

Practica N° 3

Identificación de cationes del Grupo 0 y de aniones

Identificación de cationes del grupo 0

El análisis Cualitativo tiene por objeto la identificación y combinación aproximada de los constituyentes de una muestra dada. En el desarrollo de un análisis cualitativo no solamente se llega a demostrar la presencia de determinados constituyentes, sino que puede también obtenerse una aproximación relativa de las cantidades de cada una de ellos en la muestra tomada. La precisión de estas cantidades es el objeto del Análisis Cuantitativo.

La identificación de los cationes y aniones se realiza aplicando esencialmente el equilibrio iónico de ácidos y bases, las propiedades químicas de los iones, los productos de solubilidad, la hidrólisis de las sales, la formación de compuestos complejos, las soluciones amortiguadoras (buffer), las reacciones redox y la teoría de ionización. De esta forma, la separación y análisis de cationes sigue patrones bien definidos determinados por la diferencia de solubilidades de las sales que forman. Así, los cloruros, sulfatos, fluoruros, hidróxidos, sulfuros, fosfatos, etc., insolubles, pueden ser utilizados para separar ciertos iones de otros mediante la diferencia de solubilidad de las sales que forman. Estas separaciones son especialmente útiles si se aplica un buen método de control de las concentraciones de los iones y del reactivo precipitante.

El esquema de análisis clásico involucra, como ya se dijo, la separación de las especies presentes (iones) por precipitaciones selectivas que típicamente se basan en la solubilidad diferencial en agua, soluciones ácidas o básicas, o mediante reacciones redox que convierte el ion en cuestión a un estado de oxidación diferente y que permite, en primera instancia, agrupar a los diferentes iones en grupos que son progresivamente divididos en sub-grupos cada vez más pequeños, hasta llegar finalmente, a la confirmación de la existencia o presencia de un ion mediante pruebas confirmatorias que típicamente involucran un cambio de color, la formación de un precipitado característico o ambas. Es importante resaltar que las pruebas confirmatorias deben realizarse sólo en presencia del ion en cuestión; pues la presencia de otros iones suele interferir obteniéndose falsos positivos.

Al analizar una solución que contiene sales se debe tomar en consideración que los iones presentes en la solución incluye aniones y cationes. Teniendo en cuenta que las reacciones de separación de los cationes se realiza haciéndolos reaccionar con reactivos que alterarían la composición original de la solución, es necesario, en primer lugar, la separación de los aniones y los cationes originales para luego proceder a trabajar con ellos por separado. Sin embargo, hay un número de cationes cuyas sales son siempre solubles -no existen reactivos precipitantes disponibles para separarlos por precipitación- y deben ser analizadas sin previa separación; estos constituyen el denominado Grupo Soluble o Grupo Cero. Por fortuna, este grupo está constituido tan sólo por un número escaso de cationes: Li^+ , Na^+ , K^+ , Rb^+ , Cs^+ , Mg^{2+} y NH_4^+ . Como se ve, los iones que constituyen al "Grupo Cero" son iones de la familia de los metales alcalinos, el Mg^{2+} -primero de los alcalino terreos- y el NH_4^+ , el cual tiene propiedades similares a los anteriores.

Reacciones del Na^+

El sodio reacciona vivamente con el agua y el aire húmedo (formación de NaOH) y por esto debe ser guardado en hidrocarburos saturados (éter de petróleo). Los minerales más importantes son NaCl (sal común o gema), $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ (sal de Glauber), el $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ (carbonato sódico), NaNO_2 (nitrito de sodio) y el $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ (borax); además, es común en los silicatos. Casi todos los compuestos de sodio son fácilmente solubles en agua; los únicos prácticamente insolubles son los vidrios y los silicatos naturales.

Coloración a la llama: Los compuestos de sodio comunican a la llama oscura del mechero Bunsen un intenso color amarillo, En le espectroscopio se observa una línea amarilla a 589,3 μm .

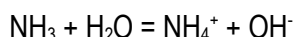
Reacciones del K⁺

El potasio reacciona aún más vivamente que el sodio con el agua y el aire húmedo para formar de KOH. Casi todos los compuestos de potasio son solubles en agua; no obstante el número de compuestos insolubles es notablemente mayor a los de sodio. Los vidrios y los silicatos naturales son prácticamente insolubles.

Coloración a la llama: Los compuestos de potasio dan una coloración violeta a la llama oscura. En el espectroscopio aparece a 769,9 y 766,5 dos líneas rojas y a 404,4 una línea violeta. El sodio en escasa cantidad enmascara (interfiere) al potasio, su identificación se debe realizar empleando un vidrio (filtro) azul de cobalto, que absorbe la luz emitida por el sodio.

Reacciones del ion amonio (NH₄⁺):

La molécula de NH₃ tiene, a causa de su configuración electrónica, una intensa afinidad por los protones, que conduce a la formación del ion amonio NH₄⁺.



El NH₃ se disuelve abundantemente en agua (700 vol. de NH₃ en 1 de agua) formando NH₄OH no disociado en pequeña proporción; el resto se encuentra disociado en NH₄⁺ y OH⁻ o en forma de hidrato: NH₃·H₂O

La solución acuosa de NH₃ es de gran importancia en el análisis cualitativo debido a su propiedad de precipitar primero en forma de hidróxido a todos los metales, excepto a los alcalinos y alcalino-terreos, pero redisolviendo a muchos de los hidróxidos metálicos e forma de amino-complejos.

Como durante el transcurso de la marcha analítica se utilizan a menudo sales de amonio, es necesario investigarlo por separado antes de la marcha. Lo más sencillo es calentar con una solución acuosa de NaOH una parte del producto que se analiza. Los vapores de NH₃ colorean de azul al papel tornasol rojo humedecido y de verde azulado a azul claro al papel universal amarillo. Por otra parte, el NH₃ puede ser identificado por su olor típico y porque en presencia de HCl da lugar a unos humos blancos de NH₄Cl: una varilla empapada con HCl concentrado da humos blancos al colocarla cerca de un recipiente desde donde emanen vapores de NH₃

Reacciones del Li⁺:

Es el más ligero de los metales. Se oxida rápidamente en el aire dando Li₂O. Reacciona con cierta vivacidad con el agua -aún el Li₂O- dando LiOH.

Coloración a la llama: Los compuestos de litio comunican un color rojo-carmín a la llama oscura del Bunsen; sin embargo es enmascarada por el Na. En el espectroscopio da una línea roja a 670,8 mμ y otra amarilla a 610,3 mμ.

Reacciones del Mg²⁺

Los compuestos de magnesio están abundantemente representados en la naturaleza; siendo la de mayor importancia su presencia en el reino vegetal como integrante de la clorofila. El magnesio arde a altas temperaturas con una luz blanca deslumbrante dando óxidos de magnesio (MgO). En frío reacciona lentamente con el agua, pero en caliente -ebullición- notablemente formando H₂ y Mg(OH)₂. Los hidróxidos alcalinos (NH₄OH y Ba(OH)₂) precipitan Mg(OH)₂. Las sales de magnesio no colorean la llama.

Generalidades de los ensayos a la llama

Estos ensayos se basan en el hecho de que los compuestos de algunos metales cuando se volatilizan a la llama emiten vapores que imparten a la llama colores característicos. Las sales de cloruros son las más volátiles e importantes; por esto es conveniente humedecer la sustancia a ensayar con HCl antes de examinarla. Además, las sales de cloruros dejan la menor cantidad de residuos, por ello conviene limpiar el alambre de nicromo o platino mediante inmersión en HCl 12 M y calentamiento en la porción oxidante de la llama hasta la desaparición de cualquier coloración.

Para realizar el ensayo se introduce un alambre de platino (Pt), bien limpio, en HCl concentrado y se pone en contact con la sustancia, se lleva a la llama, comenzando por la zona de menor temperatura hasta alcanzar la de mayor temperatura. Con regularidad la coloración de un catión enmascara la coloración de los otros; en cuyo caso es necesario observar la llama a través de vidrio coloreados (filtros).

Ión	Color de la llama	Filtro azul	Filtro verde
Li⁺	Rojo-púrpura		
Na⁺	Amarillo	Invisible	Amarillo-naranja
K⁺	Violeta	Rojo-violeta	Verde-azul
Ca²⁺	Naranja	Gris-verdoso	Verde
Ba²⁺	Verde pálido		Verde-azul
Cu²⁺	Verde-azul		
Sr²⁺	Rojo vivo		

Tabla 1: Coloración impartida por metales alcalinos y alcalino-térreos a la llama y filtros correspondientes

Objetivos de la práctica

El objetivo general de la práctica es introducir los conceptos fundamentales del análisis cualitativo.

Los objetivos específicos incluyen:

1. El reforzamiento del manejo del mechero Bunsen e identificación de las zonas de la llama;
2. El aprendizaje de la metodología de los ensayos a la llama y de las destrezas necesarias para realizar los ensayos a la llama;
3. Realizar la clasificación agrupación de los aniones mediante reacciones de eliminación;
4. Realizar la identificación de los aniones mediante reacciones características;
5. Identificar los aniones y cationes del grupo cero presentes en una muestra problema

Sección Experimental

Equipos:

- Placa de toques
- Plancha de calentamiento
- Centrifuga

Materiales:

- Vasos de precipitados
- Tubos de ensayo de vidrio
- Tubos de centrifuga

Reactivos:

1. Etanol
2. Na₂CO₃ 1,5M
3. Ácido acético 6M
4. Ácido clorhídrico 12M
5. Ácido sulfúrico 6M y 18 M
6. Ácido perclórico 9M

7. Ácido nítrico 6M
8. Cloruro de manganeso
9. Cloruro de bario
10. Sulfato de hierro
11. Permanganato de potasio 0,001M
12. Hidróxido de sodio 6M
13. Nitrato de calcio 0,1 M
14. Nitrato de bario 0,1 M
15. Nitrato de cobalto 0,1 M
16. Nitrato férrico 0,1 M
17. Nitrito de potasio 0,1 M
18. Hidróxido de amonio 15 M
19. Hidróxido de bario; solución saturada.
20. Sulfuro de amonio 3M
21. Molibdato de amonio

Procedimiento:

Experiencia 1

1. Se toma el alambre de nicromo y se sumerge en un mL de HCL 12 M contenido en un tubo de ensayo. Se lleva a la llama del mechero Bunsen en su zona oxidante. Se repite el procedimiento hasta que no se observa más coloración de la llama.
2. Se toma la placa de toque y en cada concavidad se coloca una gota de NH_4NO_3 , NaNO_3 , y KNO_3 . Añada ahora cinco gotas de HCL 12 M a cada una de las concavidades que contienen las gotas antes colocadas.
3. Se humedece el alambre de Nicromo limpio en la primera de las soluciones y se lleva a la llama, observándose el color generado por cada una de las soluciones. Luego de cada prueba debe enjuagar el alambre con suficiente agua, sumergirlo en el HCL y limpiarlo hasta no observar coloración a la llama.
4. Ahora tome unas diez gotas de la solución de NH_4NO_3 y añádale 10 gotas de una solución de NaOH 6M. Caliente suavemente y con cuidado perciba el olor de los vapores generados. Tome un pequeño pedazo de papel indicador, humedezca con agua DI y expóngalo a los vapores. Tome nota del color generado.
5. Construya una tabla para albergar las observaciones de la experiencia.

Experiencia 2

- Realice las pruebas de eliminación indicadas en el suplemento, para la identificación de aniones.

Grupo Prueba

I(A)	Al acidificar evolucionan un gas
II(B)	Al acidificar forman precipitado.
III(C)	Oxidan MnCl_2 a MnCl_3 Marrón en HCl
IV(D)	Reducen y decoloran al MnO_4^- en H_2SO_4
V(E)	Precipitan como sales de Ca^{2+} en solución alcalina débil.
VI(F)	Forman sales de Ca^{2+} solubles; pero las de Ba^{2+} insolubles en solución débil alcalina.
VII(G)	Iones cuyas sales de Cd^{2+} son insolubles en sol.ácida
VIII(H)	Iones en solución despues del tratamiento anterior y que precipitan con AgNO_3 en solución fuertemente ácida
IX	Otros aniones muy solubles

Aniones

CO_3^{2-} , S^{2-} , NO_2^- , CN^- , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, SO_3^{2-}
WO_4^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$
NO_3^- , CrO_4^{2-} , $\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-}$, NO_2^- , ClO_3^- , BrO_3^- , IO_3^- , MnO_4^- , ClO^-
$\text{Fe}(\text{CN})_4^{4-}$, I^- , Br^- , NCS^- , S^{2-} , NO_2^- , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, AsO_4^{3-} , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$
F^- , PO_4^{3-} , CO_3^{2-} , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, AsO_3^{3-}
AsO_4^{3-}
SO_4^{2-} , CrO_4^{2-}
$\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}$, $\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-}$
NCS^- , I^- , Br^- , Cl^-
$\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2^-$

Tabla 2: Pruebas de eliminación para aniones

Experiencia 3

1. Pida a su profesor la muestra problema.
2. Realice las pruebas necesarias para identificar la sal entregada.
3. Reporte sus resultados.