

Universidad De Los Andes
Facultad De Ciencias
Departamento De Química
Laboratorio de Química Analítica I

Profesor Ricardo Hernández

Tratamiento de Muestras para Realizar la Marcha Analítica Completa

Marcha analítica de aniones y cationes

Antes de proceder al análisis completo de cierta muestra es necesaria su investigación física exhaustiva. Las muestras deben examinarse en búsqueda de características particulares que puedan orientar al investigador en el posible número de componentes, para así simplificar y disminuir el número de pruebas necesarias. Las muestras sólidas deben ser examinadas con ayuda de algún lente de aumento en búsqueda de heterogeneidades en formas, tamaños y colores de las partículas presentes. El color es un indicio importantísimo que puede sugerir la presencia de algunos elementos. Desde luego, no se pueden sacar conclusiones definitivas de este análisis. Luego del análisis físico la muestra se debe preparar para los análisis subsiguientes; así, si la muestra es sólida se debe triturar hasta su mínima expresión, preferiblemente hasta un polvo fino para facilitar su disolución, en un mortero de porcelana o ágata. Los metales o aleaciones metálicas deben reducirse a virutas o limaduras usando las herramientas apropiadas.

Una vez preparada la muestra esta debe ser dividida en, al menos, dos porciones: una destinada a los análisis preliminares y la otra para seguir la marcha de aniones y cationes. Los análisis preliminares incluyen los denominados de: coloración de la perla de borax, coloración de la llama, formación de productos gaseosos, y de acción de los ácidos sobre la muestra sólida. De estos, la coloración a la llama es uno de los más sencillos de realizar gracias a la coloración que algunos elementos imparten a la llama. Sin embargo la información que este ensayo aporta es reducida y debe ser complementada, de ser posible con los demás ensayos preliminares.

El ensayo de coloración a la llama se efectúa empleando un alambre de nicromo o platino que se limpia sumergiéndolo en HCl y calcinándolo fuertemente en la llama. Hecho esto se toma una pequeña porción de la muestra sólida y se introduce en la llama; comenzando por la zona de menor temperatura y avanzando lentamente hacia la zona de mayor temperatura, observando atentamente las coloraciones que se desarrollan en este proceso. Al final, el alambre se extrae y se sumerge de nuevo en HCl, con la finalidad de transformar las sales poco volátiles en cloruros volátiles, y se repite su introducción en la llama siguiendo el procedimiento ya descrito.

El análisis de una mezcla compleja de aniones no es tarea fácil, y es difícil resumir en un esquema sinóptico sencillo una marcha sistemática general tal como ocurre con los cationes. Los reactivos de los que se dispone para precipitar los aniones dan a menudo precipitados cuyo producto de solubilidad no es suficiente para una precipitación total. Por esta razón los ensayos previos y las reacciones de caracterización selectiva son de gran importancia.

Tabla 1 Coloración impartida por los elementos a la llama

Elementos probables presentes	Coloración
Na	Amarillo
K	Violeta
Ca	Rojo-ladrillo
Sr, Li	Rojo Carmín
Tl	Verde-esmeralda
Ba	Verde-amarillo
Cu, Bi	Verde
Cu, Pb, As	Azul-celeste
Sb	Azul-celeste

Los ensayos previos se efectúan ya sea directamente con la muestra problema o con un extracto de la misma. El extracto se prepara por ebullición con carbonato sódico; ya que las sales sódicas de una gran parte de los aniones son fácilmente solubles, mientras la generalidad de los metales, a excepción de los alcalinos y de algunos elementos anfóteros forman, al hervirlos con solución de carbonato sódico, carbonatos, carbonatos básicos o hidróxidos insolubles.

Para preparar el extracto se hierven por 10 minutos unos 200 mg de la sustancia problema, reducida a polvo fino, con el triple de su cantidad (600 mg) de carbonato sódico anhidro en unos 20 mL de agua desionizada. Después del enfriamiento se centrifuga y se separa el sobrenadante del precipitado por decantación. El sobrenadante debe contener principalmente a los aniones que inicialmente se hallaban en la muestra; mientras en el precipitado deben estar presente, principalmente, los cationes que se hallaban en la muestra inicial bajo la forma de carbonatos, carbonatos básicos e hidróxidos.

Una vez alcanzado este punto, se pueden comenzar a realizar las pruebas características para los aniones en el sobrenadante y la marcha sistemática de cationes.

Bibliografía:

Hofmann-Jander, Análisis Cualitativo, Manuales UTEHA No 173, Mexico, 1963

Alexeiev V. N., Semimicroanálisis Químico Cualitativo, Editorial MIR-Moscú, 1975