, se elimina el exceso de los cationes Ca^{2+} y Ba^{2+} .

El análisis de esta disolución se hace en porciones separadas, utilizando una parte para identificar el anión SO_4^{2-} y la otra para identificar el anión PO_4^{3-} , según los procedimientos conocidos.

Para analizar el grupo II de aniones, se utiliza la disolución obtenida en el primer paso del tratamiento, la que se acidula con HNO_3 diluido y se le añade una disolución de AgNO_3 hasta precipitación total, quedando en disolución los aniones del grupo III.

El precipitado contendrá los aniones del grupo II, o sea:

Cl Ag (blanco)

Br Ag (blanco amarillento)

I Ag (amarillo)

Este precipitado de las sales del catión Ag^+ se suspende en H_2O y se trata con Na_2S con el fin de precipitar Ag_2S (precipitado negro) y de esta forma eliminar el exceso del catión Ag^+ .

La disolución se acidula con ácido acético y se hierve para eliminar el H_2S que se forma. En la disolución encontrarán los aniones en forma de sales sódicas.

Los pasos de la marcha que siguen serán el reconocimiento conjunto de los aniones Cl^- , Br^- y I^- porque cuando se trabaja con una disolución problema común para analizar los tres grupos de aniones, se ha comprobado prácticamente que se obtienen mejores resultados de esta forma, que utilizando la forma clásica

de identificación de esos aniones. El reconocimiento conjunto consta de los siguientes pasos:

Primero. Reconocer el anión I^- con $NaNO_2$ y CCl_4 . Si el ensayo es positivo, eliminamos el anión I^- por ebullición prolongada con $NaNO_2$ y H_2SO_4 .

Segundo. Una vez eliminado el anión I^- , reconocer el anión Br^- con PbO_2 , CH_3COOH y fluoresceína. Si el ensayo es positivo, eliminamos el anión Br^- evaporando a sequedad dos veces con PbO_2 y CH_3COOH .

Tercero. Una vez eliminado el anión Br^- reconocer el anión Cl^- con HNO_3 concentrado, fluoresceína y KBr .

Una vez analizado el grupo II de aniones, debíamos analizar el grupo III de aniones, pero como de este grupo solo estudiamos el anión NO_3^- y este se investiga directamente de la disolución problema al inicio, no es necesario realizar otro paso adicional.

Materiales

Gradilla con tubos de ensayo
Mechero, trípode y tela de amianto
Beaker 500 mL
Embudo y soporte
Papel de filtro
Gotero
Papel indicador de pH
Probeta de 10 mL
Papel tornasol rojo
Cápsula de porcelana
Vidrio reloj

Reactivos

Disolución problema, disolución de H_2O de barita ($Ba(OH)_2$)
Ácido acético (CH_3COOH) concentrado
Acetato de calcio ($Ca(COOCH_3)_2$)
Acetato de bario ($Ba(COOCH_3)_2$)
 H_2O destilada
Ácido nítrico (HNO_3) (1:1)
Ácido clorhídrico (HCl) $2 \text{ mol} \cdot L^{-1}$
Cloruro de bario ($BaCl_2$) $1 \text{ mol} \cdot L^{-1}$
Ácido nítrico (HNO_3) concentrado
Molibdato de amonio $(NH_4)_3 \cdot 12 MoO_4$ o reactivo tartárico molibídico
 $((NH_4)_3 \cdot 12 MoO_4 + HNO_3 \text{ (conc)} + CH_3COCH_2COOH)$
Carbonato de sodio ($NaCO_3$) al 30 %
Hidróxido de sodio ($NaOH$) al 30 %
Ácido nítrico (HNO_3) $1 \text{ mol} \cdot L^{-1}$
Nitrato de plata ($AgNO_3$) $1 \text{ mol} \cdot L^{-1}$
Sulfuro de sodio SNa_2
Disolución de nitrito de sodio ($NaNO_2$)

Tetracloruro de carbono (CCl_4)

Cloroformo (CHCl_3)

Ácido sulfúrico (H_2SO_4) concentrado

Ácido sulfúrico (H_2SO_4) $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ diluido

Permanganato de potasio (KMnO_4) sólido

Bromuro de potasio (KBr)

Óxido de plomo (PbO_2) sólido

Hidróxido de sodio (NaOH) $8 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$

Aleación devarda en polvo (mezcla de los metales cinc (Zn), aluminio (Al) y cobre (Cu))

Técnica operatoria

Nota. Para desarrollar los pasos de la técnica operatoria utilice la tabla 5 (Esquema del análisis de la marcha sistemática de aniones) que aparece en el anexo.

Identificación del anión carbonato (CO_3^{2-})

1. Mida en una probeta 2 mL de la disolución problema y viértala en un tubo de ensayo. Añada cinco gotas de HNO_3 concentrado.

Tape el tubo de ensayo con un vidrio reloj, en el cual se ha colocado previamente una gota de "agua de barita" pendiente en su parte convexa. Precipitado blanco de Ba_2CO_3 , indica anión CO_3^{2-} .

Identificación del anión nitrato (NO_3^-) (Reducción del anión NO_3^- a NH_3)

2. Coloque en un tubo de ensayo 0,5 mL de la disolución problema, alcalinice con dos gotas de NaOH $8 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ y añada un poco de Zn , Al o Cu , o aleación devarda en polvo.

Coloque en la boca del tubo de ensayo un papel indicador universal o papel tornasol rojo los cuales viran el azul por la reacción alcalina frente al $\text{NH}_3(\text{g})$. O sea, la reacción positiva indica anión NO_3^- .

Análisis del grupo I de aniones

3. Tome 5 mL de la disolución problema, neutralice con CH_3COOH para disminuir el pH y que el CO_3^{2-} pase a formar CO_2 y H_2O , hierva para expulsar el CO_2 y precipite con 1 mL de disolución de $\text{Ca}(\text{COOCH}_3)_2$ más 1 mL de $\text{Ba}(\text{COOCH}_3)_2$ caliente suavemente, deje enfriar y filtre.

El precipitado consiste en sales cálcicas y báricas de todos los aniones del primer grupo. En la disolución quedan los aniones de los grupos II y III. (Guardar esta para analizar los grupos II y III.)

4. Lave bien el precipitado con H_2O que contenga unas gotas de $\text{Ba}(\text{COOCH}_3)_2$ para estar seguros de que la precipitación ha sido total.

El precipitado obtenido en el paso 4, bien lavado, colóquelo en un tubo de ensayo y añada 2 mL de NaCO_3 al 30 % y 0,5 mL de NaOH al 30 %. Hierva bien, mezclando con cuidado el precipitado y la disolución, deje enfriar y filtre. El precipitado se despreja, ya que contiene las sales sobrantes de los cationes Ba^{2+} y Ca^{2+} que pueden interferir posteriormente.

5. Neutralice cuidadosamente la disolución con HNO_3 (1:1), diluya hasta 9 mL y utilice la disolución para la identificación de los diferentes aniones.

2-15798-10

5-1

Identificación del anión sulfato (SO_4^{2-})

6. Tome 1 mL de la disolución neutra del paso. Añada diez gotas de HCl $2 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$, hierva hasta eliminar los gases que pueden producirse. Enfríe, separe cualquier precipitado que pueda aparecer. Añada a la disolución BaCl_2 , hasta precipitación total. Un precipitado blanco indica anión SO_4^{2-} .

Identificación del anión fosfato (PO_4^{3-})

7. Tome cinco gotas de la disolución anterior (paso 5) añada cuatro gotas de HNO_3 concentrado e hierva hasta eliminar cualquier gas que pueda producirse. Añada 0,5 mL de $(\text{NH}_4)_3 \cdot 12 \text{ MoO}_4$ e hierva. Precipitado amarillo indica anión fosfato PO_4^{3-} .

Nota. En presencia de silicatos se recomienda utilizar reactivo tartaricomolíbico.

Análisis del grupo II de aniones

9. Tome la disolución obtenida en el paso 3 (después de precipitar el grupo I de aniones), acidule con HNO_3 diluido y añada AgNO_3 hasta precipitación total. Filtre y lave con H_2O que contenga gotas de AgNO_3 (se trabaja con el precipitado). La disolución contiene los aniones del grupo III.

El precipitado puede ser amarillo de AgI , blanco amarillento de AgBr o blanco de AgCl .

10. Lave el precipitado y una vez lavado dilúyalo en 2 mL de H_2O destilada y añada cuatro gotas de Na_2S . Caliente suavemente hasta que el precipitado sea totalmente negro. Filtre (desprecie el precipitado negro de Ag_2S), acidule la disolución con CH_3COOH e hierva hasta eliminar H_2S que se forma. Utilice la disolución en los pasos siguientes:

Identificación conjunta de los aniones Ioduro (I^-), bromuro (Br^-) y cloruro (Cl^-)

11. Tome la disolución del paso 10 para reconocer el anión I^- , con este fin añada 1 mL de NaNO_2 para oxidar el anión I^- hasta I_2 . A continuación añada cuatro o cinco gotas de CCl_4 o CHCl_3 , si aparece coloración violeta con el disolvente orgánico, indica la presencia del anión I^- , el cual debe eliminarse por ebullición prolongada con 2 mL de NaNO_2 más cinco gotas de H_2SO_4 concentrado. Una vez eliminado el anión I^- , reconozca el anión Br^- con una pizca de PbO_2 + 2 mL de CH_3COOH para oxidar el anión Br^- hasta Br_2 , caliente y coloque en la boca del tubo un papel de filtro impregnado con fluoresceína. Si el ensayo es positivo (coloración rosa en el papel de filtro) indica anión Br^- . Elimine el anión Br^- evaporando a sequedad dos veces con PbO_2 + CH_3COOH . Una vez eliminado el anión Br^- identifique el anión Cl^- con una pizca de K MnO_4 + H_2SO_4 concentrado (gotas), oxidando el anión Cl^- hasta Cl_2 y el gas Cl_2 que se desprende se reconoce sobre un papel de filtro impregnado en fluoresceína más KBr . Coloración rosada sobre el papel de filtro indica anión cloruro.

Análisis del grupo III de aniones

12. Como solo estudiamos el anión NO_3^- de este grupo no será necesario su identificación porque se realizó al inicio del análisis.

Informe final

El informe contendrá el número de la disolución problema, así como los aniones encontrados y sus reacciones de identificación.

ANÁLISIS CUALITATIVO DE CATIONES

Práctica No. 7 Estudio del grupo I de cationes

Objetivo

- Comprobar prácticamente las propiedades características y forma de identificación de cada catión de este grupo.

Introducción teórica

El grupo I de cationes está constituido por los cationes plata (Ag^+), plomo (Pb^{2+}) y mercurioso (Hg_2^{2+}).

El reactivo general de este grupo es ácido clorhídrico (HCl) diluido.

El escaso producto de solubilidad de los cloruros de los cationes de este grupo permite la separación de estos del resto de los cationes precipitándolos con HCl diluido. Sin embargo, la solubilidad del PbCl_2 es lo suficientemente alta para que su precipitación no sea total, y por eso se incluye también el anión Pb^{2+} en el segundo grupo.

Para separar los diversos cloruros formados se utilizan sucesivamente los hechos siguientes: solubilidad del cloruro de plomo en agua caliente, doble acción simultánea del hidróxido de amonio sobre los cloruros de plata y mercurioso, solubilizando al primero por formación del complejo $\text{Ag}(\text{NH}_3)^+$ y provocando la dismutación del segundo en Hg y $\text{ClHg}(\text{NH}_2)^+$.

En la disolución acuosa caliente, se caracteriza el catión Pb^{2+} con K_2CrO_4 o con KI . En la disolución amoniacal se caracteriza el catión Ag^+ destruyendo el complejo amoniacal mediante la adición de un ácido, que precipita cloruro de plata (AgCl) o formando yoduro de plata (AgI) con yoduro de potasio (KI). El color negro obtenido por la acción del hidróxido de amonio (NH_4OH) sobre el cloruro de mercurio (HgCl_2), es suficiente para caracterizar el catión Hg_2^{2+} que no obstante, puede comprobarse disolviéndolo en agua regia e identificando el Hg formado con cloruro estannoso (SnCl_2) o con difenilcarbocida.

Las sucesivas operaciones se condensan en las siguientes etapas del análisis:

1. Precipitación de los cationes del grupo con HCl .
2. Separación del PbCl_2 por solubilidad en agua hirviendo e identificación del catión Pb^{2+} en la disolución.
3. Separación del AgCl por solubilidad en NH_4OH e identificación del catión Ag^+ .
4. Confirmación del Hg_2^{2+} .

Materiales

Gradilla con tubos de ensayo

Mechero, trípode y tela de amianto

Beaker 250 mL

Embudo y soporte
Papel de filtro
Gotero
Probeta de 10 mL
Papel indicador universal

Reactivos

Disolución problema del grupo
Disolución de ácido clorhídrico (HCl) $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$
 H_2O destilada
Ácido acético (CH_3COOH) concentrado
Cromato de potasio (K_2CrO_4)
Ioduro de potasio (KI)
Hidróxido de amonio (NH_4OH) concentrado
Ácido sulfúrico (H_2SO_4) concentrado
Cloruro estannoso (SnCl_2)

Técnica operatoria

Nota. Para desarrollar los pasos de la técnica operatoria utilice la tabla 6 (Esquema de análisis del grupo I de cationes) que aparece en el anexo.

1. Tome unos 4 mL de la disolución problema y añada dos gotas HCl $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$. Agite, si no aparece precipitado o turbidez no hay cationes de ese grupo, excepto el catión Pb^{2+} y se pasa al siguiente paso. Si se forma precipitado adicione diez gotas más de HCl $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$, agite, caliente suavemente. Deje enfriar por completo y filtre.

El filtrado contiene cationes de los grupos siguientes: Compruebe si la precipitación fue completa adicionando una gota de HCl diluido. Precipitado blanco cuajoso de AgCl_2 . Se lava con 1 mL de agua fría a la que se han añadido dos gotas de HCl $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$.

2. Caliente a ebullición 2 mL de agua destilada, e hirviendo añádalos al precipitado sobre el mismo papel de filtro, dejándolo pasar sin succión. El filtrado, caliéntelo de nuevo, repita la operación. A una parte del líquido filtrado añada dos gotas de CH_3COOH y otras dos de K_2CrO_4 , precipitado amarillo indica catión Pb^{2+} . Al resto del filtrado ya frío, añada tres o cuatro gotas de KI . Precipitado amarillo que se disuelve al hervir y que precipita de nuevo al enfriarse, indica el catión Pb^{2+} .

Si existe plomo, vuelva a tratar el precipitado con otros 2 mL de agua hirviendo repitiendo el proceso hasta que el filtrado no precipite con K_2CrO_4 .

3. Sobre el resto del precipitado obtenido en el paso 1, exento de cloruro de plomo, sin quitarlo del papel de filtro añada 1 o 2 mL de NH_4OH $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$, dejando que pase lentamente.

Vuelva a pasar el filtrado dos o tres veces a través del papel del filtro para conseguir la completa disolución del AgCl . A una parte del filtrado amoniacal añada una gota de H_2SO_4 concentrado hasta acidez, agite. La formación de precipitado o turbidez blanca indica el catión Ag^+ .

Al resto del filtrado añada disolución de KI . Formación de un precipitado amarillo indica el catión Ag^+ .

4. Si al añadir NH_4OH sobre el precipitado del paso 3, este ennegrece, es suficiente para indicar la existencia del anión Hg_2^{2+} , se identifica añadiendo SnCl_2 , precipitado negro, indica el catión Hg_2^{2+} .

Informe final

El informe contendrá el número de la disolución problema, así como los cationes encontrados y sus reacciones de identificación.

Práctica No. 8 Estudio del grupo II de cationes

Objetivo

- Comprobar prácticamente las propiedades, características y forma de identificación de cada catión de este grupo.

Introducción teórica

El grupo II de cationes está constituido por los cationes siguientes: mercurio (Hg^{2+}), plomo (Pb^{2+}), bismuto (Bi^{3+}), cadmio (Cd^{2+}), cobre (Cu^{2+}), arsénico 3 (As^{3+}), arsénico 5 (As^{5+}), antimonio 3 (Sb^{3+}), antimonio 5 (Sb^{5+}), estaño 2 (Sn^{2+}) y estaño 4 (Sn^{4+}).

El reactivo general del grupo es el ácido sulfhídrico (H_2S) en un medio de ácido clorhídrico (HCl) $0,3 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$, con este reactivo todos los cationes del grupo precipitan en forma de sulfuros de diferentes coloraciones como son: HgS , PbS , CuS (negro), Bi_2S_3 , SnS (pardo), Sb_2S_3 , Sb_2S_5 (rojo naranja), SnS_2 (amarillo sucio), CdS , As_2S_3 , As_2S_5 (amarillo vivo).

Una vez precipitados los cationes en forma de sulfuros estos se dividen en dos subgrupos, basándose esta en el diferente comportamiento que presentan estos sulfuros frente a los polisulfuros (Sx^{2-}), sulfuros alcalinos, ejemplo Na_2S a álcalis cáustica, permaneciendo algunas insolubles y disolviéndose los sulfuros de los cationes de valencia elevada y poco volumen atómico, los que pasan a formar *tiosales*. Es decir:

Subgrupo II A: HgS , PbS , Bi_2S_3 , CdS , CuS .

Sulfuros insolubles.

Subgrupo II B: AsS_4^{3-} , SbS_4^{3-} , SnS_3^{2-} .

Los sulfuros se solubilizan y forman tiosales.

Después de separados los cationes se analizan en sus respectivos subgrupos aprovechando en muchos pasos de la marcha el comportamiento que presentan estos frente a diferentes reactivos generales. Así podemos decir que frente al ácido sulfhídrico (H_2S) todos precipitan en forma de sulfuros con sus coloraciones características.

Por su parte el sulfuro de sodio (Na_2S) ejerce una acción similar al ácido sulfhídrico sobre los cationes del grupo y frente a un exceso de Na_2S se comportan de forma similar a algunos polisulfuros, pudiendo utilizarse para lograr la separación en los dos subgrupos.

Además, frente al NH_4OH todos los cationes del grupo precipitan como hidróxidos, pero frente a un exceso de NH_4OH , se utiliza el comportamiento diferente que presentan los cationes Bi^{3+} , Cu^{2+} y Cd^{2+} , pasando los cationes Cu^{2+} y Cd^{2+} a formar complejos amoniacaes solubles: $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+}$ y $\text{Cd}(\text{NH}_3)_4^{2+}$, mientras que el catión Bi^{3+} se separa en forma de una sal básica e insoluble ($\text{Bi}(\text{OH})_3$) de color blanco, lográndose de esta forma la separación del catión Bi^{3+} durante la marcha.

En la práctica, además, se utiliza la propiedad que presentan las tiosales, formadas por los cationes del subgrupo II B, de reprecipitar en forma de sulfuros por la acción del ácido clorhídrico (HCl) y luego de precipitados estos, frente a un exceso de (HCl) se disuelven el Sb_2S_5 , SnS_2 pasando a formar cloruro antimonio (SbCl_3) y cloruro estánnico (SnCl_2), mientras que el As_2S_5 permanece insoluble lográndose así la separación del catión As^{5+} del resto de los cationes del subgrupo.

Después de separados cada catión se identifica utilizando diferentes reactivos especiales.

Materiales

Gradilla con tubos de ensayo
Mechero, trípode y tela de amianto
Gotero
Probeta de 10 mL
Papel indicador universal
Papel de filtro

Reactivos

Disolución problema de los cationes del grupo II.
Hidróxido de amonio (NH_4OH) concentrado
Hidróxido de amonio (NH_4OH) $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$
Ácido clorhídrico (HCl) concentrado
Ácido sulfhídrico (H_2S)
Sulfuro de sodio (Na_2S)
Nitrato de amonio (NH_4NO_3)
Polisulfuro de amonio ($(\text{NH}_4)_2\text{S}_x$)
Ácido nítrico (HNO_3) concentrado
Cloruro estannoso (SnCl_2)
Ácido sulfúrico (H_2SO_4) concentrado
Ácido sulfúrico (H_2SO_4) $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$
Ácido acético (CH_3COOH)
Ferrocianuro potásico ($\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$)
Sulfato de cinc (ZnSO_4) $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$
Mercuritiocianato amónico y cinc ($\text{NH}_4 \cdot \text{Hg}(\text{SCN})_4 \cdot \text{Zn}$)
Cianuro de potasio (KCN)
Ácido clorhídrico (HCl) $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$

Peróxido de hidrógeno (H_2O_2) al 3%
 Molibdato de amonio ($(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$)
 Ácido fosfomolibdico ($\text{H}_5(\text{MoO}_4)\text{PO}_4$)
 Alcohol amílico ($\text{C}_5\text{H}_{12}\text{O}$)
 Nitrito de sodio (NaNO_2)
 Rodamina B (tetraetilrodamina)
 Alambre de hierro limpio (Fe)
 Cloruro mercurico (HgCl_2)
 Agua destilada
 Estannito sódico ($\text{SnCl}_2 + \text{NaOH}$) $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$

Técnica operatoria

Nota. Para desarrollar los pasos de la técnica operatoria utilice la tabla II (Esquema de análisis del grupo II de cationes.)

1. Tome 5 mL de disolución problema del grupo II de cationes y viértalos en un tubo de ensayo, neutralice cuidadosamente con NH_4OH concentrado al principio, para no diluir excesivamente, y con NH_4OH $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$, cuando está próxima a la neutralidad. Después de neutralizar, mida el volumen y añada una gota de HCl concentrado por cada mL de disolución.
2. Calienta la disolución hasta una temperatura próxima a la ebullición, y pase corriente de H_2S por el líquido caliente durante unos 3 min. Añada un volumen igual de agua y continúe el paso de H_2S hasta precipitación total (en caso de no contar con instalación para pasar corriente de H_2S , puede realizar la operación anterior utilizando el Na_2S , el cual ejerce un efecto similar, lográndose la precipitación de los cationes del grupo). Filtre rápidamente. Concentre el filtrado por ebullición hasta unos 4 mL, si aparece precipitado amarillo vivo, este es del catión As^{3+} . Añade dos gotas de HCl concentrado y continúe la ebullición hasta total precipitación del catión As^{3+} . Filtre y en el precipitado identifique el catión As^{3+} según se indica en el subgrupo II B.
3. El precipitado obtenido al principio del paso 2, producto de la precipitación de los cationes del grupo, puede ser de: HgS , PbS o CuS (negros), Bi_2S_3 y SnS (pardos), Sb_2S_3 , Sb_2S_5 (rojo naranja), SnS_4 (amarillo sucio) o CdS , As_2S_3 , As_2S_5 (amarillo vivo). Lave el precipitado con 1 mL de agua sulfhídrica, a la que se adicionan unas gotas de NH_4NO_3 . Enseguida opere con el precipitado de la forma siguiente: páselo a un tubo de ensayo y añada 3 mL de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_x$, agite suavemente y caliente sin hervir, deje en reposo unos minutos y filtre. El filtrado debe ser claro o amarillento, si pasa turbio vuelva a filtrar. El filtrado contiene los cationes del subgrupo II B al estado de tiosales de valencia máxima. Guarde este filtrado en un tubo tapado y etiquetado como "subgrupo II B", el que se analiza posteriormente. El precipitado está constituido por los cationes del subgrupo II A al estado de sulfuros, el que debe analizarse inmediatamente después de obtenido.

Tabla II

Esquema del análisis del grupo II de cationes

Disolución problema del grupo II de cationes

Añada NH_4OH (concentrado) + NH_4OH 2 mol $\cdot \text{L}^{-1}$
+ HCl + Calor

Trate con H_2S o añada Na_2S

Precipitado: HgS , PbS , CuS , Bi_2S_3 , SnS , Sb_2S_3 , SnS_4 , CdS , As_2S_3 , As_2S_5

Lave con agua sulfúrica + NH_4NO_3

Añada $(\text{NH}_4)_2\text{S}_x$ + Calor

Precipitado: HgS , PbS , CuS , Bi_2S_3 , CdS (Subgrupo II A)

Añada HNO_3 (concentrado)
+ H_2O destilada + Calor

Precipitado: HgS

Añada HCl (concentrado)
+ HNO_3 (concentrado)
+ Calor + H_2O destilada

Filtrado: Restantes cationes
del subgrupo II A
Añada H_2SO_4 (concentrado)
+ Calor

Filtrado

+ Calor

Precipitado Amarillo

Añada HCl

Filtrado: AsS_4^{3-} , SnS_3^{2-} , SbS_4^{3-}

Filtrado
se desprecia

Subgrupo II B

Añada HCl

Filtrado
se desprecia

Precipitado: As_2S_5 , Sb_2S_5 , SnS_2

Añada HCl (concentrado)
+ H_2O + Calor

Precipitado: AsS

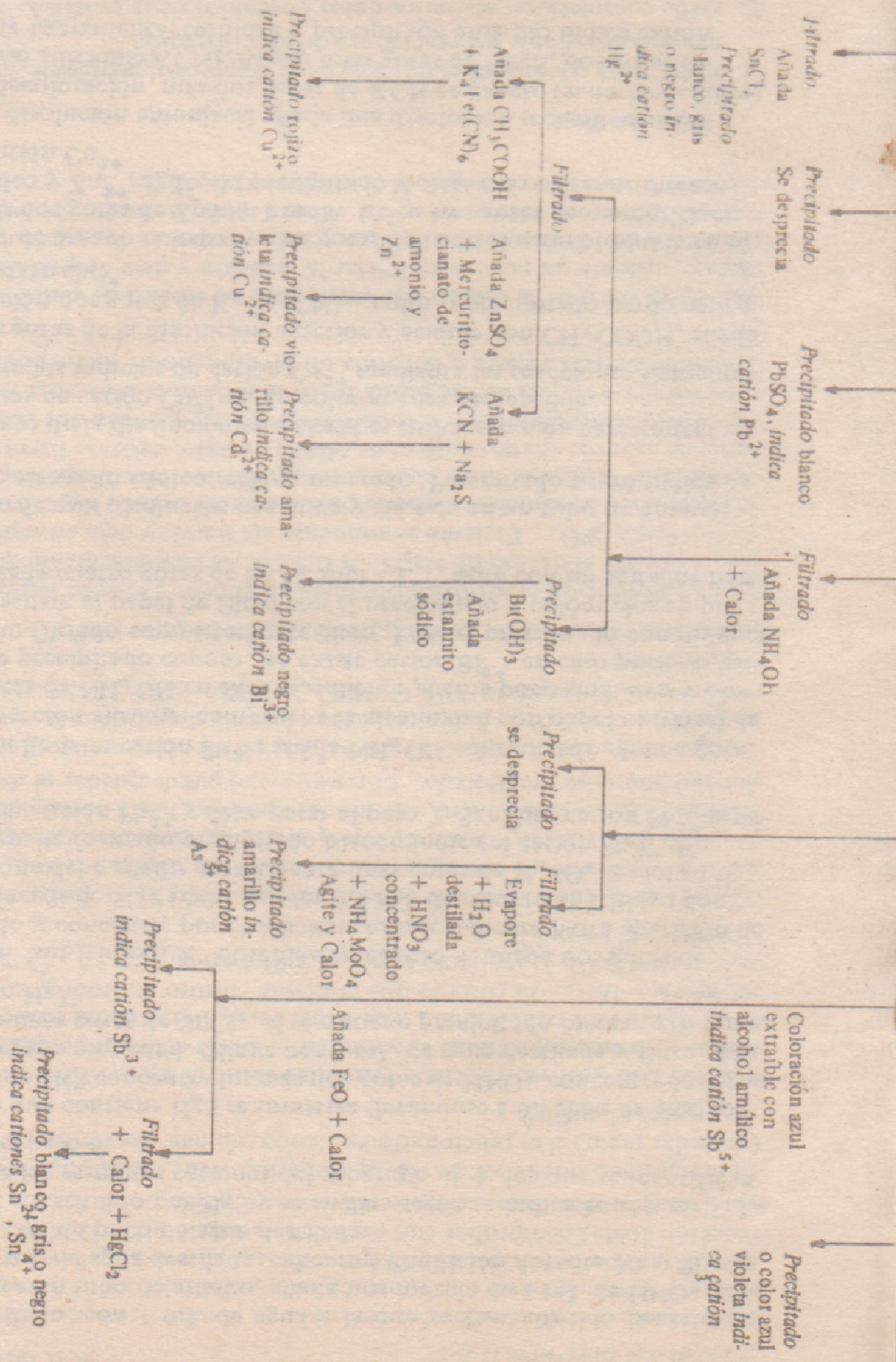
Añada NH_4OH
+ H_2O_2 3 %

Filtrado

+ Calor + $\text{H}_5(\text{MoO}_4)\text{PO}_4$
+ Calor

Precipitado
Identificar
 As^{3+} , según sub-
grupo II B

NaNO_2 (sólido) + Ca -
lor + Roda-
mina B



Análisis del subgrupo II A

4. Lave el precipitado con 1 mL de agua a la que se han añadido gotas de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_x$ y páselo a un tubo de ensayo, añada una mezcla de 1 mL de HNO_3 concentrado más de 2 mL de agua destilada, caliente a ebullición durante 30 s, filtre y lave el precipitado con un poco de agua destilada.

El precipitado está constituido por HgS y se analiza según se indica en el paso 5. La disolución contiene los restantes cationes del subgrupo II A, los que se identifican según se indica en el paso 6.

5. El precipitado que contiene HgS se investiga llevándose a un tubo de ensayo. Añada cinco gotas de HCl concentrado, más dos gotas de HNO_3 concentrado (agua regia), hierva sin llegar a sequedad. Diluya con 1 mL de agua destilada y filtre. Añada sobre el filtrado unas gotas de SnCl_2 , si se obtiene precipitado blanco, gris o negro, indica el catión Hg^{2+} .

6. A la disolución "subgrupo II A" obtenida en el paso 4, añada dos gotas de H_2SO_4 concentrado y concentre por ebullición cuidadosamente hasta aparición de humos blancos y densos de SO_3 (debe quedar 0,5 mL de disolución) diluya con 1 mL de agua a la que debe añadir previamente unas gotas de H_2SO_4 2 mol $\cdot$ L⁻¹. Agite y observe, si se ha formado precipitado blanco indica el catión Pb^{2+} . En caso negativo no hay catión Pb^{2+} y debe pasar al paso 7. Si existe catión Pb^{2+} sepárelo por filtración.

7. A la disolución libre de catión Pb^{2+} , añada NH_4OH concentrado, gota a gota y agitando hasta reacción alcalina, compruebe la alcalinidad con papel universal de pH y añada dos gotas de NH_4OH en exceso, caliente poco a poco sin hervir y observe, si no aparece precipitado coposo, no existe catión Bi^{3+} , en caso positivo, filtre hasta obtener un filtrado completamente claro. Lave el precipitado con un poco de agua destilada, separe el papel de filtro con el precipitado y colóquelos en un tubo de ensayo, añada cuatro gotas de HCl 2 mol $\cdot$ L⁻¹, agite con un agitador hasta disolución.

8. Tome un poco de esta disolución obtenida y viértala en un tubo de ensayo, añada dos gotas de estannito sódico recién preparado. Precipitado negro indica catión Bi^{3+} .

Un color azul intenso de la disolución amoniacal es suficiente para caracterizar el catión Cu^{2+} . Indicios de catión Cu^{2+} darán color apenas perceptible.

Pueden identificarse los indicios de catión Cu^{2+} mediante las reacciones siguientes:

- Tome unas gotas de la disolución anterior y acidule con CH_3COOH , añada a continuación dos gotas de $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$, color o precipitado pardo rojizo, indica el catión Cu^{2+} .
- En un tubo de ensayo coloque varias gotas de la disolución obtenida en el paso 7, más dos gotas de ZnSO_4 1 mol $\cdot$ L⁻¹ y tres gotas de mercuritiociano amónico y Zn^{2+} , agite, un precipitado violeta más o menos intenso, indica el catión Cu^{2+} .

9. Al resto de la disolución amoniacal añada una disolución reciente de KCN , gota a gota hasta decoloración, más dos gotas de KCN en exceso (si no hay catión Cu^{2+} no es necesario adicionar KCN). Añada unas gotas de Na_2S , dos gotas de NH_4NO_3 y caliente ligeramente; turbidez o precipitado amarillo indica catión Cd^{2+} .

Análisis del subgrupo II B

10. A la disolución de tiosales obtenida en el paso 3, añada HCl concentrado gota a gota y agitando hasta que aparezca un precipitado que no desaparece por agitación, continúe la adición de HCl, pero ahora $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$, hasta que el líquido tenga reacción ácida (comprobar con papel universal de pH). Diluya con un volumen igual de agua destilada, caliente suavemente y filtre.

El precipitado puede ser de As_2S_5 (amarillo vivo), de Sb_2S_5 (rojo naranja) o SnS_2 (amarillo sucio) si el precipitado es blanco, no hay elementos de este subgrupo y no prosiga el análisis.

11. En caso positivo continúe el análisis sobre el mismo filtro, si el precipitado es escaso o en una capsulita si es abundante, añada sobre el precipitado una mezcla de 2 mL de HCl concentrado más 1 mL de H_2O destilada. Caliente suavemente sin hervir y filtre. El filtrado que contiene cloruro antimonioso (SbCl_3) y cloruro estannoso (SnCl_2), analícelo según se indica en el paso 13. El precipitado se analiza según el paso 12.

12. El precipitado insoluble en HCl puede ser As_2S_5 , y quizás un poco de Sb_2S_5 . Lave dos o tres veces con agua destilada. Añada sobre el mismo filtro una mezcla de 1 mL de NH_4OH y 1 mL de H_2O_2 al 3 % ligeramente caliente, pase varias veces el filtrado a través del filtro, calentando cada vez hasta conseguir la disolución o decoloración del precipitado. El residuo que puede quedar se desprecia.

La disolución contendrá el catión As^{5+} al estado de arseniato (AsO_4^{3-}). Evapore casi a sequedad, añada dos o tres gotas de agua destilada más cinco gotas de HNO_3 concentrado y cinco de $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$. Agite, caliente, deje en reposo unos minutos y filtre.

Precipitado amarillo de $\text{As}(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$, indica catión As^{5+} .

13. La disolución clorhídrica obtenida en el paso 11, debe hervirla suavemente para expulsar el exceso de Na_2S . A 0,5 mL de esta disolución añada cinco gotas de $\text{H}_5(\text{MoO}_4)_2\text{PO}_4$. Caliente suavemente sin hervir y deje en reposo, color azul que se intensifica lentamente y que se puede extraer con $\text{C}_5\text{H}_{12}\text{O}$ indica el catión antimonio (Sb^{5+}). Tome otras cinco gotas de disolución clorhídrica y viértalas en un tubo de ensayo, añada cristales de NaNO_2 sólido, caliente hasta expulsión total de los vapores nitrosos que se forman. Deje enfriar y añada dos gotas de esta disolución sobre tres gotas de rodánina B. Si la rodánina B cambia su color claro fluorescente por azul violeta o se forma un precipitado de dicho color, indica catión Sb^{3+} .

14. En el resto de la disolución introduzca un trocito de alambre de hierro bien limpio, caliente un poco para iniciar la reacción y deje desprender burbujas unos 10 min. Si hay catión Sb^{3+} , precipitará aquí en forma de copos negros. Filtre la disolución e hierva un poco. Añada sobre la disolución gotas de HgCl_2 . Precipitado blanco, gris o negro, indica cationes Sn^{2+} , Sn^{4+} .

Informe final

1. El informe contendrá el número de la disolución problema, así como los cationes encontrados y sus reacciones de identificación.
2. Debe completarse, según los datos obtenidos en la práctica, la tabla 7 (Resumen del grupo II de cationes) (Informe final) que aparece en el anexo.

Práctica No. 9 Estudio del grupo III de cationes

Objetivo

- Comprobar prácticamente las propiedades, características, forma de separación e identificación de cada catión de este grupo.

Introducción teórica

El grupo III de cationes está constituido por los cationes siguientes: hierro 3 (Fe^{3+}), aluminio 3 (Al^{3+}), cromo (Cr^{3+}), todos trivalentes. Además hierro 2 (Fe^{2+}), manganeso (Mn^{2+}), cinc (Zn^{2+}), níquel (Ni^{2+}) y cobalto (Co^{2+}), estos últimos divalentes.

El reactivo general del grupo está constituido por $\text{NH}_4\text{OH} + \text{NH}_4\text{Cl} + \text{H}_2\text{S}$.

Con $\text{NH}_4\text{OH} + \text{NH}_4\text{Cl}$ precipitan aquellos cationes cuyos hidróxidos tienen un producto de solubilidad tan pequeño que precipitan con NH_4OH aún en presencia de abundante cantidad de sales amónicas, como son los cationes trivalentes (Fe^{3+} , Cr^{3+} , Al^{3+}), los que precipitan en forma de hidróxidos y pasan a formar el subgrupo III A. Es decir: $\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{Cr}(\text{OH})_3$, $\text{Al}(\text{OH})_3$.

Los restantes cationes no precipitan en estas condiciones porque no se alcanza el producto de solubilidad de sus hidróxidos. Estos cationes divalentes precipitan posteriormente en presencia de H_2S o $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ en forma de sulfuros, pasando a formar el subgrupo III B. Es decir: FeS , MnS , ZnS , NiS , CoS .

Es decir, que para lograr la separación de estos cationes en los dos subgrupos se aprovecha el diferente comportamiento de estos frente a los reactivos indicados; además, durante el análisis de cada subgrupo se utilizan las propiedades de estos de comportarse de forma diferente en presencia de determinados reactivos generales, como es el caso de NaOH , frente a un exceso del cual se disuelve el $\text{Cr}(\text{OH})_3$ formando el anión cromito (CrO_2^-), en presencia de H_2O_2 el anión CrO_2^- pasa a anión cromato CrO_4^{2-} y el $\text{Al}(\text{OH})_3$ pasa a formar el anión aluminato (AlO_2^-), mientras que el $\text{Fe}(\text{OH})_3$ permanece insoluble frente a un exceso de dicho reactivo.

De igual forma en el análisis del subgrupo III B para la separación de estos cationes al estado de sulfuros se puede utilizar en caso de déficit de H_2S , el reactivo sulfuro de amonio $(\text{NH}_4)_2\text{S}$, con el que se obtienen resultados similares y una vez separados estos sulfuros podemos separar el NiS y CoS , aprovechando la insolubilidad de estos en presencia de HCl , a excepción del resto de los sulfuros que se solubilizan totalmente.

Después de separado, cada catión se identifica con sus reactivos especiales en el medio apropiado, que garantice la ocurrencia de las reacciones deseadas.

Materiales

Gradilla con tubos de ensayo
Mechero, trípode y tela de amianto
Gotero
Probeta de 10 mL
Papel indicador universal
Papel de filtro

Frasco lavador
Agitador de vidrio o varilla
Cápsula de porcelana

Reactivos

Disolución problema de los cationes del grupo III
Ácido nítrico (HNO_3) concentrado
Cloruro de amonio (NH_4Cl) sólido
Hidróxido de amonio (NH_4OH) concentrado
Ácido acético (CH_3COOH)
Agua destilada
Ferrocianuro de potasio ($\text{K}_4\text{Fe}(\text{Cn})_6$)
Ácido clorhídrico (HCl) diluido
Tiocianato de potasio (KSCN)
Cloruro férrico (FeCl_3) $0,3 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$
Hidróxido de sodio (NaOH) sólido
Peróxido de hidrógeno (H_2O_2) al 3 %
Ácido sulfúrico (H_2SO_4) diluido
Éter etílico ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_3$)
Difenilcarbocida ($\text{CO}(\text{NH}-\text{NH}-\text{C}_6\text{H}_5)_2$)
Alizarina roja (Alizarinsulfonato de sodio)
Sulfuro de amonio ($(\text{NH}_4)_2\text{S}$)
Ácido clorhídrico (HCl) concentrado
Sulfato de cinc (ZnSO_4)
Mercuritiocianato amónico y cinc ($\text{NH}_4 \cdot \text{Hg}(\text{SCN})_4 + \text{Zn}^{2+}$)
Acetona (CH_3COCH_3)
Alcohol amílico ($\text{C}_5\text{H}_{12}\text{O}$)
Dimetilglioxima ($(\text{CH}_3 - \text{C} = \text{NOH})_2$)
Oxalato ácido de potasio (KHC_2O_4)
Reactivo Montequi A ($\text{CuSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O}$ destilada)
Reactivo Montequi B ($\text{HgCl}_2 + \text{NH}_4\text{SCN} + \text{H}_2\text{O}$ destilada)
Sulfuro de sodio (Na_2S)

Técnica operatoria

Nota. Para desarrollar los pasos de la técnica operatoria utilice la tabla 8 (Esquema de análisis del grupo III de cationes) que aparece en el anexo.

1. Tome la disolución problema del grupo y añada dos gotas de HNO_3 concentrado, hierva hasta ebullición para oxidar el catión Fe^{2+} hasta catión Fe^{3+} , la aparición de un color amarillo, que persiste después de la ebullición, indica la posible presencia del catión Fe^{3+} .
2. Añada a continuación alrededor de 0,25 a 0,5 g de NH_4Cl sólido, caliente y añada NH_4OH concentrado, gota a gota agitando suavemente después de cada

adición, hasta que el líquido tenga ligero olor a amoníaco (evite un gran exceso) filtre enseguida sin dejar enfriar el líquido.

La disolución contiene los cationes del subgrupo III B, al estado de complejos amoniacales (pruebe si la precipitación fue completa, adicionando una gota más de NH_4OH . Debe operar enseguida con este líquido, en caso contrario, guárdelo en un tubo bien tapado, rotulado como "subgrupo III B", previa acidulación con CH_3COOH .

El precipitado obtenido puede contener: $\text{Fe}(\text{OH})_3$ (pardo rojizo), $\text{Cr}(\text{OH})_3$ (gris verdoso o violáceo), $\text{Al}(\text{OH})_3$ (blanco).

Se lava el precipitado con un poco de agua hervida a la que se adiciona una gota de NH_4OH diluido. El siguiente paso es la identificación del catión Fe^{3+} .

Identificación del catión Fe^{3+}

3. Esta puede realizarse de dos formas:

a) Añada en un tubo de ensayo unas gotas de $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ y cuatro gotas de HCl diluido, con una varilla se añade un poco de precipitado del paso 2. Si se obtiene un precipitado azul intenso, indica catión Fe^{3+} .

b) Añada en un tubo de ensayo dos o tres gotas de KSCN y cuatro gotas de HCl diluido, con una varilla añada un poco de precipitado del paso 2, color rojo oscuro, indica catión Fe^{3+} .

Si existe catión Fe^{3+} se pasa al paso 4. Si no existe catión Fe^{3+} o este se encuentra en pequeñas cantidades (color claro de los hidróxidos), se disuelve el precipitado en la menor cantidad posible de HCl diluido y añada cinco gotas de FeCl_3 $0,3 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ y precipite con NH_4OH . Si es necesario repita el proceso adicionando más FeCl_3 , hasta que logre un precipitado de color rojizo. Al llegar a este punto filtre y lave. El filtrado se une al obtenido en el paso 2.

4. Pase el precipitado a un tubo o cápsula, teniendo cuidado de separarlo bien del papel de filtro y trate con una mezcla de una disolución de NaOH , obtenida en el acto, disolviendo una lentejita de NaOH en 1 mL de agua y 4 mL de H_2O_2 al 3%. Agite con una varilla de vidrio procurando mezclar bien el precipitado con el líquido. Caliente suavemente al principio y después a ebullición hasta que cese la efervescencia. Diluya con unas gotas de agua destilada y filtre (no es necesario lavar el precipitado obtenido).

El filtrado contiene el catión Cr^{3+} al estado de anión CrO_4^{2-} (amarillo) y el catión Al^{3+} al estado de anión de AlO_2^- (incoloro). Se analizan como se indica en los pasos siguientes.

El precipitado está constituido por $\text{Fe}(\text{OH})_3$ el cual se identifica como se indicó en el paso 3.

El siguiente paso lo dedicamos a la identificación del catión Cr^{3+} al estado de anión CrO_4^{2-} .

Identificación del anión CrO_4^{2-}

5. a) Tome unas gotas del filtrado del paso 4 y añádalas en un tubo de ensayo. Añada sobre este una mezcla de 0,5 mL de H_2SO_4 diluido, más dos gotas de H_2O_2 al 3% y diez gotas de éter. Agite, coloración azul o azul violeta fugaz, extraíble por el éter, indica catión Cr^{3+} .

- b) Añada varias gotas de filtrado obtenido en el paso 4 en un tubo de ensayo, sobre esta añada cuatro gotas de difenilcarbocida y después gotas de H_2SO_4 diluido hasta acidez, coloración violeta intenso indica catión Cr^{3+} .
6. Tome el resto del filtrado, añada varias gotas de alizarina roja y después gotas de CH_3COOH , hasta que el color violeta desaparezca. La persistencia de un color pardo rojizo o precipitado rojo, indica el catión Al^{3+} .

Después de analizados todos los cationes del subgrupo III A pasamos al subgrupo IIIB de cationes.

Análisis del subgrupo III B de cationes

7. Tome el líquido amoniacal "subgrupo III B" y caliente sin hervir, pase corriente de H_2S o añada $(\text{NH}_4)_2\text{S}$, filtre por doble filtro. El precipitado puede ser: NiS y CoS (negros), MnS (rosa sucio), ZnS (blanco). Lave con 1 mL de NH_4Cl y se analiza según se indica en el siguiente paso. El filtrado se desprecia.

8. El precipitado de sulfuros obtenido en el paso 7, una vez lavado trátelo sobre el mismo filtro con una mezcla de 1 mL de HCl 2 mol $\cdot$ L^{-1} más 1 mL de agua, se deja pasar el ácido sin succión, agite un poco el filtrado y páselo otras dos veces a través del papel de filtro.

El precipitado está constituido por NiS y CoS (negros), el filtrado contiene los cationes Mn^{2+} y Zn^{2+} (incoloros).

9. El precipitado se pasa a un tubo de ensayo o a una capsulita, añada seis gotas de HCl concentrado, más dos gotas de HNO_3 concentrado, según la cantidad de precipitado existente, puede añadir más HNO_3 , hierva para eliminar el exceso de agua regia, hasta que apenas quede líquido sin llegar a sequedad y diluya con diez gotas de agua destilada. La disolución así preparada se utiliza para identificar los cationes Co^{2+} y Ni^{2+} .

Identificación del catión Co^{2+}

10. a) Ponga una gota de la disolución anterior en un tubo de ensayo y añada una gota de ZnSO_4 y gotas del reactivo mercuritiocianato amónico y Zn^{2+} . Si se forma un precipitado azul indica el catión Co^{2+} .
- b) Añada unas gotas de la disolución en un tubo de ensayo, más gotas de KSCN saturado. Añada ahora cinco gotas de CH_3COCH_3 o de mezcla de alcohol amílico y éter y agite, color azul de la capa no acuosa indica catión Co^{2+} .

Identificación del catión Ni^{2+}

11. Ponga una gota de la disolución del paso 9 con una varilla en el fondo de un tubo de ensayo, alcalinice con NH_4OH y añada dos gotas de dimetilglioxima. Precipitado rojo rosado, indica catión Ni^{2+} .

12. El filtrado obtenido en el paso 8, que contiene Mn^{2+} y Zn^{2+} , hiérvalo hasta reducir su volumen un poco menos de 1 mL. Añada poco a poco esta disolución, agitando sobre otra obtenida en el acto disolviendo una lentejita de NaOH en 1 mL de agua destilada, la mezcla debe ser fuertemente alcalina (comprobar con papel universal de pH). Añada además dos gotas de H_2O_2 , hierva un poco y filtre.

La disolución así preparada se utiliza para identificar los cationes Mn^{2+} y Zn^{2+} .

Identificación del catión Mn^{2+}

Esta debe efectuarse en el precipitado negruzco, obtenido en el paso anterior.

13. Tome un poco de precipitado y sobre él añada 2 mL de disolución de KHC_2O_4 y caliente suavemente. Coloración rojo violeta indica catión Mn^{2+} .

Identificación del catión Zn^{2+}

14. a) Tome un poco del filtrado obtenido en el paso 12 y viértalo en un tubo de ensayo. Añada H_2SO_4 diluido, hasta acidez (compruebe con papel universal de pH). Añada una gota de reactivo Montequi A y dos o tres gotas de reactivo Montequi B, ayude a la precipitación agitando con una varilla o agitador de vidrio, precipitado violeta más o menos intenso, que puede ser negro, indica el catión Zn^{2+} .

b) Sobre el resto del filtrado añada Na_2S . Precipitado blanco, indica catión Zn^{2+} .

Informe final

1. Debe informarse el número de la disolución problema, así como los cationes encontrados.
2. Según los resultados obtenidos complete la tabla 9 (Resumen del grupo III de cationes) (Informe final) que aparece en el anexo.

Práctica No. 10 Estudio del grupo IV de cationes

Objetivo

- Comprobar prácticamente las propiedades, forma de separación e identificación de los cationes del grupo IV.

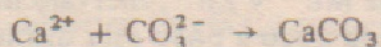
Introducción teórica

El grupo IV está constituido por los cationes calcio (Ca^{2+}), Bario (Ba^{2+}) y estroncio (Sr^{2+}), que son los que precipitan en forma de carbonatos frente al reactivo general del grupo (carbonato de amonio ($(NH_4)_2CO_3$) en medio de NH_4Cl .

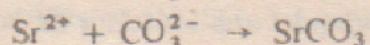
En presencia de sales amoniacaes precipitan en este grupo sales de catión Mg^{2+} (nosotros estudiaremos el catión Mg^{2+} en el grupo V).

Los cationes de este grupo tienen caracteres analíticos semejantes por encontrarse juntos en la misma columna de la tabla periódica.

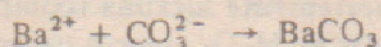
La principal característica de los cationes es su variable solubilidad en agua y otros reactivos. Así frente al $(NH_4)_2CO_3$, estos forman carbonatos de color blanco, los cuales tienen variable solubilidad en H_2O .



Aumenta la solubilidad



en H_2O hacia abajo



El $BaCO_3$ es más soluble que el resto, también el $CaCO_3$ es soluble en HAc y otros ácidos minerales como el HNO_3 concentrado y esta propiedad se aprovecha en la marcha para la separación de este del resto, o sea, del catión Ba^{2+} y el ca-

ción Sr^{2+} . Estos cationes también reaccionan frente a otros reactivos como H_2SO_4 , $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ y K_2CrO_4 .

La característica principal de este grupo es que los cationes no tienen reactivo especial definido, por eso para identificarlos se utilizan diferentes reactivos generales; el reactivo más utilizado es el K_2CrO_4 en diferentes medios, como veremos en la técnica operatoria, o sea:

— El K_2CrO_4 en medio acético se utiliza para la separación e identificación del catión Ba^{+2} .

El K_2CrO_4 en medio hidroalcohólico se utiliza para identificar el catión Sr^{+2} y una vez eliminado el catión Sr^{+2} el K_2CrO_4 se utiliza para la identificación del catión Ca^{2+} en ausencia de los otros dos cationes. En el caso del catión Ca^{2+} se pueden realizar otras identificaciones.

Materiales

Gradilla con tubos de ensayo
Mechero, trípode y tela de amianto
Gotero
Probeta de 10 mL
Papel indicador universal
Papel de filtro
Soporte de embudo y embudo
Cápsula de porcelana
Agitador de vidrio o varilla

Reactivos

Disolución problema de los cationes del grupo
Cloruro de amonio (NH_4Cl) sólido
Hidróxido de amonio (NH_4OH) concentrado
Disolución de carbonato de amonio ($(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$)
Ácido nítrico HNO_3 concentrado
 H_2O destilada
Hidróxido de sodio NaOH $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$
Ácido acético (CH_3COOH) $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$
Cromato de potasio K_2CrO_4 preparado
Ácido clorhídrico HCl concentrado
Hidróxido de amonio NH_4OH concentrado
Alcohol etílico ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) de 95°
Oxalato amónico ($(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$)
Ferrocianuro de potasio ($\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$) $0,5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$

Técnica operatoria

Nota. Para desarrollar la técnica operatoria utilice la tabla 10 (Esquema del análisis del grupo IV de cationes) que aparece en el anexo.

1. Tome la disolución problema del grupo, acidule con CH_3COOH , expulsando y eliminando el azufre que haya podido precipitar por agitación, concentre por ebullición hasta 1 mL.

Separe la sal amónica que haya precipitado, diluya hasta a 3 mL (si no se adicionó sal amónica, por no haber tenido necesidad de analizar los grupos anteriores, o la disolución problema no contiene NH_4^+ no es necesario realizar los pasos anteriores), añada ahora una pizca de NH_4Cl sólido. Adicione unas gotas de NH_4OH hasta ligero olor persistente, caliente sin hervir y añada en caliente gota a gota, y agitando de continuo, $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ hasta precipitación completa. Deje reposar unos minutos; filtre y lave el precipitado una vez con agua fría. Con el filtrado se sigue el grupo quinto.

2. Pase el precipitado a una capsulita de porcelana, procurando no perder nada de este y separándole bien del papel de filtro y caliente suavemente sobre tela amiantada hasta que esté bien seco.

Una vez fría la cápsula trate el precipitado con diez gotas de HNO_3 concentrado, agite con una varilla para que todo el precipitado se ponga en contacto con el ácido. Si queda residuo sin disolver pueden existir los cationes del grupo, en este caso, sepárelos por filtración, procurando dejar el precipitado lo más seco posible. Lave dos veces con cinco gotas de HNO_3 concentrado cada vez, arrastrando cualquier parte que haya podido quedar en la cápsula de porcelana.

3. El precipitado anterior trátelo con 1 mL de agua, agite hasta lograr una disolución del precipitado.

A la disolución se le añaden gotas de NaOH diluido hasta reacción alcalina ligera, y luego CH_3COOH hasta que quede nuevamente ácido. Se añaden ahora cuatro gotas de K_2CrO_4 .

Ausencia de precipitado indica que no hay catión Ba^{2+} , pase al paso siguiente. Si se forma precipitado, añada unas gotas más de K_2CrO_4 , hierva y filtre, por doble papel de filtro sin ejercer presión. Un precipitado amarillo de BaCrO_4 indica catión Ba^{2+} .

4. Al filtrado anterior, que debe ser de color amarillo rojizo, añada más K_2CrO_4 en caso negativo, añada gotas de NH_4OH hasta viraje a color amarillo claro después de agitar. Añada un volumen igual de alcohol de 95°. Agite; caliente ligeramente y deje reposar unos instantes. Precipitado amarillo indica la presencia del catión Sr^{2+} .

5. La disolución nítrica obtenida en el paso 2 evapórela casi a sequedad para expulsar el exceso de HNO_3 , diluya con un poco de agua y añada gotas de NH_4OH concentrado hasta alcalinidad (comprobar).

En la disolución amoniacal identifique que el catión Ca^{2+} por las siguientes reacciones:

a) A una parte de la disolución añada gotas de $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ caliente. Precipitado blanco de $\text{Ca}(\text{C}_2\text{O}_4)$, insoluble en CH_3COOH indica el catión Ca^{2+} .

b) A otra parte de la disolución añada un poco de NH_4Cl sólido y cinco gotas de $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ 0,5 mol · L⁻¹, caliente suavemente. Precipitado blanco indica catión Ca^{2+} .

Informe final

El informe contendrá el número de la disolución problema, así como los cationes encontrados y sus reacciones de identificación.

Práctica No. 11 Estudio del grupo V de cationes

Objetivo

- Comprobar prácticamente las propiedades, forma de separación e identificación de los cationes del grupo V.

Introducción teórica

El grupo V de cationes comprende los cationes que no precipitan con los reactivos utilizados para precipitar los grupos anteriores. O sea, los cationes sodio (Na^+), potasio (K^+), magnesio (Mg^{2+}) y amonio (NH_4^+).

Los cationes de este grupo tienen características similares, todos son incoloros. Para realizar el análisis del grupo se utilizan las características de cada catión, como son las propiedades reductoras del catión del Na^+ y del catión K^+ .

Para la identificación de estos, se usan reactivos específicos para cada catión.

Debemos recordar que el NH_4^+ se identifica directamente de la disolución problema utilizando el NaOH (hidróxido fuerte), el cual descompone el NH_4^+ desprendiendo $\text{NH}_3(\text{g})$ y H_2O y luego se identifica el $\text{NH}_3(\text{g})$ que se desprende.

El resto de los cationes se identifican utilizando sus reactivos específicos, así el catión Na^+ se identifica con acetato de uranilo y cinc ($\text{UO}_2(\text{CH}_3\text{COO})_3 + \text{Zn}^{2+}$) mediante este reactivo se forman acetatos triples que se precipitan y tienen color amarillo ($3\text{UO}_2(\text{CH}_3\text{COO})_3$).

El catión K^+ se identifica mediante el cobaltinitrito sódico ($\text{NaK}_2\text{CO}(\text{NO}_2)_6$) en medio acético (CH_3COOH), originando un precipitado amarillo de cobaltinitrito de sodio y potasio ($\text{CO}(\text{NO}_2)_6 \text{K}_2 \text{Na}$) y el catión Mg^{2+} se identifica utilizando el fosfato ácido sódico (Na_2HPO_4) el que en presencia de cloruro de amonio (NH_4Cl) e hidróxido de amonio (NH_4OH) origina precipitado blanco cristalino de fosfato de magnesio y amonio $\text{PO}_4 \text{Mg}(\text{NH}_4)$.

Materiales

Gradilla con tubos de ensayo
Mechero, trípode y tela de amianto
Gotero
Probeta de 10 mL
Papel indicador universal de pH
Papel de filtro
Embudo y soporte
Cápsula de porcelana

Reactivos

Disolución problema de los cationes del grupo V
Sulfato amónico ($\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$) sólido

Oxalato amónico ($(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$)
 Fosfato ácido de sodio ($\text{Na}_2\text{PO}_4\text{H}$)
 Hidróxido de amonio (NH_4OH) $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$
 Ácido clorhídrico (HCl) diluido
 Magnesón (p-nitrobenceno azoresorcina)
 Hidróxido de sodio (NaOH) $0,1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$
 Ácido nítrico (HNO_3) concentrado
 H_2O destilada
 Ácido acético (CH_3COOH) concentrado
 Cobaltinitrito sódico ($\text{Na}_2\text{CO}(\text{NO}_2)_6$) sólido
 Acetato de uranilo y cinc ($\text{UO}_2(\text{CH}_3\text{COO})_3 + \text{Zn}^{2+}$)
 Hidróxido de sodio (NaOH) $8 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$

Técnica operatoria

Nota. Para desarrollar la técnica operatoria utilice la tabla 11' (Esquema del análisis del grupo V de cationes) que aparece en el anexo.

1. A 5 mL de la disolución problema añada una pizca de sulfato amónico (NH_4) (NH_4)₂ SO₄, otras dos gotas de oxalato amónico (NH_4) C₂ O₄ y concentre por ebullición hasta unos 2 mL. Si aparece algún precipitado sepárelo por filtración. Tome la mitad del líquido claro, y añada cuatro gotas de Na₂ PO₄ H y NH₄ OH diluido hasta ligero olor persistente. Agite fuertemente y deje reposar unos minutos agitando con frecuencia. Precipitado blanco cristalino indica catión Mg²⁺. A continuación filtre el precipitado de fosfato y lave dos veces con un poco de NH₄ OH muy diluido, sepárelo del líquido que se despreja. Disuelva el precipitado en gotas de HCl diluido y en partes de esta disolución verifique las siguientes reacciones:

- Añada gotas de la disolución anterior en un tubo de ensayo, más dos gotas de magnesón y después NaOH diluido hasta alcalinidad fuerte. Caliente un poco y filtre. Precipitado azul indica catión Mg²⁺.
- Al resto de la disolución clorhídrica añada dos gotas de amarillo de titanio, alcalinice con NaOH. Precipitado rojo indica el catión Mg²⁺.

2. Pase a una capsulita de precipitado, el resto del líquido procedente de la disolución inicial. Añada dos gotas de HNO₃ concentrado, evapore a sequedad completa, operando el final con precaución para evitar salpicaduras. Continúe calentando la cápsula directamente sobre la llama, hasta que dejen de desprenderse humos de sales amónicas (con el residuo puede hacerse un examen orientador de coloración a la llama).

Identificación del catión K⁺

3. Disuelva el residuo de la evaporación en 1 mL de H₂ O, filtre en caso necesario. A 0.5 mL de la disolución clara añada gotas de CH₃ COOH hasta acidez y una pizca de cobaltinitrito sódico sólido o unas gotas de disolución reciente del reactivo; agite, caliente suavemente y deje reposar unos minutos. Precipitado amarillo cristalino de NaK₂ CO(NO₂)₆ indica catión K⁺.

Identificación del catión Na^+

4. A 0,5 mL de la disolución restante añada el reactivo acetato de uranilo ($\text{UO}_2(\text{CH}_3\text{COO})_3$). Agite y deje reposar. Precipitado amarillo que tarda algún tiempo en aparecer indica catión Na^+ .

Identificación del catión NH_4^+

5. A 1 mL de la disolución problema original añada NaOH , hasta que se obtenga una reacción fuertemente alcalina, caliente suavemente con precaución.

Si existe catión amonio (NH_4^+), se desprenderá amoníaco (NH_3) que se identifica:

- a) por su olor;
- b) porque azulea un papel de tornasol rojo y húmedo, expuesto a los vapores que salen del tubo de ensayo;
- c) porque da humos blancos al aproximar a la boca del tubo de ensayo una varilla que lleva pendiente una gota de HCl concentrado.

Informe final

El informe contendrá el número de la disolución problema, así como los cationes encontrados y sus reacciones de identificación.

Práctica No. 12 Estudio de la marcha sistemática de cationes (1ra. parte) grupos I, II y V de cationes

Objetivos

Lograr que los alumnos apliquen los conocimientos teóricos adquiridos y reafirmen sus conocimientos prácticos, mediante el estudio consecuente de la marcha sistemática de cationes.

Introducción teórica

En la práctica de hoy estudiaremos de forma conjunta los grupos I, II y V de cationes.

Nota: No se realiza la marcha siguiendo el orden de los grupos con el objetivo de poder realizar los análisis en caso de no contar con instalaciones para pasar corriente de H_2S .

Para analizar los grupos debemos recordar las características principales de cada grupo.

Al encontrarnos con la disolución problema que contenga los cationes de los tres grupos mencionados, el primer paso que debemos realizar es proceder a la identificación del catión NH_4^+ , directamente de la disolución problema por las razones expuestas, o sea, que se añade como reactivo en los grupos de cationes que se analizan.

El siguiente paso será analizar los cationes del grupo I: plata (Ag^+), plomo (Pb^{2+}) y mercurioso (Hg_2^{2+}), cuyo reactivo general es el HCl diluido, o sea, que añadimos HCl diluido con el que los cationes del grupo I precipitan en forma de cloruros, quedando en disolución el resto de los grupos.

Los cloruros del grupo I, se tratan de acuerdo con la marcha, separándose e identificándose cada uno, para esto utilizamos: la propiedad del PbCl_2 de ser soluble en H_2O caliente, para separarlo de los AgCl y Hg_2Cl_2 . A continuación procedemos a separar los dos cationes restantes, mediante el NH_4OH , el cual ejerce un doble efecto, sobre los cloruros antes mencionados, por una parte solubiliza el AgCl formando el complejo amoniacal $\text{Ag}(\text{NH}_3)_2^+$, el cual se identifica con KI o ácido y en el residuo ocurre la dismutación del catión Hg^{2+} formándose $\text{Hg}^0 + \text{ClHg}(\text{NH}_2)^+$, las cuales se identifican por medio del ennegrecimiento del papel de filtro, o identificando el catión (Hg_2^{2+}) o con SnCl_2 .

Luego de haber separado e identificado los cationes del grupo I, pasamos a analizar el grupo II de cationes, recordando que el grupo II de cationes se divide en dos subgrupos:

Subgrupo II A: HgS , PbS , Bi_2S_3 , CdS , CuS .
Sulfuros insolubles.

Subgrupo II B: AsS_4^{3-} , SbS_4^{3-} , SnS_3^{2-}
Los sulfuros se solubilizan y forman tiosales.

Para precipitar este grupo y separarlo del grupo V se utiliza el reactivo general del grupo el H_2S , pero puede utilizarse el Na_2S en un medio HCl $0,3 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$, mediante el cual estos cationes precipitan en forma de sulfuros. El grupo V queda en disolución.

Luego frente a un polisulfuro $(\text{NH}_4)_2\text{S}_x$ o exceso de sulfuro de sodio (Na_2S) se disuelven los sulfuros de As^{3+} y As^{5+} , Sb^{3+} y Sb^{5+} y Sn^{2+} y Sn^{4+} , debido a la formación de las correspondientes tiosales, propiedad que se utiliza para separar los dos subgrupos.

Después de separados los dos subgrupos que forman el grupo II de cationes se procede a la separación e identificación de cada catión del grupo I, primero se identifican los cationes del subgrupo II A y después los cationes del subgrupo II B.

Una vez analizado este grupo II de cationes, en la disolución nos queda el grupo V de cationes, el cual se analiza según la marcha correspondiente a este grupo.

Materiales

Gradilla con tubo de ensayo
Mechero, trípode y tela de amianto
Embudo y soporte
Papel de filtro
Gotero
Probeta de 10 mL
Papel indicador universal
Cápsula de porcelana
Agitador de vidrio o varilla

Reactivos

Disolución problema
Disolución de ácido clorhídrico (HCl) $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$

H_2O destilada
 Ácido acético (CH_3COOH) concentrado
 Cromato de potasio (K_2CrO_4)
 Ioduro de potasio (KI)
 Hidróxido de amonio (NH_4OH) $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$
 Ácido sulfúrico (H_2SO_4) concentrado
 Cloruro estannoso (SnCl_2)
 Hidróxido de amonio (NH_4OH) concentrado
 Disolución de sulfuro de sodio (Na_2S)
 Nitrato amónico (NH_4NO_3)
 Ácido sulfúrico (H_2SO_4) concentrado
 Hidróxido de sodio NaOH concentrado $8 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$
 Peróxido de hidrógeno (H_2O_2) al 3 %
 Ácido clorhídrico (HCl) concentrado
 Ácido sulfhídrico (H_2S)
 Polisulfuro amónico ($(\text{NH}_4)_2\text{S}_x$)
 Ácido sulfúrico (H_2SO_4) $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$
 Ácido nítrico (HNO_3) concentrado
 Ferrocianuro potásico ($\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN}_6)$)
 Cianuro de potasio (KCN)
 Tetracloruro de carbono (CCl_4)
 Sulfato de cinc (ZnSO_4) $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$
 Molibdato de amonio ($(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$)
 Nitrato de plata (AgNO_3)
 Ácido fosfomolibdico ($\text{H}_5(\text{MoO}_4)\text{PO}_4$)
 Alcohol amílico ($\text{C}_5\text{H}_{12}\text{O}$)
 Nitrito de sodio (NaNO_2)
 Rodamina B (tetraetilrodamina)
 Alambre de hierro limpio (Fe)
 Cloruro mercurico (HgCl_2)
 Sulfato amónico ($(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$) sólido
 Magnesón (p-nitrobenceno azoresorcina)
 Oxalato amónico ($(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$)
 Fosfato ácido de sodio (Na_2HPO_4)
 Ácido clorhídrico (HCl) diluido
 Hidróxido de sodio NaOH $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$
 Cobaltinitrito sódico ($\text{Na}_2\text{Co}(\text{NO}_2)_6$) sólido
 Acetato de uranilo y cinc ($\text{UO}_2(\text{CH}_3\text{COO})_3 \cdot \text{Zn}^{2+}$)

Técnica operatoria

Nota. Para desarrollar los pasos de la técnica operatoria utilice los esquemas correspondientes a cada grupo.*

Análisis del grupo I de cationes

1. Tome unos 5 mL de la disolución preparada; añada dos gotas $\text{HCl } 2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ y agite. Si no aparece precipitado o turbidez no hay cationes de ese grupo, excepto catión Pb^{2+} y se pasa al siguiente. Si se forma precipitado, adicione diez gotas más de $\text{HCl } 2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$. Agite, caliente lentamente, deje enfriar por completo y filtre.

El filtrado, contiene los cationes de los grupos siguientes; se le pone la etiqueta: grupo II y siguientes para evitar confusión. Compruebe si la precipitación fue completa adicionando una gota de HCl diluido.

Precipitado blanco, cuajoso de AgCl , pulverulento y denso de Hg_2Cl_2 o cristalino de PbCl_2 . Lave con 1 mL de agua fría a la que se han añadido dos gotas de $\text{HCl } 2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$.

2. Caliente a ebullición 2 mL de agua destilada, e hirviendo añádalos al precipitado sobre el mismo papel de filtro, dejándolo pasar sin succión. El filtrado caliéntelo de nuevo y repita la operación. A una parte del líquido filtrado añada dos gotas de CH_3COOH y otras dos de K_2CrO_4 , precipitado amarillo indica catión Pb^{2+} . Al resto del filtrado ya frío, se añaden tres o cuatro gotas de KI . Precipitado amarillo que se disuelve al hervir y que precipita de nuevo al enfriarse indica el catión Pb^{2+} . Si existe plomo, vuelva a tratar el precipitado con otros 2 mL de agua hirviendo, repitiendo el proceso hasta que el filtrado no precipite con K_2CrO_4 .

3. Sobre el resto del precipitado obtenido en el paso 2, exento de PbCl_2 , sin quitarlo del papel de filtro añada 1 o 2 mL de $\text{NH}_4\text{OH } 2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ dejando que pase lentamente. Vuelva a pasar el filtrado dos o tres veces a través del papel de filtro para conseguir la completa disolución del AgCl . A una parte del filtrado amoniacal añada una gota de H_2SO_4 concentrado hasta acidez, agite. La formación de precipitado o turbidez blanca indica el catión Ag^+ .

Al resto del filtrado añada KI . Formación de un precipitado amarillo indica catión Ag^+ .

4. Si al añadir NH_4OH sobre el precipitado del paso 3, este ennegrece, es suficiente para indicar la existencia del anión Hg_2^{2+} o se puede identificar añadiendo SnCl_2 . Precipitado negro indica catión Hg_2^{2+} .

Análisis del grupo II de cationes

5. La disolución reservada para este grupo, subgrupo II y siguiente pásela a un tubo de ensayo; neutralice cuidadosamente con NH_4OH concentrado al principio, para no diluir excesivamente y $\text{NH}_4\text{OH } 2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ cuando está próxima a la neutralidad. Conseguida esta, mida el volumen añada una gota de HCl concentrado, por cada mL de disolución.

6. Caliente la disolución hasta una temperatura próxima a la ebullición y pase corriente de H_2S o añada Na_2S (2 mL) hasta precipitación total. Filtre rápidamente.

* (Tablas 6, II y 11).

a) **Concentre el filtrado por ebullición hasta 4 mL.**

Si aparece precipitado amarillo vivo, de sulfuro de arsénico indica catión Ag^{3+} , añada dos gotas de HCl concentrado y continúe la ebullición hasta total precipitación del catión As^{3+} . Filtre, y en el precipitado identifique el catión As^{3+} según se indica en el subgrupo II B. Al terminar la concentración, filtre y el filtrado se guarda en un tubo de ensayo, rotulado como grupo V.

7. El precipitado obtenido en el paso 2 puede ser: (negro) de sulfuro de Hg^{2+} , Pb^{2+} o Cu^{2+} ; (pardo) de los sulfuros de Bi^{3+} y Sn^{2+} ; (rojo naranja) de los sulfuros de Sb^{3+} y Sb^{5+} ; (amarillento sucio) de sulfuro de Sn^{4+} ; (amarillo vivo) de sulfuro de Cd^{2+} , As^{3+} o As^{5+} . Lave con 1 mL de H_2O de Na_2S , a la que se adicionan unas gotas de nitrato amónico NH_4NO_3 . Enseguida opere con el precipitado de la forma siguiente. Pase a una cápsula de porcelana o a un tubo de ensayo y trate con 3 mL de polisulfuro amónico $(\text{NH}_4)_2\text{S}_x$ o Na_2S , agite suavemente y caliente sin hervir, deje reposar unos minutos y filtre.

El líquido claro contiene los cationes del subgrupo IIB al estado de tiosales de valencia máxima. Guarde este filtrado en un tubo tapado y etiquetado como subgrupo IIB y siguientes. Se analiza más adelante.

Análisis del subgrupo IIA de cationes

8. El precipitado está constituido por los sulfuros de los cationes del subgrupo II A y debe ser analizado enseguida.

Lave el precipitado con 1 mL de agua a la que se han añadido gotas de polisulfuro amónico. Páselo a un tubo de ensayo y trate con una mezcla de 1 mL de HNO_3 concentrado más 2 mL de agua, caliente a ebullición durante medio minuto, filtre y lave con un poco de agua.

El precipitado está constituido por HgS y se analiza conforme se indica en 9.

La disolución contiene los restantes cationes del subgrupo II A, se investiga según el paso 10.

9. El precipitado contiene HgS , invéstiguelo llevándolo a un tubo de ensayo, donde se trata por cinco gotas de HCl concentrado, más dos gotas de HNO_3 concentrado, hierva sin llegar a sequedad, diluya con 1 mL de agua y filtre. Sobre el filtrado añada unas gotas de SnCl_2 ; precipitado blanco, gris o negro, identifica el catión Hg^{2+} .

10. A la disolución (subgrupo II A) obtenida en (8), añada dos gotas de H_2SO_4 concentrado, concentre por ebullición cuidadosamente hasta aparición de humos blancos densos de SO_3 (debe quedar 0,5 mL de disolución), diluya con 1 mL de agua a la que se han añadido unas gotas de H_2SO_4 (2 N), agite y observe si se ha formado precipitado blanco indica catión Pb^{2+} . En el caso negativo no hay plomo. Pase al paso 11. Si existe plomo separe por filtración.

11. A la disolución libre de plomo añada NH_4OH concentrado gota a gota, agitando hasta reacción alcalina (compruebe), más dos gotas en exceso; caliente poco a poco, sin hervir y observe, si no aparece precipitado coposo, no existe catión Bi^{3+} ; en caso positivo, filtre hasta obtener un filtrado completamente claro. Lave el precipitado con un poco de agua; si separa el papel de filtro con el precipitado, añada en un tubo de ensayo cuatro gotas de HCl 2 mol $\cdot$ L $^{-1}$, agite con una varilla, y disuelva.

12. Un color azul intenso de la disolución amoniacal es suficiente para caracterizar el cobre (Cu^{2+}). Indicios de catión Cu^{2+} darán color apenas perceptible. Pueden intensificarse los indicios mediante las reacciones siguientes:

- a) A unas gotas de la disolución acidule con HAc , y añada dos gotas de ferrocianuro potásico: color precipitado pardo rojizo indica catión Cu^{2+} .
- b) En un tubo se colocan varias gotas de disolución, dos gotas de SO_4Zn (1 N) y tres gotas de mercuritiocianato potásico. agite, un precipitado violeta, más o menos intenso, indica catión Cu^{2+} .

13. Al resto de la disolución amoniacal añada disolución recientemente preparada de KCN, gota a gota, hasta decoloración, más dos gotas en exceso. (Si no hay Cu^{2+} no es necesario adicionar KCN). Añada Na_2S (unas gotas) dos gotas de nitrato amónico (NH_4NO_3) y caliente ligeramente. Turbidez o precipitado amarillo, indica catión Cd^{2+} .

Análisis del subgrupo II B de cationes

14. A la disolución de tiosales añada HCl concentrado gota a gota, agitando, hasta que aparece un precipitado que no desaparece por agitación, continúe la adición de ácido pero ahora ($2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$), hasta que el líquido tenga reacción ácida (comprobar), diluya con un volumen igual de agua, caliente suavemente y filtre. El precipitado puede ser: As_2S_5 (amarillo vivo), Sb_2S_5 (rojo naranja), SnS_2 (amarillo sucio), si el precipitado es blanco, no hay elementos de este subgrupo y no se prosigue el análisis.

15. Sobre el mismo filtro, si el precipitado es escaso o en una cápsula si es abundante, trate el precipitado con una mezcla de 2 mL de HCl concentrado, más 1 mL de H_2O . Caliente suavemente sin hervir y filtre. El filtrado que contiene cloruro antimonioso (SbCl_2) y (SnCl_2), se analiza conforme la etapa (17). El precipitado, según (16).

16. El precipitado insoluble en HCl puede ser: As_2S_5 , quizás un poco de Sb_2S_5 . Lave dos o tres veces con agua. Trate en el mismo filtro con una mezcla de 1 mL de NH_4OH y otro de H_2O_2 al 3 %, ligeramente caliente, pase varias veces calentando cada vez, hasta conseguir la disolución o decoloración del precipitado. El precipitado que pueda quedar se despreja. La disolución que contendrá arseniato y sulfato amónico, la utilizamos para identificar el catión As^{2+} . Esta evapórela casi a sequedad, añada dos o tres gotas de agua, cinco de HNO_3 concentrado y cinco de molibdato. Agite, caliente y deje estar unos minutos. Filtre. Precipitado amarillo de arsenomolibdato amónico como prueba el catión As^{3+} .

17. La disolución clorhídrica obtenida en (15), hiérvala suavemente para expulsar el exceso de (Na_2S). A 0,5 mL de esta disolución añada cinco gotas de ácido fosfomolibdico. Caliente suavemente, sin hervir y deje en reposo. Color azul, que se intensifica lentamente y que se puede extraer con alcohol amílico. Indica antimonio los cationes Sb^{+5} y Sb^{3+} . Otras cinco gotas de la disolución clorhídrica, trátelas en un tubo de ensayo, con cristales de NaNO_2 , caliente hasta expulsión total de vapores nitrosos, deje enfriar y añada dos gotas de esta disolución sobre tres gotas de rodamina B. Si la rodamina cambia su color claro (fluorescente) por el azul violeta o se forma un precipitado de este color, existe el catión Sb^{3+} .

18. Tome cuatro gotas de la disolución clorhídrica, póngalas en una cápsula de porcelana, añada dos gotas de HCl (concentrado) y un trocito de Zn puro, agite la

mezcla y viértala en un tubo de ensayo que contiene agua fría, hasta la mitad e introduzca en la llama incolora de un mechero de Bunsen, la parte del tubo que ha estado en contacto con la mezcla, si esta adquiere una luminiscencia azul característica, existen los cationes Sn^{2+} y Sn^{4+} .

Al resto de la disolución introdúzcale un trocito de alambre de hierro bien limpio, caliente un poco para iniciar la reacción y deje desprendiendo burbujas unos 10 min.

Si hay catión Sb^{+5} , precipitará aquí en forma de copos negros. Filtre la disolución e hierva un poco.

Sobre la disolución añada gotas de HgCl_2 . Precipitado blanco, gris o negro.

Compruebe los cationes (Sn^{2+} y Sn^{4+}).

Análisis del grupo V de cationes

19. Al líquido precedente del grupo II añada una pizca de $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ y otras dos gotas de $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ y concentre por ebullición hasta unos 2 mL. Si aparece algún precipitado separe por filtración. Tome la mitad del líquido claro, añada cuatro gotas de $(\text{PO}_4\text{HNa}_2)$ y (NH_4OH) diluido, hasta ligero olor persistente, agite fuertemente y deje reposar unos minutos, agitando con frecuencia, el precipitado blanco cristalino indica catión Mg^{2+} .

A continuación filtre el precipitado de fosfato y lave dos veces con un poco de amoníaco muy diluido. Separe del líquido, que se desprecia, disuelva el precipitado en gotas de HCl diluido, y en parte de esta disolución se verifican las siguientes reacciones:

a) Ponga gotas en un microtubo, añada dos gotas de magnesón y después NaOH diluido hasta alcalinidad fuerte. Caliente un poco y filtre, precipitado azul indica catión Mg^{2+} .

b) Al resto de la disolución clorhídrica añada dos gotas de amarillo de titanio y alcalinice con NaOH , precipitado rojo comprueba el catión Mg^{2+} .

20. Pase a una cápsula de porcelana el resto del líquido procedente de la disolución inicial. Añada dos gotas de HNO_3 (concentrado) y evapore a sequedad completa operando al final con precaución para evitar salpicaduras. Después continúe la calefacción, calentando la cápsula de porcelana directamente sobre la llama hasta que deje de desprender humos de sales amoniacales. Con el residuo puede hacerse un examen orientador de coloración de la llama.

Identificación del catión K^+

21. El precipitado de evaporación disuélvalo en 1 mL de H_2O , filtre en caso necesario. A 0,5 mL de la disolución clara añada dos gotas de CH_3COOH hasta acidez y una pizca de cobaltinitrito sódico sólido, o unas gotas de disolución reciente del reactivo; agite, caliente suavemente y deje reposar unos minutos. Precipitado cristalino de $\text{CO}(\text{NO}_2)_2 \cdot \text{NaK}_2$ confirma el catión K^+ .

Identificación del catión Na^+

22. A 0,5 mL de la disolución restante añada el reactivo acetato de uranilo ($\text{UO}_2\text{CH}_3\text{COO}_3$) agite y deje reposar. Precipitado amarillo que tarda algún tiempo en aparecer, indica catión Na^+ .

Identificación del catión NH_4^+

23. A 1 mL de la disolución problema original añada NaOH hasta que se obtenga una reacción fuertemente alcalina. Caliente lentamente con precaución. Si existe amonio, se desprenderá amoníaco que se identifica:

- a) por su color;
- b) porque azulea un papel de tornasol rojo y húmedo y expuesto a los vapores que salen del tubo;
- c) porque ennegrece un papel impregnado en nitrato mercurioso;
- d) porque da humos blancos al aproximar a la boca del tubo una varilla que lleve pendiente una gota de HCl concentrado.

Informe final

El informe contendrá el número de la disolución problema, así como los cationes encontrados y sus reacciones de identificación.

Práctica No. 13 Estudio de la marcha sistemática de cationes (2da. parte) grupos III y IV de cationes

Objetivo

- Lograr que los alumnos apliquen los conocimientos teóricos adquiridos y reafirmen sus conocimientos prácticos, mediante el estudio consecuente de los grupos III y IV de la marcha sistemática de cationes.

Introducción teórica

En la práctica se estudian de forma conjunta los grupos III y IV de cationes que son los que restan de la marcha sistemática, ya que se informó en la práctica anterior que no tenemos posibilidades de realizar el análisis de forma lógica (en el orden normal) debido a la falta de instalaciones y algunos reactivos como el H_2S .

Recordemos las características principales del grupo III (cationes).

El reactivo general del grupo es: $\text{NH}_4\text{OH} + \text{NH}_4\text{Cl} + \text{H}_2\text{S}$.

Los cationes del grupo III pueden ser divalentes y trivalentes y de esta forma se dividen en dos subgrupos.

Subgrupo III A (trivalentes): Fe^{3+} , Cr^{3+} , Al^{3+} .

Precipitan frente al $\text{NH}_4\text{Cl} + \text{NH}_4\text{OH}$ en forma de hidróxidos. Una vez precipitado este grupo, lo filtramos y lo separamos para su análisis y en la disolución nos queda el subgrupo III B y el grupo IV de cationes.

Subgrupo III B (divalentes): Ni^{2+} , Co^{2+} , Mn^{2+} , Zn^{2+} .

Este grupo precipita clásicamente con H_2S .

Nosotros utilizamos el $(\text{NH}_4)_2\text{S}$.

El $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ sustituye perfectamente al H_2S , o sea, con este reactivo, los cationes del subgrupo III B precipitan en forma de sulfuros de Ni, Co, Mn y Zn.

A continuación se trata con HCl, aprovechando que el NiS y CoS no se disuelven en él, mientras el resto se disuelve, los disolvemos con H₂O regia y procedemos a identificarlos con sus reactivos característicos especiales.

Los sulfuros de Mn y Zn se separan tratándolos con NaOH, ya que el ZnS se disuelve y el MnS pasa a formar el manganitomanganeso.

Una vez separados y analizados los cationes del subgrupo IIIB, pasamos a estudiar el grupo IV de cationes que se encuentra en disolución.

Para precipitarlos utilizamos el reactivo general del grupo (NH₄)₂CO₃ con el que los cationes Ca²⁺, Ba²⁺, Sr²⁺, precipitan en forma de carbonatos de color blanco.

Una vez obtenidos los carbonatos tratamos con HNO₃ concentrado y se separa el CaCO₃ que es el único soluble en este reactivo, quedando en forma de residuo el BaCO₃ y SrCO₃, los cuales se disuelven en H₂O regia y se tratan con K₂CrO₄, en medio acético, bajo estas condiciones precipita el catión Ba²⁺ en forma de BaCrO₄ y queda el catión Sn²⁺ en disolución, el cual identificamos en forma de cromato, en presencia de medio hidroalcohólico.

De esta forma concluimos el análisis de los cationes en sus grupos específicos.

Materiales

Gradilla con tubos de ensayo
Mechero, trípode y tela de amianto
Gotero
Probeta de 10 mL
Papel indicador universal
Papel de filtro
Embudo y soporte
Cápsula de porcelana
Agitador de vidrio o varilla

Reactivos

Disolución problema de los grupos III y IV
Ácido nítrico (HNO₃) concentrado
Cloruro de amonio (NH₄Cl) sólido
Hidróxido de amonio (NH₄OH) concentrado
Ácido acético CH₃COOH concentrado
H₂O destilada
Hidróxido de amonio NH₄OH 2 mol · L⁻¹
Ácido nítrico (HNO₃) diluido
Reactivo tartaromolibdico*
Ferrocianuro de potásico (K₄Fe(CN)₆)
Ácido clorhídrico/(HCl) diluido
Cinc (Zn)

* (NH₄)₃ · 12 MoO₄ + HNO₃ (concentrado) + CH₃COCH₂COOH)

Tiocianato de potasio (KSCN)
 Cloruro férrico (FeCl_3) $0,3 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$
 Hidróxido de sodio NaOH (1 lentejita en 1 mL de H_2O)
 Peróxido de hidrógeno (H_2O_2) 3 %
 Oxalato ácido de potasio (KHC_2O_4)
 Sulfuro de amonio (NH_4)₂S
 Ácido sulfúrico H_2SO_4 ($2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$)
 Éter etílico ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_3$)
 Difenilcarbocida ($\text{CO}(\text{NH}-\text{NH}-\text{C}_6\text{H}_5)_2$)
 Alizarina roja (alizarin sulfonato de sodio)
 Ácido clorhídrico (HCl) concentrado
 Sulfato de cinc (ZnSO_4)
 Reactivo mercuritiocianato amónico y cinc ($\text{NH}_4\text{Hg}(\text{SCN})_4\text{Zn}$)
 Alcohol amílico ($\text{C}_5\text{H}_{12}\text{O}$)
 Dimetilglioxima ($\text{CH}_3-\text{C}=\text{NOH}$)₂
 Reactivo Montequi A ($\text{CuSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O}$)
 Sulfuro de sodio (Na_2S)
 Carbonato amónico ($(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$)
 Cromato de potasio (K_2CrO_4)
 Alcohol etílico de 95° ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)
 Oxalato amónico (NH_4)₂ C_2O_4
 Reactivo Montequi B ($\text{HgCl}_2 + \text{NH}_4\text{SCN} + \text{H}_2\text{O}$)

Técnica operatoria

Nota: Para desarrollar los pasos de la técnica operatoria utilice los esquemas correspondientes a cada grupo (tablas 8 y 10).

1. A la disolución problema añada dos gotas de HNO_3 concentrado e hierva a ebullición para oxidar el catión Fe^{2+} hasta catión Fe^{3+} . La aparición de un color amarillo, que persiste después de la ebullición, indica la posible presencia del catión Fe^{3+} .

2. Añada a continuación alrededor de 0,25 o 0,50 g de NH_4Cl sólido, caliente y añada NH_4OH (concentrado), gota a gota, agite suavemente a cada adición, hasta que el líquido tenga ligero olor a amoníaco, evitando un gran exceso. Filtre enseguida sin dejar enfriar el líquido.

La disolución contiene los cationes del subgrupo IIIB al estado de complejos amoniacales, más los cationes de los grupos IV y V. Se comprueba si la precipitación fue completa adicionando una gota más de NH_4OH . Debe operarse enseguida con este líquido; en caso contrario guárdese en un tubo bien tapado, rotulado subgrupo IIIB y siguientes, previa acidulación con CH_3COOH .

El precipitado puede contener $\text{Fe}(\text{OH})_3$, pardo rojizo, $\text{Cr}(\text{OH})_3$, gris verdoso o violáceo; $\text{Al}(\text{OH})_3$, blanco. Lave el precipitado con un poco de H_2O hervida adicionada de una gota de NH_4OH diluido.

Análisis del subgrupo III A

Identificación del catión Fe^{3+}

3. a) En un tubo de ensayo añada unas gotas de $K_3Fe(CN)_6$ (ferrocianuro potásico) y cuatro gotas de HCl diluido, con una varilla añada un poco de precipitado del paso 2. Precipitado azul intenso, indica catión Fe^{3+} .
- b) En un tubo de ensayo añada dos o tres gotas de KSCN y cuatro gotas de HCl diluido con una varilla se pone un poco de precipitado del paso 2. Coloración rojo oscura, indica Fe^{3+} .
- Si existe catión Fe^{3+} se pasa al paso (3). Si no existe catión Fe^{3+} , o este se encuentra en pequeña cantidad (color claro de los hidróxidos) disuelva el precipitado en la menor cantidad posible de HCl diluido, añada cinco gotas de $FeCl_3$ ($0,3 \text{ mol} \cdot l^{-1}$) y se precipita el proceso, adicionando más $FeCl_2$, hasta lograr un precipitado de color pardo rojizo. Al llegar a este punto filtre y lave. El filtrado se une al obtenido en el paso (2).

4. Pase el precipitado a un tubo o cápsula de porcelana, si se ha filtrado, teniendo cuidado de separarle bien el papel de filtro y trate con una mezcla de una disolución NaOH obtenida en el acto, disolviendo una lentejita de NaOH en 1 mL de agua y 4 mL de agua oxigenada al 3%. Agite con una varilla procurando mezclar bien el precipitado con el líquido, caliente suavemente el precipitado y después a ebullición hasta que cese la efervescencia. Diluya con unas gotas de agua y filtre. No es necesario lavar.

El filtrado contiene el Cr al estado de cromato (amarillo) y el Al, al estado de aluminato (incolore). Analice como se indica en el paso siguiente.

El precipitado está constituido por $Fe(OH)_3$ el cual se identifica como se indicó en el paso (3).

Identificación del anión CrO_4^{2-}

5. a) Unas gotas de la disolución añádalas sobre una mezcla de 0,5 mL de H_2SO_4 diluido, dos gotas de H_2O_2 y 10 de éter etílico. Agite, coloración azul o azul violeta, fugaz, extraíble por el éter etílico comprueba el catión Cr^{3+} .
- b) Ponga varias gotas de disolución en un tubo de ensayo, cuatro gotas de difenilcarbocida y después gotas de H_2SO_4 diluido hasta acidez; coloración violeta intensa, indica catión Cr^{3+} .

Identificación del catión Al^{3+}

6. Al resto de la disolución (0,5 mL) añada varias gotas de alizarina roja y después gotas de CH_3COOH , hasta que el color violeta desaparezca. Persistencia de un color pardo rojizo o precipitado rojo, comprueba el catión Al^{3+} .

Análisis del subgrupo III B

7. El líquido amoniacal subgrupo III B y siguientes caliéntela sin hervir y agregue sulfuro amónico $(NH_4)_2S$. Filtre por doble filtro, mediante succión suave. El precipitado puede ser: SNi y SCo , negros; SMn , rosa sucio, a veces algo verdoso; SZn , blanco, lave con 1 mL de $CiNH_4$ y analice conforme (2). El filtrado contiene los cationes del grupo IV.

8. El precipitado de sulfuros obtenido en (7) una vez lavado, trátelo sobre el mismo filtro, con una mezcla de 2 mL de HCl $2 \text{ mol} \cdot l^{-1}$ y 1 mL de H_2O , deje pasar

el ácido lentamente sin succión, agitando un poco, pase el filtrado otras dos veces. El precipitado está constituido por SNi y SCo , negros. El filtrado contiene Mn^{2+} y Zn^{2+} incoloros.

9. El precipitado páselo a un tubo de ensayo, o a una cápsula de porcelana donde se trata con seis gotas de HCl concentrado, más dos gotas de HNO_3 concentrado (o más según la cantidad de precipitado existente), hierva para eliminar el exceso de agua regia, hasta que apenas quede líquido, sin llegar a sequedad, y diluya con diez gotas de H_2O .

Identificación del catión Co^{2+}

10. a) Se pone una gota de la disolución anterior en un tubo y añada otra de ZnSO_4 y luego otra de reactivo mercuritiocianato potásico; precipitado azul, indica catión Co^{2+} .
- b) A unas gotas de la disolución póngalas en un tubo de ensayo y añada unos cristallitos de KSCN , o gotas de la disolución acuosa saturada de este. Añada ahora cinco gotas de acetona o de mezcla de alcohol amílico y éter etílico, y agite. Color azul de la capa acuosa, indica catión Co^{2+} .

Identificación del catión Ni^{2+}

11. Una gota de disolución póngala con una varilla, en el fondo de un tubo de ensayo, alcalinice con amoniaco y añada dos o más de dimetilglixima; precipitado rojo rosado, comprueba el catión Ni^{2+} .
12. El filtrado obtenido en (8) que contiene los cationes Mn^{2+} y Zn^{2+} , hierva hasta reducir su volumen un poco menos de 1 mL añada poco a poco esta disolución, agitando, sobre otra obtenida en el acto, disolviendo una lenteja de NaOH en 1 mL de agua. La mezcla debe ser fuertemente alcalina (comprobar). Añada dos gotas de H_2O_2 , hierva un poco y filtre o centrifugue.

Identificación del catión Mn^{2+}

13. Se efectúa en el precipitado negruzco, añadiendo 2 mL de disolución de oxalato ácido de potasio y caliente suavemente. Color rojo violeta, indica Mn^{2+} .

Identificación del catión Zn^{2+}

14. a) Aparte de la disolución alcalina añada H_2SO_4 diluido hasta acidez (comprobar). Añada una gota de reactivo Montequi A y dos o tres del B. Agite y ayude a la precipitación frotando con una varilla. Precipitado violeta más o menos intenso, que puede ser negro, indica el catión Zn^{2+} .
- b) Al resto de la disolución añada Na_2S . Precipitado blanco, indica catión Zn^{2+} .

Análisis del grupo IV de cationes

Reactivo $\text{CO}_3(\text{NH}_4)_2$

Cationes: Ba^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+}

15. El líquido procedente del grupo III de cationes, después de acidulado con acético, expulsando y eliminando el S que haya podido precipitar, concéntralo hasta 1 mL. Separe la sal amónica que haya precipitado, y diluya a 3 mL (si no se adicionó sal amónica, por no haber tenido necesidad de analizar los grupos anteriores, o el problema no contiene NH_4 , añada ahora una pizca de NH_4Cl sólido. Adicione unas gotas de amoniaco hasta ligero olor persistente, caliente sin hervir y añada en

caliente, gota a gota, y agitando de continuo, carbonato amónico reactivo hasta precipitación completa. No pasar de diez gotas. Deje reposar unos minutos; filtre o centrifugue y lave el precipitado una vez con agua fría. Con el filtrado se sigue el grupo V.

16. Se pasa el precipitado a una cápsula de porcelana procurando no perder nada de este y separándole bien del papel de filtro y caliente suavemente sobre la tela metálica hasta que esté bien seco.

Una vez fría la cápsula de porcelana trate el precipitado con diez gotas de ácido nítrico concentrado, agitando con una varilla para que todo el residuo se ponga en contacto con el ácido.

Si la disolución del precipitado es total (observar bien el fondo de la cápsula o del tubo) no hay bario ni estroncio y se pasa al paso 19. Si queda residuo sin disolver pueden existir dichos cationes; en este caso, separe por filtración procurando dejar el precipitado lo más seco posible. Lave dos veces con cinco gotas de ácido nítrico concentrado cada vez, arrastrando cualquier parte que haya podido quedar en la cápsula de porcelana.

17. El precipitado anterior trátelo con 1 mL de agua, agitando hasta lograr una total disolución del precipitado. A la disolución añádale gotas de NaOH diluida hasta reacción alcalina ligera, y luego ácido acético hasta que quede nuevamente ácido. Añada ahora cuatro gotas de cromato potásico. Ausencia de precipitado indica que no hay catión Ba^{2+} y se pasa a la etapa siguiente. Si se forma precipitado, añada unas gotas más de cromato, hierva y filtre, por doble filtro sin ejercer presión. El precipitado será amarillo de $MaCrO_4$. Lave con unas gotas de agua caliente, disuelva con gotas de HCl concentrado. La disolución se recoge en una cápsula de porcelana, donde se evapora casi a sequedad.

18. Al filtrado anterior, que debe ser de color amarillo rojizo, añadiendo más cromato en caso negativo, añada gotas de amonio hasta viraje a color amarillo claro después de agitar, y después un volumen igual de alcohol etílico de 95°. Agite, caliente ligeramente y deje reposar unos instantes. Precipitado amarillo indicará la presencia del catión Sr^{2+} , que deberá confirmarse disolviendo en HCl y observando si comunica color rojo carmín a la llama.

19. La disolución nítrica obtenida en el paso 16 evapórela casi a sequedad para expulsar el exceso de nítrico, diluya con un poco de agua y añada gotas de amoníaco concentrado hasta alcalinidad (comprobar). En la disolución amoniacal se identifica el catión Ca^{2+} por las siguientes reacciones:

- A la disolución (a una parte) añada gotas de oxalato amónico y caliente. Precipitado blanco de oxalato de calcio, insoluble en CH_3COOH comprueba el catión Ca^{2+} .
- A otra parte añada un poco de cloruro amónico sólido y cinco gotas de ferrocianuro potásico $0,5 \text{ mol} \cdot L^{-1}$, calentando suavemente, precipitado blanco indica catión Ca^{2+} .

En ambos casos debe confirmarse el catión Ca^{2+} por el color de la llama, variable del rojo claro al oscuro.

Informe final

El informe contendrá el número de la disolución problema, así como los cationes encontrados y sus reacciones de identificación.

Bibliografía

- ARRIBAS JIMENO, SIRO: *Análisis cualitativo inorgánico*. (Sin el empleo del ácido sulfhídrico). Editorial Pueblo y Educación, Ciudad de La Habana, 1984.
- BURRIEL MARTÍ, FERNANDO, FELIPE LUCENA CONDE y SIRO ARIBAS JIMENO: *Química Analítica Cualitativa*. Edición Revolucionaria, 5ta. ed. La Habana, abril, 1972.
- EDWARD HENRY KRAUS, WALTER FRED HUNT y LEWIS, STEPHEN RAMSDELL: *Mineralogía*. Edición Revolucionaria, 5ta. ed., La Habana, enero, 1970.

Tabla 1

Ensayos de coloración a la llama

Elemento	Llama utilizada	Color
Hg	Reductora	Violeta intenso
Tl	Reductora	Verde esmeralda
Se, Pb	Reductora	Azul verdoso sucio
Cu	Reductora	Azul bordeado de verde
As, Sb	Reductora	Azul pálido
Ga	Reductora	Violeta
Ba	Reductora	Verde amarillento
Sr, Li	Reductora	Rojo carmín
Ca	Reductora	Rojo anaranjado
Na	Reductora	Amarillo intenso
K	Reductora	Violeta pálido
Rb	Reductora	Rosa violáceo
Cb	Reductora	Azul violeta

Tabla 2

Coloración de las perlas ácidas

Elementos	COLOR	
	Llama oxidante	Llama reductora
Hierro (B-P)	Amarillo	Verde botella
Níquel (B-P)	Parda	Gris
Cromo (B-P)	Verde	Verde esmeralda
Cobalto (B-P)	Azul	Azul
Manganeso (B-P)	Violeta	Rosa
Uranio (B-P)	Amarilla	Verde
Titanio (B)	Amarillenta	Violeta
Vanadio (B)	Amarilla clara	Verde esmeralda
Molibdeno (B)	Incolora	Verde esmeralda
Molibdeno (P)	Verde	Verde
Wolframio (P)	Incolora	Azul con FeSO_4 , roja
Cesio (IV) (B-P)	Amarilla débil	Incolora

B - Perla de bórax

P - Perla de sal de fósforo

(B-P) - Se analiza el mineral con B o con P

(B) - Se analiza el mineral con B

(P) - Se analiza el mineral con P

Tabla 3

Esquema del análisis del grupo I de aniones

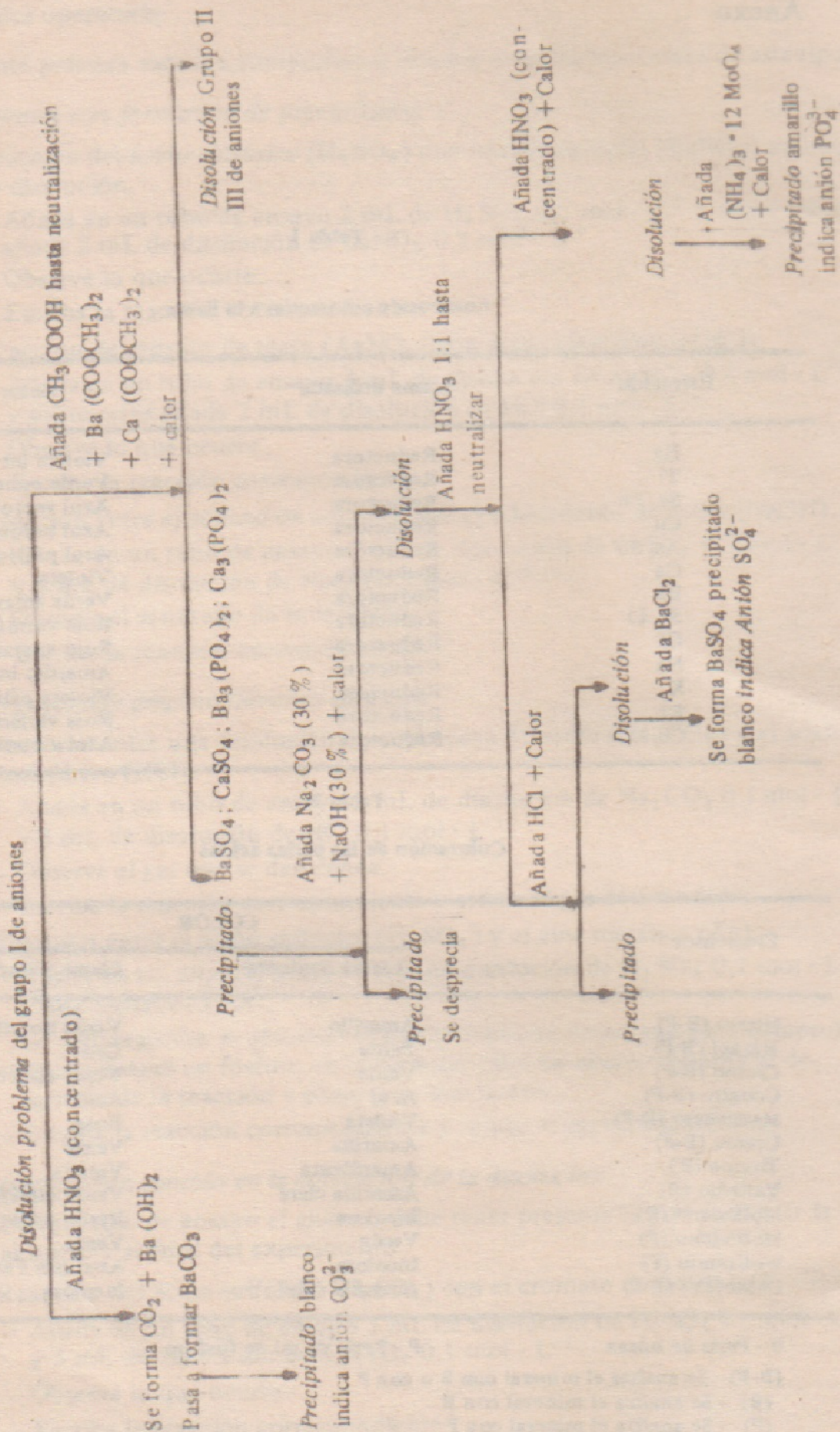


Tabla 4

Esquema del análisis de los grupos II y III de aniones

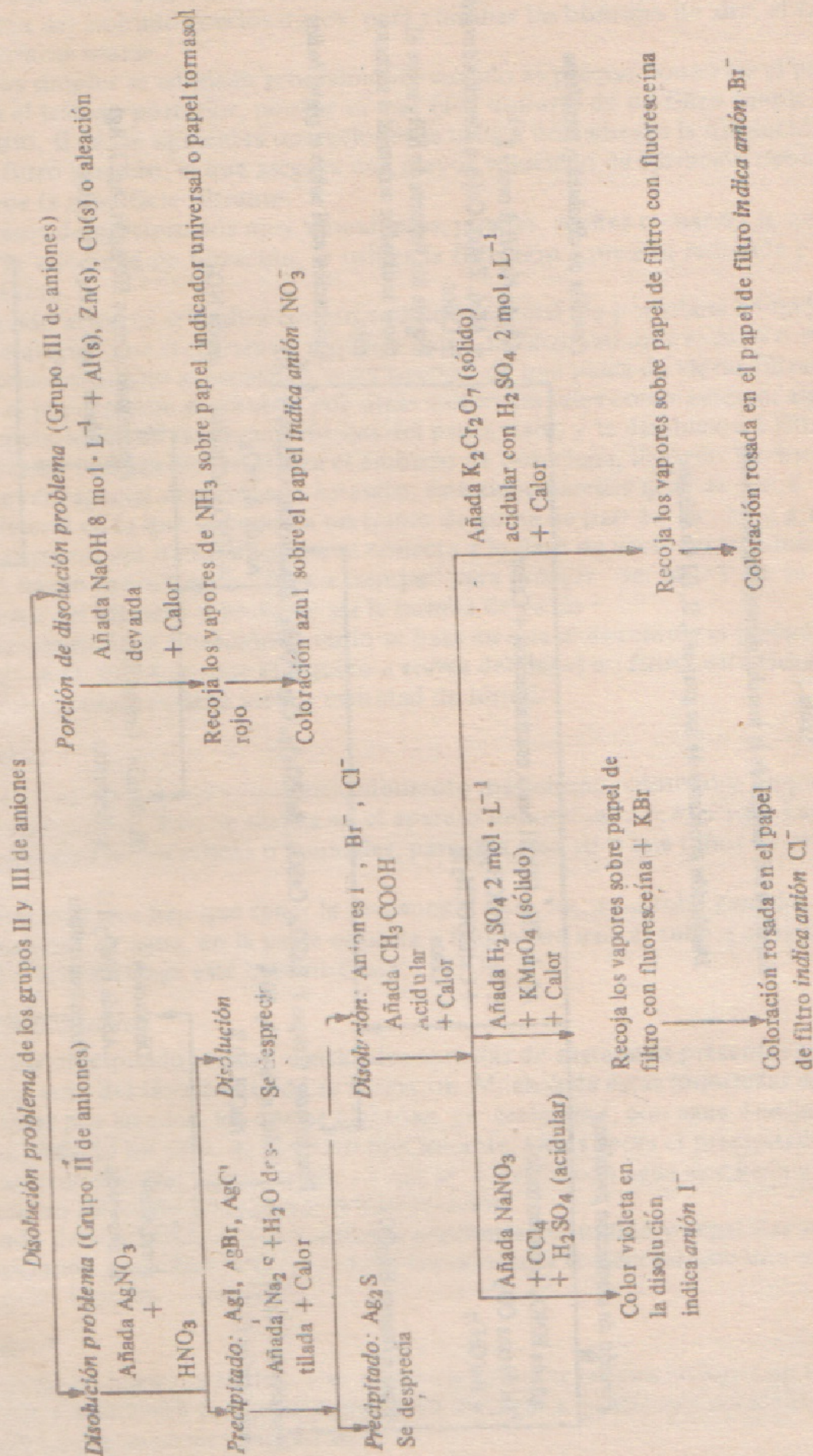
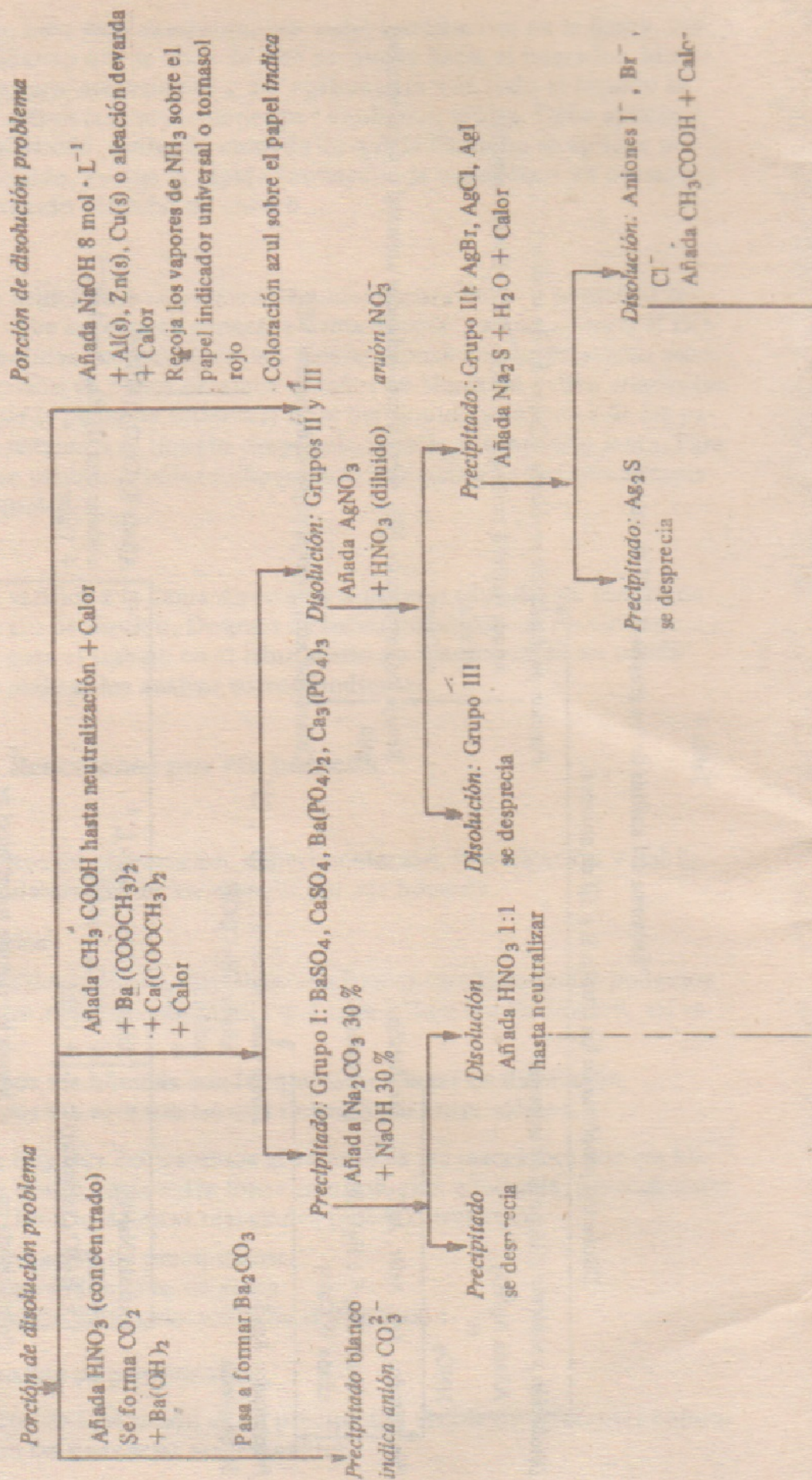


Tabla 5

Esquema del análisis de la marcha sistemática de aniones

Disolución problema de los grupos I, II, III de aniones



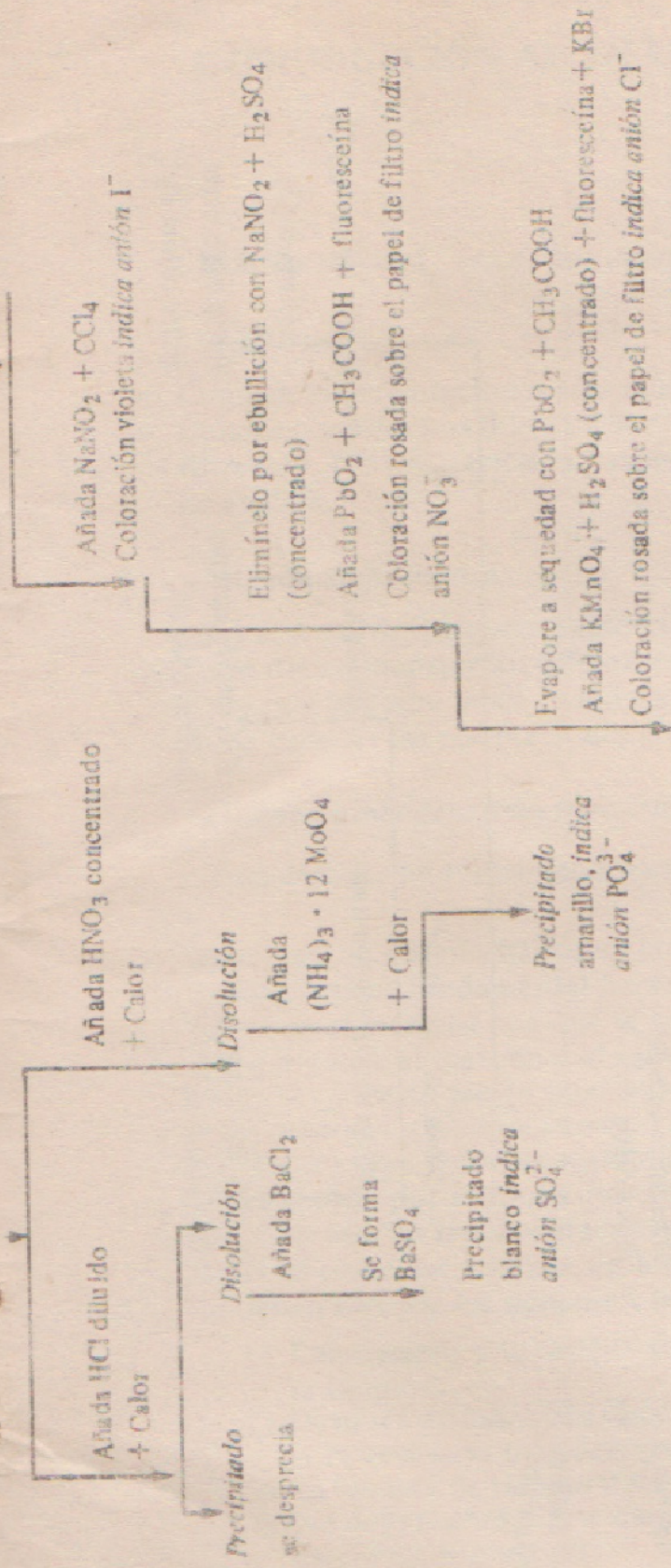


Tabla 6

Esquema del análisis del grupo I de cationes

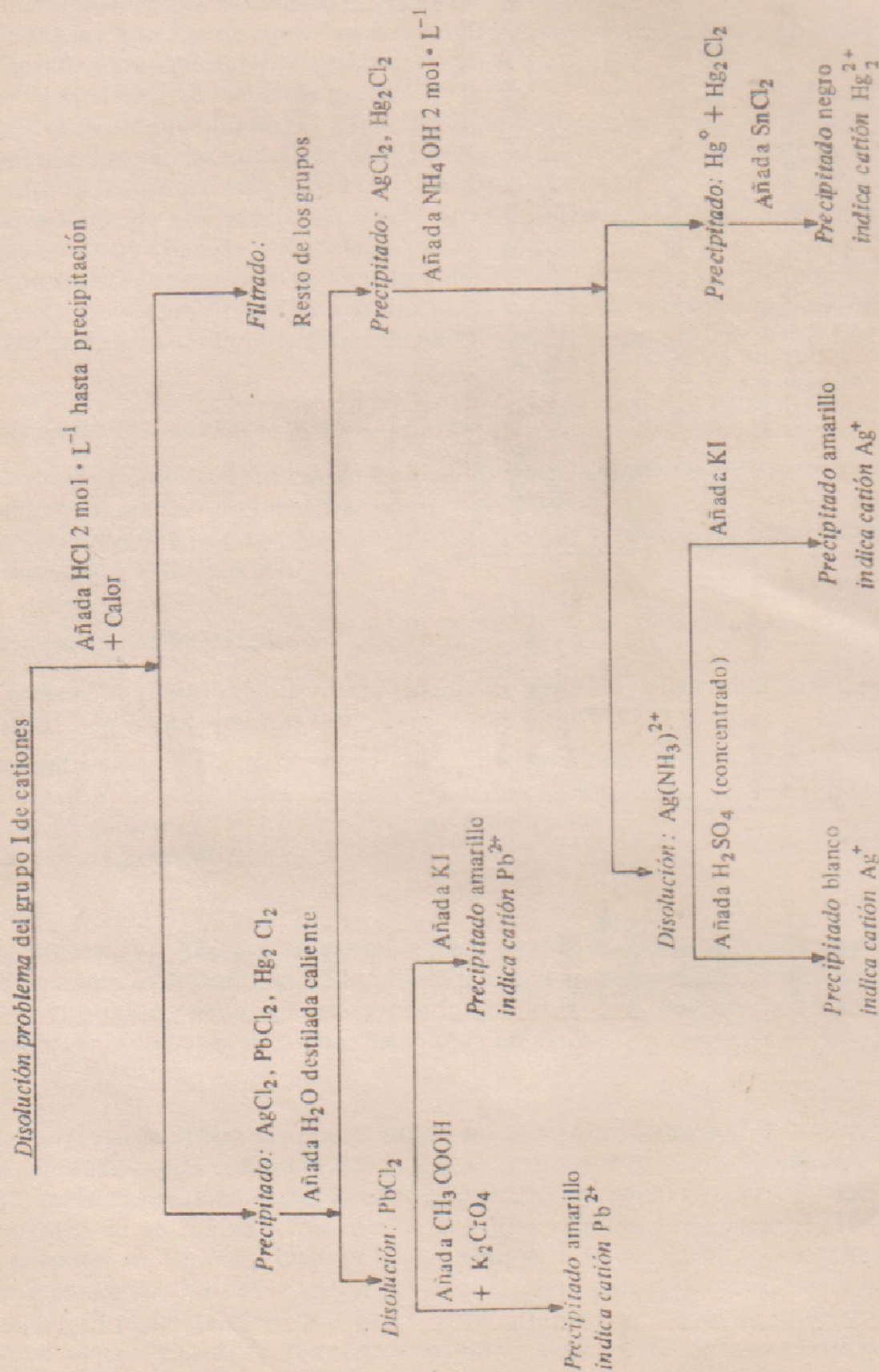


Tabla 7

Resumen del grupo II de cationes (informe final)

Cación	Color	Reacción con NH_4OH	Reacción exceso de NH_4OH	Reacción con Na_2S	Reacción exceso de Na_2S	Reacciones de identificación	
						Reactivo	Reacción de identificación

Tabla 8

Esquema del análisis del grupo III de cationes

Disolución problema del grupo III de cationes

Añada HNO_3 (concentrado), hierva para oxidar Fe^{2+} hasta Fe^{3+}
 + NH_4Cl sólido, caliente
 + NH_4OH (concentrado)

Precipitado: $\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{Cr}(\text{OH})_3$, $\text{Al}(\text{OH})_3$, (Subgrupo IIIA)

Añada $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$
 + HCl (diluído)

Precipitado azul
 indica catión Fe^{3+}

Añada KSCN
 + HCl (diluído)

Color rojo oscuro
 indica catión Fe^{3+}

Trate con NaOH (sólido) + H_2O_2 3 %

+ Calor + H_2O destilada

Precipitado
 $\text{Fe}(\text{OH})_3$

Identificar
 catión Fe^{3+}
 como se identificó
 anteriormente

Filtrado: CrO_4^{2-} , AlO_2^-

Añada H_2SO_4 (diluído)
 + H_2O_2 3 %
 + éter

Disolución: Subgrupo IIIB

+ Calor

Trate con H_2S o $(\text{NH}_4)_2\text{S}$

Precipitado: NiS , CoS , MnS , ZnS

Añada HCl (diluído) + H_2O destilada

Disolución
 Grupos res-
 tantes

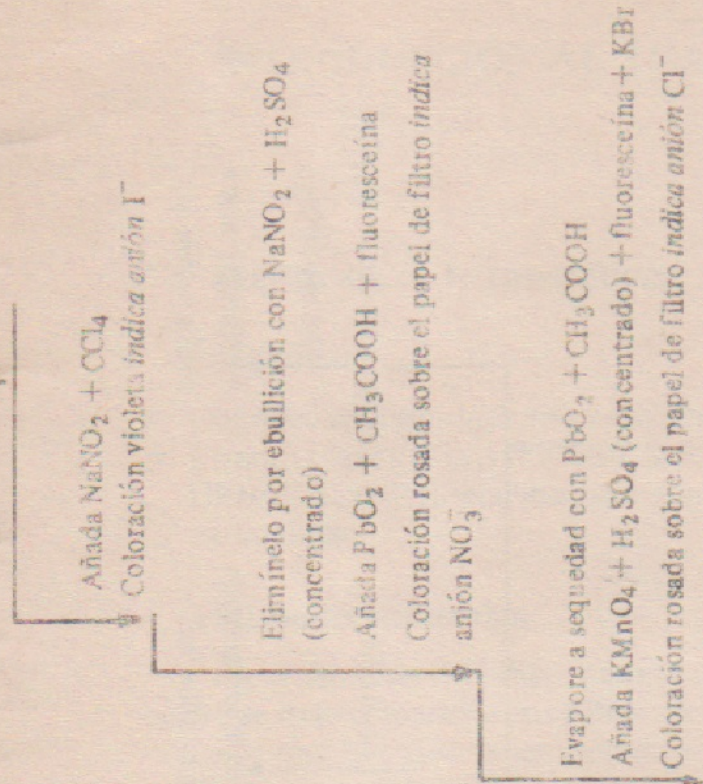
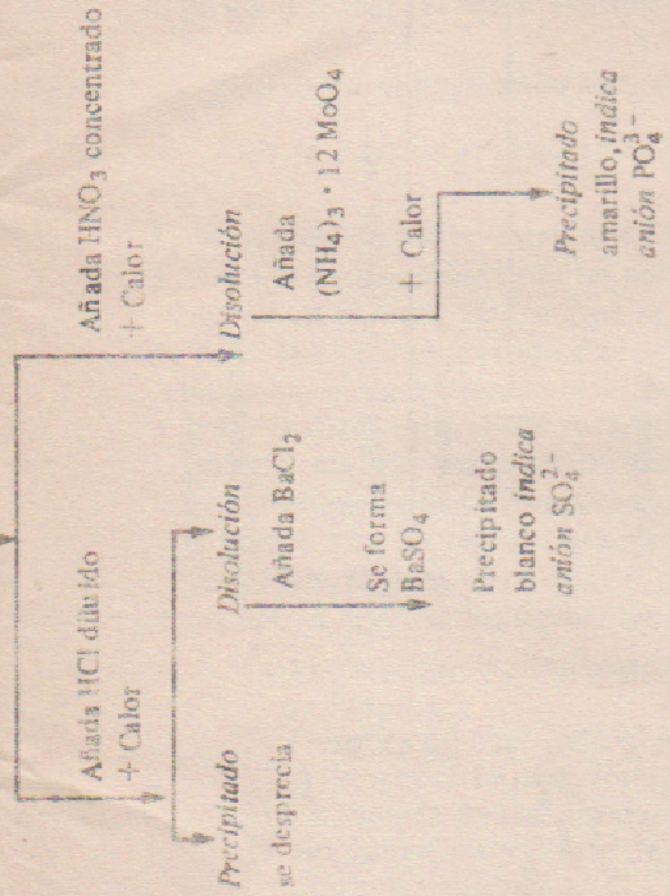
Precipitado: NiS , CoS

Añada HCl (concentrado)
 + HNO_3 (concentrado)
 + Calor (hierva)
 + H_2O

Filtrado: Contiene cationes

Mn^{2+} , Zn^{2+}

Hierva + disolución
 de NaOH + H_2O
 + H_2O_2 , hierva



Resumen del grupo III de cationes (Informe final)

[illegible]

Tabla 10

Esquema del análisis del grupo IV de cationes

Disolución problema del grupo IV de cationes

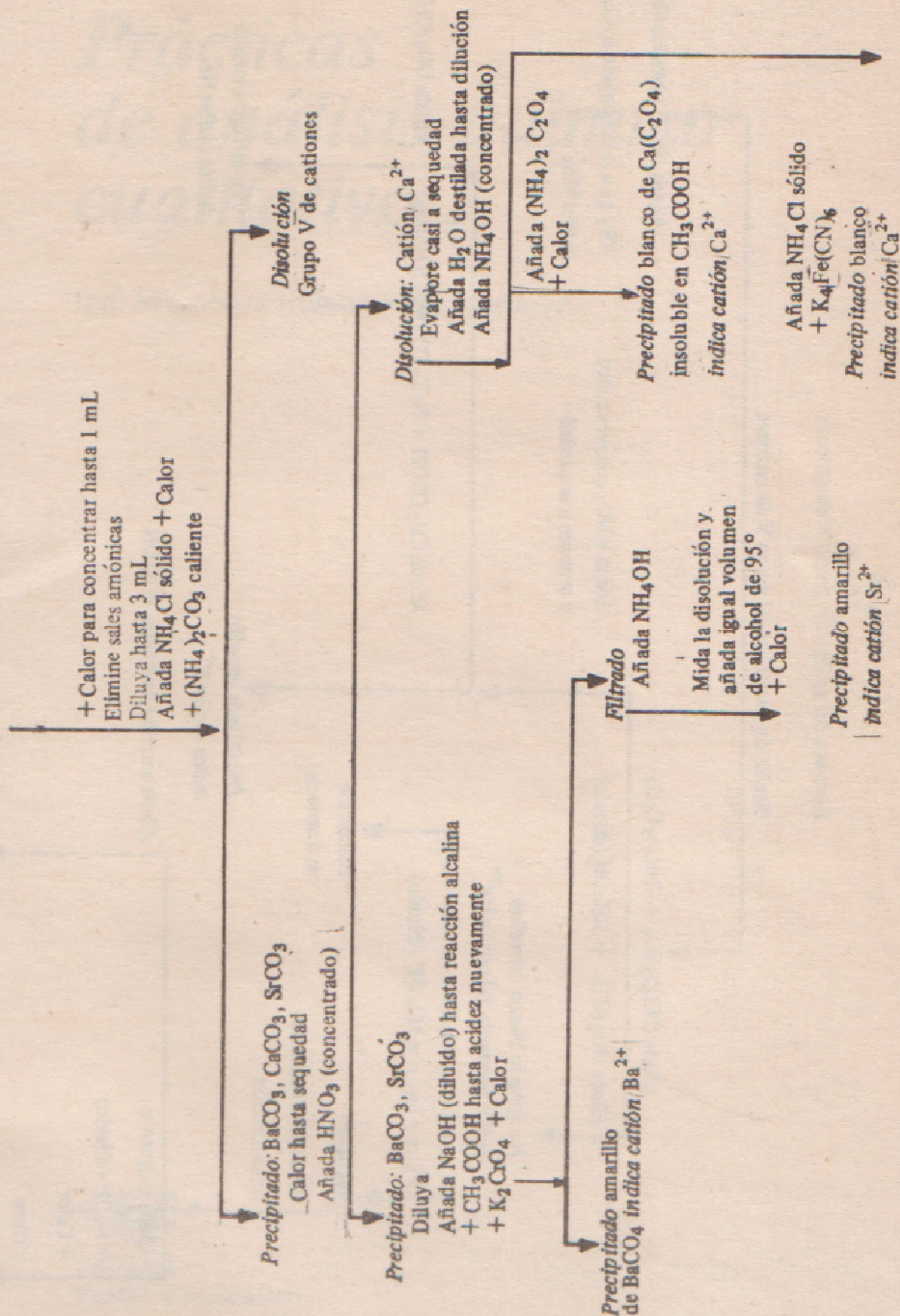


Tabla 11

Esquema del análisis del grupo V de cationes

Disolución problema del grupo V de cationes

