# UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR FACULTAD DE QUÍMICA Y FARMACIA



"ELABORACIÓN DE UNA GUIA PRACTICA DE METODOS ANALÍTICOS CUALITATIVOS PARA LA IDENTIFICACIÓN DIRECTA DE CATIONES Y ANIONES INORGÁNICOS"

Trabajo de Graduación presentado por:

Claudia María Balcáceres Ramírez
Claudia Elena González Rodríguez

Para optar al grado de:

Licenciatura en Química y Farmacia

Mayo, 2004

San Salvador, El Salvador, Centro America



# ©2004, DERECHOS RESERVADOS

Prohibida la reproducción total o parcial de este documento, sin la autorización escrita de la Universidad de El Salvador

http://virtual.ues.edu.sv/

SISTEMA BIBLIOTECARIO, UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

## UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR.

DRA. MARIA ISABEL RODRÍGUEZ.
RECTORA

LIC. LIDIA MARGARITA MUÑOZ VELA.
SECRETARIA GENERAL

# FACULTAD DE QUÍMICA Y FARMACIA.

LIC. SALVADOR CASTILLO ARÉVALO.

DECANO

MSc. MIRIAM DEL CARMEN RAMOS DE AGUILAR.
SECRETARIA

# COMITÉ DE TRABAJOS DE GRADUACIÓN.

## **COORDINADORA GENERAL:**

LIC. MARIA CONCEPCION ODETTE RAUDA ACEVEDO.

# ASESORA DE AREA DE CONTROL DE CALIDAD DE PRODUCTOS FARMACÉUTICOS, COSMÉTICOS Y VETERINARIOS.

MSc. ROCIO RUANO DE SANDOVAL.

# ASESORA DE AREA DE INDUSTRIA FARMACEUTICA, COSMÉTICA Y VETERINARIA.

LIC. MERCEDES ROSSANA BRITO DE GAMEZ

#### **DOCENTE DIRECTOR:**

LIC. ARTURO ALFONSO GARCIA MAZZINI.

#### AGRADECIMIENTOS.

A Dios por darme la oportunidad de llegar a esta altura del camino de mi vida, a traves del cual me enseño que no hay que correr y cuando uno se cae hay que saber levantarse.

A mis padres Santiago y Blanca, a mis hermanos Manuel y Heriberto por el apoyo incondicional y la confianza que depositaron en mí cada día desde el momento en que inicie este camino, que muchas veces no tenía final.

A mis abuelos José Reyes y María Esther, que con sus oraciones siempre han estado conmigo.

Al Lic. Arturo García Mazzini que tuvo la paciencia, la cual es una virtud que pocos tienen para saberme dirigir en este trabajo.

A mis amigos Antonio José, Cristy y Hazle por estar siempre conmigo en mis horas de desvelo.

Y a mi compañera Claudia Elena por la paciencia que me tuvo en mis momentos más difíciles pero siempre puso todo su empeño para poder concluir este trabajo.

GRACIAS.

#### AGRADECIMIENTOS.

A Dios Todopoderoso por iluminar mi mente y guiar siempre mis pasos.

A mis padres por su apoyo y amor incondicional.

A las familias Linares Rodríguez, Linares Hidalgo, Linares Cerrato, Ovalle Rodríguez, a Mamita, al tío Carlitos y al tío Roberto por estar siempre al pendiente de mis estudios.

Al Lic. Arturo Alfonso García Mazzini por su apoyo, confianza y palabras de aliento al asesorarnos este trabajo; A su esposa Lic. Digna de García por su ayuda desinteresada.

A la Coordinadora y las Asesoras del trabajo de graduación por su orientación en el desarrollo de este trabajo.

A Don Juan Pablo Rodríguez por el apoyo y palabras de aliento.

A Irma Gámez por ser como mi madre aquí en San Salvador.

A mi primo Wolfang por creer siempre en mí.

A mis amigos de siempre Esther, William, Omar, Pequis, Moisa, Verito, Pisis, Cubas y las Gordas que de una u otra forma me apoyaron.

A la familia Balcáceres Ramírez por acogerme siempre en su casa.

Y por último y no por eso menos importante a Claudia María mi compañera de tesis y amiga en las buenas y no tan buenas (sobre todo en los amaneceres tropicales).

GRACIAS.

#### DEDICATORIA.

A Dios Todopoderoso por permanecer conmigo e iluminarme en cada momento a lo largo de mi vida, de mi carrera y no dejarme nunca sola como un amigo incondicional.

A la Virgen Santísima por protegerme con su manto y llenarme de bendiciones.

A mis padres Mauricio y Delmy: Dios los bendiga.

A papá por creer y confiar siempre en mí, brindándome su apoyo incondicional.

A mamá por siempre estar pendiente de mí, apoyándome como solo una madre lo sabe hacer y darme ánimos para seguir adelante; gracias por tenerme siempre presente en sus oraciones.

A mi hermano Alfre porque sin su ayuda no hubiera podido hacer este trabajo.

A mamá Nena y Padrino por ser mis segundos padres y darme siempre su apoyo.

# **INDICE**

CONTE	<u>ENIDO</u>		<u>PAGINA</u>
Resu	ımen		
I. Intro	ducción		xvii
II. Obje	etivos		
III. Mai	rco Teó	rico	21
IV. Dis	eño Me	todológico	25
CAPIT 5.1 5.2	Cristal	CRISTALOGRAFÍA Y MINERALOGÍA lografía alogía Física	27 28 33
CAPIT	ULO VI	: TABLA PERIÓDICA	38
6.1	Periodicidad de los Elementos		
6.2	Generalidades, cristalografía, obtención, propiedades, y ensayos		
	de los	elementos	44
	6.2.1	G-VIIIB: Hierro, Cobalto, Níquel, Platino, Rutenio	44
	6.2.2	G-IB: Cobre, Plata y Oro	51
	6.2.3	G-IA: Sodio, Potasio, Litio	58
	6.2.4	G-IIA: Berilio, Magnesio, Calcio, Estroncio, Bario	62
	6.2.5	G-IIIA: Aluminio	69

	6.2.6	G-IVA: Silicio, Estaño, Plomo, Fósforo, Arsénico,	
		Bismuto, Antimonio	71
	6.2.7	G-VIA: Azufre, Selenio y Telurio	82
	6.2.8	G-VIIA: Flúor, Cloro, Bromo, Yodo	86
	6.2.9	G-IVB: Titanio	92
	6.2.10	G-VB: Vanadio	93
	6.2.11	G-IIB: Zinc, Cadmio, Mercurio	95
	6.2.12	G-VIB: Cromo, Molibdeno	99
	6.2.13	G-VIIB: Manganeso	102
7.1	Organiz	: PRINCIPIOS Y TÉCNICAS BÁSICAS DEL ANÁLISIS CUALITATIVO zación del Trabajo en el Laboratorio	105 106
7.2	Consid semimi	eraciones Generales para el Análisis Cualitativo	107
CAPIT 8.1		I: INSTRUMENTOS Y MÉTODOS DE ENSAYO ralidades sobre la llama no luminosa del Mechero Bunsen	114 115
8.2		os a la llama	117
8.3	-	yo al soplete	119
8.4			121
8.5	·	os a la Perla de Bórax	125
8.6	·	os en tubo abierto	127
8.7	·	vos en tubo cerrado	129

	8.8	Ensayos en placa de toque	130
	8.9	Ensayo en papel filtro para reacción a la gota	131
	8.10	Catálisis	132
	8.11	Precipitación	133
	8.12	Coloración y decoloración	133
		,	
С	APITU 9.1	LO IX: IDENTIFICACIÓN DIRECTA DE ANIONES  Acetatos	134 135
	9.2	Arseniatos	136
	9.3	Arsenitos	136
	9.4	Bicarbonato	136
	9.5	Boratos	137
	9.6	Bromatos	139
	9.7	Bromuros	140
	9.8	Carbonatos	142
	9.9	Cianuros	144
	9.10	Cloruros	145
	9.11	Cromatos, Dicromatos	147
	9.12	Ferricianuros	148
	9.13	Ferrocianuros	149
	9.14	Fosfatos	150
	9.15	Fosfitos	152
	9.16	Fluoruros	153

9.17	Molibdatos	154
9.18	Nitratos	154
9.19	Nitritos	155
9.20	Oxalatos	156
9.21	Percloratos	158
9.22	Permanganatos	158
9.23	Peróxidos	160
9.24	Sulfatos	161
9.25	Sulfitos	162
9.26	Sulfuros	163
9.27	Tiocianatos	166
9.28	Tiosulfatos	167
9.29	Silicatos	168
9.30	Yodatos	170
9.31	Yoduros	171
9.32	Cuadros resumen de reacciones	173
	,	
	LO X: IDENTIFICACIÓN DIRECTA DE CATIONES	176
10.1	Aluminio	177
10.2	Amoníaco	178
10.3	Antimonio	179
10.4	Arsénico	181
10.5	Bario	182

10.6	Berilio	183
10.7	Bismuto	184
10.8	Cadmio	185
10.9	Calcio	187
10.10	Cobalto	188
10.11	Cobre	189
10.12	Cromo	190
10.13	Estaño	192
10.14	Estroncio	193
10.15	Hierro	195
10.16	Litio	196
10.17	Magnesio	197
10.18	Manganeso	198
10.19	Mercurio	200
10.20	Molibdeno	201
10.21	Níquel	202
10.22	Oro	203
10.23	Plata	204
10.24	Platino	205
10.25	Plomo	207
10.26	Potasio	208
10.27	Selenio	209

10.28	Sodio		210
10.29	Telurio		212
10.30	Titanio		213
10.31	Vanadio		214
10.32	Zinc		216
10.33	Cuadros resumen de reacciones		218
10.34	Cuadros resumen de identificaciones de cationes por v	ڒa	
	seca		219
CAPITUI	LO XI: DISCUSIÓN DE RESULTADOS		222
CAPITULO XII: CONCLUSIONES			224
CAPITULO XIII: RECOMENDACIONES			228
	BIBLIOGRAFÍA		
GLOSARIO			
ANEXOS			

# **INDICE DE CUADROS.**

<u>CUADROS</u>	<u>PAGINA</u>
Cuadro N° 1: Las treinta y dos clases cristalinas	32
Cuadro N° 2: Coloraciones de la llama	118
Cuadro N° 3: Glóbulos metálicos sobre carbón vegetal	123
Cuadro N° 4: Aureolas en carbón vegetal	123
Cuadro N° 5: Reacciones coloreadas con fundentes	126
Cuadro N° 6: Ensayos en tubo abierto	128
Cuadro N° 7: Ensayos en tubo cerrado	129
Cuadro N° 8: Resumen de identificación de aniones	173
Cuadro N° 9: Resumen de identificación de cationes	218
Cuadro N° 10: Resumen de identificación de cationes por	
vía seca	219

# INDICE DE FIGURAS.

<u>FIGURAS</u>	<u>PAGINA</u>
Figura N° 1: Las catorce redes cristalinas	30
Figura N° 2: Partes principales de la llama	115
Figura N° 3: Llama producida por soplete	121
Figura N° 4: Bloque de carbón utilizado para los ensayos	121

#### **INDICE DE ANEXOS.**

# <u>ANEXOS</u>

Anexo N° 1: Aparato para identificar bromuros

Anexo N° 2: Apararto para identificar carbonatos

Anexo N° 3: Reacción a la gota en tubo

Anexo N° 4: Reacción a la gota en vidrio de reloj pequeño

Anexo N° 5: Ensayos a la llama y Ensayos a la perla

Anexo N° 6: Instrucciones generales de laboratorio

Anexo N° 7: Placas de toque y vidrios de reloj

Anexo N° 8: Soplete de cobre y asa de platino

Anexo N° 9: Llama producida por soplete

Anexo N° 10: Formación de perla de boráx

#### RESUMEN

Dado que en los análisis químicos se emplean y sistematizan todos los conocimientos físicos y químicos, para establecer la naturaleza, cualidades y composición de una sustancia; es lógico que sus métodos sean variados y se basen en distintas propiedades físicas y químicas, así como también en aparatos y métodos físicos con tendencia a proporcionar con rapidez y seguridad, la identificación de sustancias con cantidades mínimas de la misma.

En esta guía práctica se describen una serie de fundamentos teóricos y métodos analíticos prácticos de la manera más clara y sencilla para una identificación directa de cationes y aniones inorgánicos, así como también se presenta la preparación de algunos reactivos específicos o de difícil preparación para estas identificaciones; procurando con ello brindar a docentes y estudiantes una alternativa viable para trabajar en la identificación de cationes y aniones durante el estudio de la carrera.

Brinda también una herramienta de trabajo a profesionales en el campo del estudio de suelos, pues consta de un capítulo completo de mineralogía y cristalografía donde se describen los métodos empleados desde la antigüedad y que son los empleados aún hoy en día por ser los más confiables en el estudio de minerales.

La guía consta a su vez de una parte donde se detallan las generalidades de todos y cada uno de los elementos de mayor interés de la tabla periódica, así como su obtención, propiedades y ensayos utilizados para su identificación.

Lo principal de este trabajo lo constituyen los capítulos donde se describen los principios y técnicas básicas del análisis cualitativo, para seguidamente encontrar los ensayos a realizar para identificar cada catión y cada anión sin importar si están o no separados los unos de otros, ya que la guía consiste precisamente de eso; "no importa si están o no separados los cationes y aniones; pues los reactivos empleados son específicos para identificarlos sin interferencia".

Finalmente terminamos con cuadros que reúnen las reacciones efectuadas con cada reactivo empleado, y estos cuadros van seguidos de recomendaciones, conclusiones y anexos útiles a la guía que se presenta.

#### I. INTRODUCCION

La Química Analítica tiene por objeto el estudio de los métodos y procedimientos apropiados para establecer la naturaleza química, cualidades y composición de la materia orgánica e inorgánica, y comprende el Análisis Cualitativo y Cuantitativo, por lo que puede decirse que la Química Analítica es una ciencia, pero a su vez un arte; por medio del cuál podemos reconocer e identificar la presencia y la cantidad de una sustancia, y de cada uno de sus componentes.

Ambos análisis presentan diferentes variantes, según si éstos persiguen un fin general, análisis general, o tengan carácter aplicado, análisis aplicado, o ambos a su vez, según hagan uso de métodos generales o de algún método especial.

El Análisis Cualitativo Inorgánico reconoce los elementos o compuestos inorgánicos y algunos orgánicos de carácter marcadamente inorgánicos como los ácidos acético, fórmico, oxálico, etc.

Para este fin se utilizan, las propiedades químicas y una sistematización antes de identificar cada constituyente.

El interés del Análisis Cualitativo radica en sus fines y en que sus resultados son imprescindibles para realizar el Análisis Cuantitativo, elección de método o métodos apropiados según los componentes de la muestra.

Definitivamente la importancia del Análisis Químico, nos la da, la consideración de que, la labor analítica del físico y el químico, se debe a los conocimientos actuales sobre la composición de la materia que constituye el mundo en que vivimos.

Esta ciencia o "arte" de la Química Analítica incluye un largo número de diferentes procedimientos empleados en la identificación de sustancias, por lo que en el presente trabajo se ha querido describir algunos de los métodos más precisos y sencillos para una identificación rápida y confiable de cationes y aniones, considerando siempre que los problemas y dificultades que se presentan en el análisis químico son numerosos; y obligan a perseverar más en el estudio y en la investigación.

Por lo que en el presente trabajo se pretenden utilizar métodos analíticos en forma directa por vía seca y por vía húmeda.

Los métodos a utilizar por la vía seca son: coloraciones a la llama y fusiones con mezcla de carbonato sódico y bórax.

Los métodos a utilizar por vía húmeda son: precipitación, coloración y decoloración, desprendimiento gaseoso y catálisis.

#### II. OBJETIVOS

#### 2.1 OBJETIVO GENERAL:

Elaborar una guía practica de métodos analíticos cualitativos para la identificación directa de cationes y aniones inorgánicos.

#### 2.2 OBJETIVOS ESPECIFICOS:

- 2.2.1 Recopilar los principios y técnicas teóricas básicas del análisis químico Cualitativo.
- 2.2.2 Desarrollar la investigación y análisis de cationes y aniones, sin previo tratamiento de la muestra.
- 2.2.3 Presentar una alternativa para la identificación de cationes y aniones debido a la carencia de equipos sofisticados.
- 2.2.4 Proponer el uso de métodos a escala semimicro.
- 2.2.5 Dar a conocer algunas de las reacciones conocidas que ocurren al usar reactivos específicos para la identificación de cationes y aniones.

## III. MARCO TEORICO<sup>4,7,18</sup>

La Química Analítica es una de las ramas más antigua de la química, pero debido a su importancia, se ha desarrollado cada vez más a través de los años y no hay ninguna ciencia física, química o biológica que no este relacionada con la Química Analítica; ya que cualquier persona relacionada con esta ciencia puede necesitar en un momento dado de su labor, de resultados, o datos analíticos específicos, por ejemplo, para los análisis químicos de líquidos del cuerpo humano.

De igual manera, que un médico necesita estos análisis para su diagnóstico, al igual lo necesita un tecnólogo de alimentos, un nutricionista, un biólogo, un físico, un veterinario; los geólogos y arqueólogos que identifican las fuentes de cristales volcánicos a partir de la concentración de elementos que están en menor proporción, en muestras que toman de distintos lugares.

Por esa razón, la importancia de los análisis químicos en su aspecto general y completo ha sido y es clara; y manifiesta, tanto en la evolución de la química y de muchas otras ciencias, como en su constante actividad en el terreno de la producción industrial y en el de la investigación pura o aplicada las qué constituyen un auxiliar indispensable para establecer formula, estructura y composición química de nuevos compuestos.

La Química Analítica estudia los métodos y técnicas que se utilizan para determinar la composición de la materia, esta se divide en dos grandes grupos: Análisis Cualitativo y Análisis Cuantitativo, ambos se asemejan en que se utilizan para la determinación de cualquiera de las propiedades físicas o químicas del elemento de interés, que pueda proporcionar la información deseada, ya sea solo para detectarla o para valorarla.

Existe una diferencia entre ambos:

- El Análisis Cualitativo, Trata de identificar los elementos y su forma, en aniones y cationes en una muestra.
- El Análisis Cuantitativo, determina la cantidad de uno o varios elementos presentes en una muestra.

Normalmente siempre se hace un Análisis Cualitativo, antes de un Análisis Cuantitativo .

El Análisis Químico también se divide en dos grandes categorías: Orgánico e Inorgánico, donde los principios fundamentales son los mismos que los anteriores, difiriendo únicamente en la naturaleza de la materia a la cual se le realiza el análisis.



#### Teniendo así:

- Análisis Inorgánico que identifica y determina sustancias de origen inorgánico o mineral.
- Análisis Orgánico solo se identifica y determina sustancias de origen orgánico.

En el Análisis Inorgánico Cualitativo cuyo propósito es establecer la composición de la muestra en estudio como por ejemplo; los componentes de un mineral desconocido.

El Análisis Inorgánico Cuantitativo comprende la determinación de las cantidades absolutas o relativas de unos o más componentes de la muestra en estudio.

Dentro del análisis inorgánico cualitativo se pueden emplear, tanto aparatos como métodos físicos y químicos.

Los métodos empleados en el análisis cualitativos son:

\* Coloración de la llama

\* Fusiones coloreadas
 \* Fusión con mezcla de carbonato sódico
 y nitrato potásico.

\* Calentamiento en tubo.

a)Por Vía Seca

\* Precipitación

\* Coloración y decoloración

\* Desprendimiento gaseoso

\* Catálisis

\* Enmascaramiento

\* Inducción

\* Extracción

Vía Seca: es la que utiliza sustancias sólidas con o sin la adición de reactivos igualmente sólidos y con la ayuda de una llama. Esta tuvo una importancia extraordinaria en los primeros tiempos del análisis cualitativo inorgánico y especialmente hoy en día en los análisis de minerales, ya que se realizan ensayos sencillos, rápidos, seguros y de gran exactitud.

Vía Húmeda: esta trabaja con sustancias problemas disueltas, generalmente en agua, y emplea reactivos en solución. Esta constituye la base del análisis químico cualitativo moderno, la cual posee gran desarrollo.

b) por Vía Húmeda

# IV. DISEÑO METODOLOGICO

En el presente trabajo se realizó una guía práctica para identificar cationes y aniones por un método directo. Que a diferencia de los métodos tradicionales en los cuales se sigue una marcha analítica convencional, con los métodos directos no se sigue una marcha; pues no se necesita separar los aniones y los cationes de las sustancias que los acompañan, ya que estas no interfieren en el momento de su identificación; y los reactivos empleados son específicos para cada anión y catión.

#### Para lo cual se efectuó:

- i) Investigación bibliográfica extensa revisando libros y manuales de los siguientes lugares:
- Biblioteca de la Facultad de Química y Farmacia. UES.
- Biblioteca Central de la Universidad de El Salvador.
- Bibliotecas particulares.
  - II) Investigación de campo, la cual es de tipo:
- Descriptiva
- Experimental y
- Retrospectiva

En el presente trabajo se identificaron (32 cationes y 33 aniones) por método directo.

En el cuál se prepararon soluciones y muestras problemas que contienen mezcla de cationes y aniones que posteriormente se identificaron con métodos directos por vía seca y vía húmeda.

## III) Parte experimental.

Entre los métodos aplicados tenemos:

## - Métodos por vía seca.

De los que se usaron: - coloración de la llama

- fusiones coloreadas
- fusión con mezcla de carbonato de sodio y bórax.

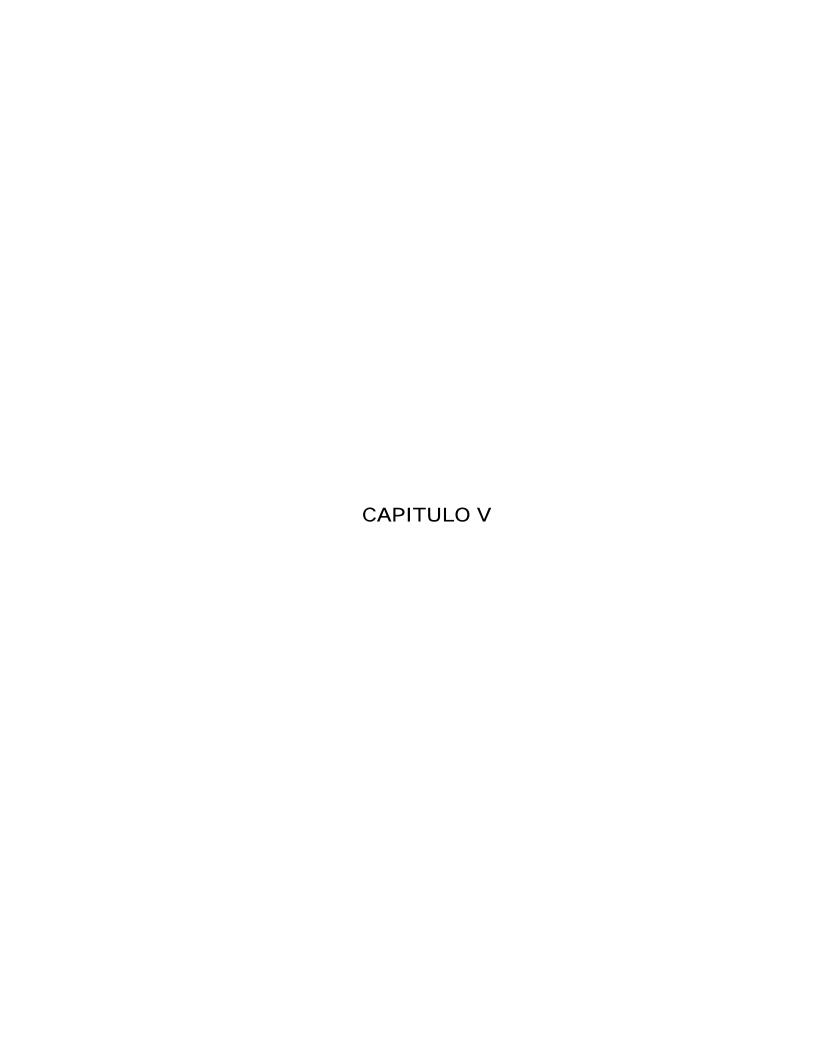
## - Métodos por vía Húmeda.

De los que se emplearon: - precipitación

- coloración y decoloración
- desprendimiento gaseoso y catálisis.

Y para realización de dichos métodos se contó con materiales como: Beakers de 10, 25, 50 ml; mecheros, hot plate, mallas asbestadas, placas de toque blancas y negras, vidrios de reloj, agitadores de vidrio, goteros, tubos de ensayo de 12 x 75 mm., papel filtro o Watman N°3 MM, papel pH.

Seguidamente se elaboraron cuadros de análisis identificativos de aniones y cationes específicos por grupo de la tabla periódica.



## 5.0: CRISTALOGRAFIA Y MINERALOGÍA.

# 5.1 CRISTALOGRAFÍA<sup>5,7</sup>.

Los minerales con pocas excepciones poseen la distribución interna ordenada característica del estado sólido. Cuando las condiciones son favorables, pueden estar limitados por caras planas o pulidas y adquirir formas geométricas regulares conocidas como CRISTALES. Los cristalógrafos emplean el termino cristal al referirse a cualquier sólido con estructura interna ordenada, posean o no caras externas.

Una definición más amplia de un cristal seria "un sólido homogéneo que poseen un orden interno tridimensional, que bajo condiciones favorables, puede expresarse externamente por la formación de superficies planas y pulidas ". El estudio de estos cuerpos sólidos y las leyes que gobiernan su crecimiento. forma externa ٧ estructura interna se denomina CRISTALOGRAFIA, que es una ciencia que no sólo trata con los minerales, sino con toda la materia cristalina, llegando a ser una herramienta poderosa en química, física, metalurgia y cerámica, usado para resolver problemas relativos a fármacos, semiconductores, jabones, gemas sintéticas y otras sustancia hechas por el hombre.

Muchas sustancias, tanto naturales como sintéticas, son cristalinas, unas cuantas carecen de estructura interna ordenada, de las que se dicen son AMORFAS.

Las sustancias amorfas naturales se designan como MINERALOIDES.

Las tres formas primordiales de la cristalización pueden formarse a partir de:

- De una solución
- De un medio fundido.
- Un gas.

En la primera, los cristales pueden formarse de una solución saturada por la evaporación de disolvente, por el descenso de la temperatura o por el descenso de presión, ejemplo: una solución saturada de cloruro de sodio en agua.

Un cristal se forma de una masa fundida de la misma manera que de una solución. Ejemplo: los cristales de hielo.

La tercera es la menos frecuente de las tres, se trata de cristales producidos directamente de un vapor, aquí los átomos químicos disociados, cuando se enfría el gas, se agrupa poco a poco, hasta que al fin forman un sólido con una estructura cristalina definida, ejemplo: la cristalización de copos de nieve y la formación de cristales de azufre en fumarolas volcánicas.

El hecho más importante y fundamental de sustancias cristalinas es que las partículas que la forman están dispuestas de manera ordenada, por lo que un cristal debe describirse como formado por un gran número de unidades extraordinariamente pequeñas distribuidas en una serie de repetición tridimensional.

Estas unidades idénticas se distribuyen en los puntos de una red tridimensional de tal manera que todos ellos tienen idénticas caras alrededor.

La red viene definida por las tres direcciones y las distancias según las cuales el motivo se repite. Solo es posible tener catorce tipos de redes espaciales, eso fue demostrado por Bravais en 1848, por lo que se conocen las redes como: *Las Catorce Redes Cristalinas de Bravais*.

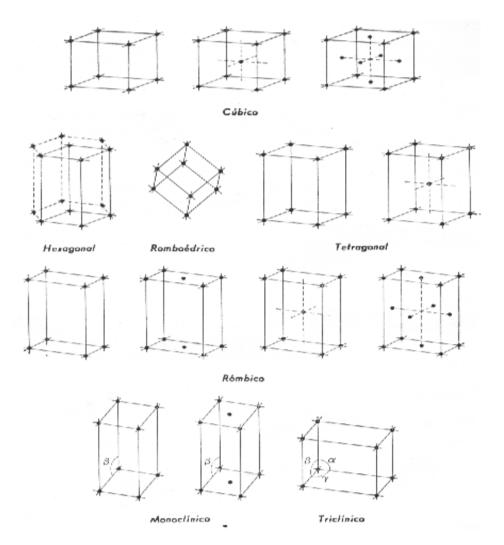


Figura 1: Las catorce redes cristalinas 7

Las propiedades ópticas de los cristales indican la regularidad de la estructura interna de los cristales se encuentra en el comportamiento de la luz en los cristales.

Las propiedades que varían con la dirección cristalográfica se denominan: vectoriales. La dureza, conductividad eléctrica y térmica son ejemplos de estas propiedades vectoriales.

La dureza de algunos cristales varia tanto con la dirección cristalográfica que la dirección puede detectarse con solo la prueba de rayado.

Todos los cristales presentan una simetría definida por la disposición de sus caras, permitiendo su agrupación en diferentes clases.

Las combinaciones posibles de los elementos de simetría dan origen a 32 clases cristalinas distintas, ha sido demostrado que son todas las clases posibles de simetría de un cristal. Estas treinta y dos clases pueden ser agrupadas en seis sistemas, teniendo en cuenta la gran relación existente entre la simetría de ciertas clases.

Cuadro 1: Las treinta y dos clases cristalinas <sup>7</sup>

Sistema cristalino	Clase cristalina
Olotoma UlotaliilU	Hexaquisoctaédrica
	Icositetraédrica pentagonal
Cúbico	Hexaquistetraédrica
Cúbico	Diploédrica
	Tetartoídica
	Bipiramidal dihexagonal
Hexagonal.	Trapezoédrica hexagonal
División	Piramidal dihexagonal
hexagonal.	Bipiramidal ditrigonal
	Bipiramidal hexagonal
	Piramidal hexagonal
	Bipiramidal trigonal
	Escalenoédrica hexagonal
Hexagonal.	Trpezoédrica trigonal
División	Piramidal ditrigonal
romboédrica	Romboédrica
	Piramidal trigonal
	Bipiramidal ditetragonal
	Trapezoédrica tetragonal
	Piramidal ditetragonal
Tetragonal	Escalenoédrica tetragonal
	Bipiramidal tetragonal
	Piramidal tetragonal
	Biesfenoídica tetragonal
	Bipiramidal rómbica
Rómbico	Biesfenoídica rómbica
	Piramidal rómbica
	Prismática
Monoclínico	Esfenoídica
	Domática
Triclínica	Pinacoidal
	Pedial

## 5.2 MINERALOGÍA FÍSICA<sup>5,7</sup>.

Las propiedades físicas son muy importantes para la determinación rápida de los minerales, ya que muchos pueden reconocerse así por simple observación o por pruebas sencillas.

## Dentro de estas propiedades tenemos:

- 1- Exfoliación: es la aplicación de una fuerza necesaria a un mineral, de manera que rompa a este en dos superficies planas. Estas superficies de exfoliación son paralelas a caras reales o posibles del cristal.
  - La exfoliación esta muy relacionada a la estructura del cristal, y resulta del hecho de que los enlaces son más débiles en ciertas direcciones que en otras. No todos los cristales presentan exfoliación, y solo un porcentaje muy pequeño la muestran.
- 2- Partición: cuando en un mineral se producen superficies planas por rotura a lo largo de alguno de dichos planos predeterminados. Ciertos minerales, cuando están sujetos a tensión o a presión desarrollan planos de debilidad estructural que pueden romperse. El fenómeno se parece a la exfoliación, pero se distinguen por el hecho de que no lo exhibirán todos los ejemplares de un determinado mineral, sino sólo los que estén maclados o hayan sido sometidos a una presión apropiada.
- 3- Fractura: se entiende la manera como se rompe cuando no se exfolia o parte.

4- **Dureza**: es la resistencia que ofrece la superficie lisa de un mineral a ser rayada, y viene determinada por la facilidad o dificultad relativa con que un mineral es rayado por otro o por una lima o punta de acero. Por lo que se dice la dureza es la "arañabilidad" de un mineral.

Existe una escala de dureza elegida de una serie de 10 minerales, para determinar la dureza relativa de cualquier mineral, y se conoce con el nombre de Escala de Dureza de Mohs; dispuesta de menor dureza a mayor dureza:

1-Talco	6-Ortosa
2-Yeso	7-Cuarzo
3-Calcita	8-Topazio
4-Fluorita	9-Corindión
5-Apatito	10-Diamante.

- 5- **Tenacidad**: es la resistencia que un mineral opone a ser roto, molido, doblado o desgarrado, en resumen, su cohesión.
- 6- **Peso especifico**: en un mineral es un numero que expresa la relación entre su peso y el peso de un volumen igual de agua a 4°C. Este se puede determinar utilizando una balanza de Jolly, balanza de brazo de S.L. Penfield o con un picnómetro.

# 7- Propiedades que dependen de la luz:

- a) Brillo: se conoce así al aspecto general de la superficie de un mineral cuando se refleja la luz. El brillo en los minerales puede ser de dos tipos: metálico o no metálico, y ciertos minerales están entre ambos tipos y se les conoce como submetálicos.
- b) Color: una de las propiedades físicas más importantes de los minerales y es una propiedad constante y definida que puede servir de identificación. Sin embargo, muchos minerales no presentan un color constante en sus diferentes ejemplares, este cambio de color se puede producir por el cambio de composición, pero también pueden mostrar una gran gama de colores sin cambio aparente de composición. Los minerales frecuentemente están coloreados por impurezas. Puede verse que, aunque el color de un mineral es una de sus propiedades físicas más importantes, no siempre es constante y debe emplearse siempre con precaución en la identificación de ciertas especies.
- c) **Juego de colores:** cuando un mineral al girarlo, se ven diversos colores espectrales en rapida sucesión.
- d) **Tornasolado:** cuando un mineral presenta una gama de colores espectrales en su interior o superficie. El interior se observa u origina por la presencia de una película o revestimiento superficial fino.
- e) **Opalescencia:** es la reflexión lechosa o perlada en el interior de un ejemplar.

- f) **Pátina:** cuando el color de la superficie es diferente al interior.
- g) Luminiscencia: es cualquier emisión de luz por un mineral que no sea por el resultado directo de incandescencia.
- h) **Triboluminiscencia:** propiedad de algunos minerales de hacerse luminosos al ser molidos, rayados o frotados. La mayoría son no metálicos, anhídridos de buena exfoliación.
- Termoluminiscencia: propiedad de algunos minerales de producir luz visible cuando se calientan a una temperatura por debajo del rojo. Se aprecia mejor en minerales no metálicos y anhídridos.
- j) Fluorescencia: proceso en el que los minerales que al ser expuestos a la acción de rayos U.V., rayos X o rayos catódicos; se hacen luminiscentes. Se presenta en muchos minerales con más frecuencia que cualquier otro tipo de luminiscencia, dado que es fácil de producir.
- k) Fosforescencia: se dice que un mineral es fosforescente si la luminiscencia continúa después de haber sido cortada la excitación. No existe una clara diferencia entre fluorescencia y fosforescencia, ya que algunos minerales que parecen solamente fluorescentes, siguen dando luz después de separados de los rayos excitadores. Por lo que, el fenómeno se considera por algunos como similar.
- Diafanidad: la propiedad que poseen algunos minerales de transmitir la luz.

Esta se expresa con los términos:

- a) **Transparente**: si puede distinguir perfectamente un objeto a través de él.
- b) Translucido: si transmite luz, pero no pueden verse objetos a través de él.
- c) **Opaco**: si no transmite la luz , incluso en láminas delgadas.
- 8. Refracción de la luz: cuando la luz incide sobre un mineral no opaco, parte de la luz se refleja en la superficie y parte atraviesa el mineral. La luz que atraviesa el mineral es, por regla general refractada.
- 9. Doble refracción: es cuando un rayo de luz entra en el mineral se rompe en dos rayos, cada uno de los cuales viaja a través del mineral con una velocidad característica y tiene su propio índice de refracción. El ángulo de refracción será diferente para los dos rayos, y, por lo tanto, divergen. En otras palabras la luz sufre doble refracción.



### 6.0: TABLA PERIÓDICA

# 6.1 PERIODICIDAD DE LOS ELEMENTOS<sup>17</sup>.

La ley periódica de los elementos se enuncia: "Los elementos químicos ordenados en base a su numero atómico, presentan ciertas propiedades que se repiten cada ocho elementos".

Esta periodicidad de las propiedades químicas y físicas de los elementos, se puede comprobar con su valencia, o sea su capacidad de combinación. En el caso de los elementos del grupo I, se tienen los elementos Li, Na, K, Rb, Cs, todos presentan valencia +I.

La periodicidad de las propiedades químicas de los elementos una vez ubicados se evidencia de la siguiente forma:

Cada propiedad periódica, ya sea valencia, ésta varía al pasar sucesivamente de un elemento a otro hasta llegar a un determinado elemento, esta propiedad se asemeja totalmente al otro elemento que se encuentra varios espacios después.

Si observamos el Li, Be, B, C, N, O, F, Ne, serian los elementos ideales de las columnas, los cuales tendrán la misma valencia que al inicio de las columnas, donde cada uno esta ubicado ocho lugares después del otro.

Visto lo anterior es evidente que los elementos se pueden ordenar en columnas verticales ( grupos ) y en forma horizontal ( periodos ) donde ordenados según su "Numero Atómico", se tendrá al final que todos los

elementos que queden ubicados en las filas verticales, tendrán propiedades químicas semejantes o sea son homólogos en sus propiedades. Este ordenamiento da lugar a la Tabla Periódica de los Elementos.

Posiblemente la primera observación referente a las analogías entre los elementos químicos fue notada en 1817 por Dôbereiner, quien observó que existen grupos de tres elementos con propiedades semejantes, como sus pesos atómicos son muy similares entre sí, a tales grupos se les denominó "TRIADAS".

Como ejemplo están: a) hierro – cobalto – níquel

- b) cloro bromo yodo
- c) rutenio rodio paladio

En todas, el elemento central es la media aritmética de sus pesos atómicos. En 1857 Odling dispuso los elementos conocidos en trece grupos, basándose en similitudes de propiedades físicas y químicas, ordenándolos en base a sus pesos atómicos. En 1862 De Chancourtois dispuso los elementos en la superficie lateral de un cilindro, según una línea helicoidal de forma que cada vuelta del cilindro el peso atómico de cada elemento sea aumentaba 16 unidades, de esta forma, comenzaba con el Hidrógeno y la primera vuelta concluía con el Oxígeno y la segunda con el Azufre, de esta forma los elementos Litio, Sodio, Berilio, y el Magnesio, Boro y Aluminio quedaron uno encima de otro. Este ordenamiento es el "Tornillo De Chancourtois, y es la primera clasificación periódica de los elementos; luego en 1864 – 1866, Newlands enfatizó el hecho de que al ordenar los

elementos según el peso atómico creciente, se obtenían similitudes de los elementos ubicados cada ocho lugares, llamándoles "Ley de las Octavas" por su analogía con la música. Finalmente en 1869, en forma separada presentaron Dimitri Mendelejeff y Lothar Meyer la distribución de los elementos químicos según esquemas muy similares, dando origen a la Tabla Periódica de los Elementos".

Posteriormente con el fin de evitar tantas confusiones en los ordenamientos de los elementos de la Tabla Periódica, la Unión Internacional de Química Pura y Aplicada (IUPAC) recomendó adoptar una tabla, tal como se conoce a la fecha, pero hay problemas todavía y siguen discutiéndose.

Con el fin de llegar a donde se quiere, que son las características químicas de los elementos, es necesario introducirse en la clasificación de los elementos.

La clasificación de los elementos se inicia con la deposición de las líneas horizontales, las que se llaman "Períodos" que es lo mismo: Número Cuántico Principal o Nivel de Energía y los ordenados en forma vertical, a estos se les llama: Grupos o Familias. Ambas clasificaciones están numeradas del IA al VIIIA y se les llama Elementos Representativos, y los IB hasta el VIIIB se les llama Elementos de Transición, al formar la tabla periódica se hace un total de 18 columnas en las cuales, en el grupo VIIIB consta de tres columnas.

Algunas de las columnas de elementos reciben nombres especiales:

IA: elementos alcalinos

IIA: elementos alcalinos térreos

IIIA: elementos térreos

IVA: grupo del carbono

VA: grupo del nitrógeno

VIA: elementos anfígenos o calcógenos

VIIA: elementos halógenos

VIIIA: elementos gases inertes o gases nobles

VIIIB: triadas (Fe-Co-Ni, Ru-Rh-Pd, Os-Ir-Pt)

IB y IIB: elementos de cuño

Finalmente los elementos a partir del 57 al 72 son los Lantánidos, y del 89 al 104 son los Actínidos y para ambos Tierras Raras.

Los elementos más reactivos son los ubicados en los extremos de la tabla y arriba, tales como Li, Na, K, Rb, Cs a la izquierda y F, Cl Br, I a la derecha. Los elementos ubicados a la izquierda de la tabla hacia abajo son sólidos y de carácter metálico; los ubicados a la derecha arriba son no metálicos de los que se deduce el carácter metálico aumenta a la izquierda de arriba hacia abajo y el carácter no metálico es de abajo hacia arriba a la derecha.

Las propiedades tanto físicas como químicas van de arriba hacia abajo pero a medida que se avanza hacia la derecha las propiedades se horientalizan al caso del grupo VIIIB o tríada, inmediatamente después se vuelven verticales y así hasta el final.

Los elementos más reactivos son:

- Cesio: Cs (55) más electropositivo con electronegatividad de 0.9
- Flúor: F (9) más electronegativo con una electronegatividad de 4.9

Se deduce que el Cesio es el más electropositivo y el Flúor el más electronegativo.

Al estudiar la tabla periódica en base a ella es posible determinar que tipo de compuesto se forma.

Para el caso un compuesto formado por elementos del grupo IA con el grupo VIIA es un compuesto iónico, el cuál se caracteriza que en solución acuosa conduce la corriente eléctrica. El ejemplo es el NaCL.

Si se sigue el recorrido de izquierda a derecha el tipo de enlace cambia de iónico a covalente polar ya que hay compartimiento de electrones de elementos desiguales con el HCl, H<sub>2</sub>O. Estos compuestos son solubles en agua.

Al continuar hacia la derecha el tipo de enlace cambia a covalente no polar como el Cl<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>, debido a que es el mismo elemento que comparte los electrones.

En el centro de la tabla existe el carácter metálico, es decir elementos electropositivos. La unión de estos átomos es por la transferencia de electrones de un átomo a otro constituyéndose en mecanismo de unión.

Al leer lo anterior se preguntarán él por qué se describe la tabla periódica en el presente trabajo. Es que los elementos de la tabla periódica están de la misma forma que se analizarán e identificarán los diferentes elementos de la

tabla periódica, en grupos de elementos; también los análisis se harán en grupos ya que hay elementos que reaccionan de igual forma en el cloro, azufre, carbonato y algunos de ellos en comportamiento anfotérico.

6.2 GENERALIDADES, CRISTALOGRAFÍA, OBTENCIÓN, PROPIEDADES
Y ENSAYOS DE ELEMENTOS POR GRUPOS DE TABLA PERIÓDICA
5,7,15,18

6.2.1 GRUPO VIIIB: HIERRO, COBALTO, NÍQUEL, PLATINO, RUTENIO.

**NOMBRE: HIERRO** 

#### **Generalidades:**

Símbolo: Fe

P.A: 55.84

Isótopos: Fe<sup>54</sup>, Fe<sup>58</sup>

Valencia: + II, +III, +VI.

El símbolo Fe procede del nombre latino del hierro ferrum.

El hierro metálico encontrado es de origen meteórico y telúrico ofreció al hombre el primer material para la preparación de armas y utensilios.

El hierro pertenece a los elementos más abundantes; constituyen el 47% de la corteza terrestre; la mitad de todos los meteoritos que a nosotros llegan son meteoritos de hierro ya que poseen un 90% de hierro.

### Cristalografía:

Cúbico, hexaquisoctaédrico – Cristales raros.

#### Obtención:

El hierro, como el elemento puro sólo en casos excepcionales tiene aplicación. Las clases de hierro utilizadas con más frecuencia son las aleaciones con carbono. Se distinguen las siguientes clases principales: Hierro bruto, Hierro forjado o laminado y Acero.

Cuanto más se desarrolla la industria del hierro, tanto más se utilizan las clases más nobles de hierro.

# **Propiedades:**

El hierro es un metal relativamente blando, blanco de plata.

Se presenta en dos variedades.

Hierro ∝				
Forma red cúb	ica en el esp	acio		
y cristaliza ca	asi siempre	en		
hexaedro				

Hierro γ						
Forma r	ed cúbica	centrada	en	las		
caras y	cristaliza	la mayo	oría	de		
veces, en cubos.						

El hierro finamente dividido, a la temperatura ordinaria, es oxidado por el oxígeno del aire con nuevo desprendimiento de calor.

El aire húmedo oxida con más rapidez que en seco y todavía más en presencia de pequeñas impurezas.

Se eleva la estabilidad del hierro en presencia de una capa de pintura o

recubriéndolo con una capa de zinc fuertemente magnético.

Pruebas de identificación:

Infusible.

Solubilidad en Acido Clorhídrico.

Con Hidróxido de Amónio.

**NOMBRE: COBALTO** 

Generalidades:

Símbolo: Co

PA: 58.04

Isótopos: Coº, descubierto en 1735

Valencias: + II, + III.

Con el nombre de cobalto y níquel se designó en la edad media los minerales

de cobre en los que, según los medios usuales para el beneficio de los

minerales de cobre, no se lograba obtener cobre metálico.

Más tarde fue extendido el nombre de cobalto a los minerales con los que se

daba color azul a los flujos de vidrio y que se podía utilizar en la preparación

de esmaltes.

Descubierto por el químico sueco Brandt, el cual preparó el "rey cobalto", el

cobalto metálico.

El cobalto se presenta como constante compañero del níquel en todos los minerales de este metal, aunque en cantidades mucho más pequeñas que el níquel.

Por esa razón el cobalto pertenece cuando solamente se tiene en cuenta la corteza terrestre a los elementos más escasos.

En los meteoritos sin embargo, pertenece a los elementos más abundantes de donde podemos deducir que en el núcleo de la tierra existe un contenido de cobalto relativamente grande.

#### **Propiedades:**

El metal es negro grisáceo y una vez pulido tiene un tono más oscuro que el níquel metálico; por esto los objetos niquelados tienen más bello aspecto que los cobaltados.

A pesar de esto, se les ha introducido cobalto a objetos de uso corriente como los cuchillos para cortar frutas, porque el cobalto metálico es menos soluble en ácido acético y otros ácidos de las frutas que el níquel metálico. Esto es de esperarse, porque el cobalto es menos noble que el níquel.

#### Pruebas de identificación:

- A la Perla de Bórax
- A la llama

Cristalografía:

Cristaliza en cubos y octaedros. Los cristales suelen estar muy deformados y

a veces presentan caras curvas.

**NOMBRE: NIQUEL** 

Generalidades:

Símbolo: Ni

PA: 58, 69.

Isótopos: Ni<sup>60</sup>, Ni<sup>62</sup>, Ni<sup>61</sup>, Ni<sup>64</sup>.

Valencia: + II, + III.

Descubierto: 1701.

Con el nombre de níquel se designaron en la edad media aquellos minerales

que, según los métodos usuales, no eran fusibles.

Frecuentemente se encuentra acompañando al hierro. El hierro meteórico

por ejemplo, es siempre muy rico en níquel.

**Propiedades:** 

El níquel metálico tiene brillo metálico blanco y es más fuerte y resistente a

las influencias atmosféricas que el hierro.

Se puede pulir, forjar y soldar.

El níquel se disuelve fácilmente en todos los ácidos fuertes, y (tampoco) por

los ácidos débiles, como por ejemplo: el acético, es despreciable su

ataque.

hierro y el cobalto, el níquel es también fuertemente Como el

paramagnético.

Se emplea en la industria de la química orgánica como catalizador para

hidrogenaciones.

La adición de algún porcentaje de níquel al acero se aumenta fuertemente su

dureza y tenacidad.

Pruebas de identificación:

Con Dimetilglioxima

A la Perla de Bórax

Cristalografía:

Rara vez se encuentra cristalizado en cristalitos bipiramidales con la base,

casi siempre forma masas recticulares y compactas.

**NOMBRE: PLATINO.** 

Generalidades:

Símbolo: Pt

PA: 195.23

Isótopos: Pt<sup>195</sup>, Pt<sup>194</sup>, Pt<sup>196</sup>, Pt<sup>193</sup>, Pt<sup>192</sup>.

Valencia: + II, + IV.

**Propiedades:** 

Es un metal blanco grisáceo que tiene hermoso brillo metálico, es blando y

se puede estirar en hilos muy finos y laminar en hojas muy delgadas. Su

punto de fusión es 1755° C; a pesar de su elevado punto de fusión del

platino, no ofrece dificultades por ejemplo con ayuda del soplete oxhídrico,

pues el punto de ebullición del metal es tan alto que no hay que temer una

evaporación.

Es tan noble que no se combina a temperatura alguna con el oxígeno del

aire, lo que naturalmente facilita extraordinariamente el trabajo del platino.

Frente a reactivos químicos es insensible; en frío únicamente es atacado de

manera notoria por el agua regia (caliente)

Cristalografía:

Cúbico hexaquisoctaédrico. Los cristales son poco frecuentes y normalmente

están deformados. En masas irregulares.

Pruebas de identificación:

A la Perla de Bórax.

**NOMBRE: RUTENIO** 

**Generalidades:** 

Símbolo: Ru

PA: 101.7

Isótopos:  $Ru^{103}$ ,  $Ru^{101}$ ,  $Ru^{104}$ ,  $Ru^{100}$ ,  $Ru^{99}$ ,  $Ru^{96}$ .

El nombre del elemento lo eligió su descubridor Claus en 1845, como alusión

a que en su tiempo los minerales de platino se habían encontrado

únicamente en Rusia. El le puso por tanto rutenio, que significa "pequeña

Rusia".

Obtención:

El metal se obtiene de la mejor manera mediante reducción del hidróxido

Ru(OH)<sub>3</sub> en corriente de hidrógeno.

**Propiedades:** 

Es gris, de poco brillo y muy quebradizo e insoluble en los ácidos, pero se

disuelve análogamente al platino, en agua regia (caliente).

Prueba de identificación:

A la Perla de Bórax

Cristalografía:

No posee.

6.2.2 GRUPO - IB: COBRE, PLATA Y ORO.

**NOMBRE: COBRE** 

Generalidades:

Símbolo: Cu

PA: 63.57

Isótopos: Cu<sup>63</sup>, Cu<sup>65</sup>

Valencia: + I, + II.

El nombre procede de Cyperium, denominación latina de la isla de Chipre, donde en la antigüedad se encontraban los yacimientos más grandes del metal.

El cobre pertenece a los elementos más antiguos que conoce la humanidad.

#### Obtención:

Para la preparación del metal a partir de sus minerales, se distingue el método seco y húmedo.

La vía húmeda se elige para minerales pobres con un contenido de cobre por debajo del 2.5%.

La vía seca se puede verificar por el método de tostación y reducción.

### **Propiedades:**

El cobre puro es de color rojo, puesto que él absorbe la luz verde y azul. Si el cobre contiene disuelto Cu<sub>2</sub>0, su color se hace más rojo púrpura.

El cobre es realmente duro y además muy tenaz y laminable, de modo que se puede extender en hojas muy delgadas y estirar en hilos muy finos.

Próximo a la plata el cobre es el metal que posee la mayor conductibidad eléctrica y térmica. Posee pequeñas impurezas de silicio y arsénico, que rebajan considerablemente su conductividad, por esto es necesario emplear para conducciones eléctricas cobre purísimo y refinado electrolíticamente.

El cobre tiene un potencial alrededor de 0.3 volt más noble que el hidrógeno, por esa razón las cantidades más grandes de cobre se consumen en la industria eléctrica.

A causa de su tenacidad, es adecuado para cierres de auto clave, bandas de

conducción en proyectiles, etc.

Cristalografía:

Cristaliza en octaedros, cubos y a veces en rombos de decaedros y

tetrahexaedros, que con mucha frecuencia se agrupan en formas dentríficas.

Pruebas de identificación:

Sobre Carbón vegetal

A la llama

**NOMBRE: PLATA** 

Generalidades:

Símbolo: Ag

P.A: 108.88

Isótopos: Ag<sup>107</sup>, Ag<sup>109</sup>

Valencias: + I.

La plata era conocida ya como metal de adorno en los primitivos grados de

cultura.

La plata es expresamente calcófila. La cantidad principal de plata se presenta

en galenas ricas en este metal.

### Cristalografía:

Cúbico, hexaquisoctahédrico. Comúnmente en cristales mal formados y en grupos ramosos, arborescentes y reticulados.

#### Obtención:

El método más antiguo para la obtención de la plata es el proceso de copelación.

Primeramente se separa el plomo que contiene plata, y si el mineral que se trabaja no contiene al principio suficiente plomo, se le añade la plata, se funde juntamente con el plomo, se copela.

## **Propiedades:**

Este metal es blanco brillante, muy laminable y se pulimenta con facilidad, se pueden obtener láminas solamente de  $2\mu$  de grueso. La plata es el metal que tiene mayor conductividad eléctrica y calorífica.

La plata no se oxida al aire, pero lentamente se recubre de una capa delgada de sulfuro de plata, quedando recubierta de una capa negrusca.

La plata es fácilmente trabajable y químicamente atacable con dificultad.

La acción desinfectante de los iones plata es tan grande, que ya las pequeñas cantidades de este metal que van en disolución cuando se agita plata finamente dividida en agua, la esteriliza.

Pruebas de identificación:

Sobre Carbón vegetal

Con Cromato de Potasio

NOMBRE: ORO

Generalidades:

Símbolo: Au

P. A: 197.2

Isótopos: Au<sup>197</sup>

Valencias: +I, +III

El oro es el metal más antiguo. Su simbología proviene del latín aurum;

principalmente se encuentra nativo y sin mezcla, por su color amarillo se le

distingue fácilmente, se presupone que su obtención necesita pocos

conocimientos y habilidades.

Como típicamente calcófilo, fue el oro en la separación del magma a la capa

de sulfuro, principalmente como seleniuro y telururo de oro y en forma de oro

nativo.

Las gangas de minerales de oro se han separado de éste en las últimas

cristalizaciones de las disoluciones hidrotermales. De estos depósitos

primarios fue disuelto el oro probablemente mediante disoluciones de hierro

III y separado como oro nativo en la reducción de estas disoluciones por

sulfuro ferroso; por esto se ha enriquecido el oro en las zonas de

cementación, en las cuales se encuentra casi siempre finamente dividido e incrustado en gangas de cuarzo.

En la disgregación de la roca por la intemperie pasaron las partículas de oro a los ríos y se depositaron en las arenas en forma de aluviones de oro.

La cantidad de oro que se disuelve en forma de cloruro de oro y sodio complejo y que de esta manera se transporta a los mares, es extraordinariamente pequeña, seguramente más pequeña que la de la mayor parte de los otros metales. Por lo general, se estima la riqueza total en oro, de todos los mares del mundo, en varios millones de toneladas, pero la riqueza por metro cúbico es muy pequeña y alcanza, según <u>Haber</u>, sólo a 0,001-0.04 mg.

El hecho de que a pesar de esto haya merecido la atención y la publicidad, se debe, en primer término, al gran valor del oro, y en segundo, a que se puede comprobar todavía a concentraciones pequeñísimas.

En tiempos posteriores se obtuvo la mayor cantidad de oro de las arenas de los ríos mediante el "lavado".

#### Obtención:

El lavado del oro consiste en una separación puramente mecánica, la arena que se quiere lavar se pone en suspensión con agua y se deja correr por canales, en los que se deposita el oro a consecuencia de su mayor peso específico.

### **Propiedades:**

El oro cristaliza en el sistema regular. Y para obtener agujas cristalinas entretejidas a manera de musgo, tal como se usan en la técnica dental, se hace cristalizar el oro de su amalgama. Mediante cristalización lenta se obtiene de esta manera también cristales bien formados. El oro es tan extraordinariamente maleable que se puede laminar en hojas de oro hasta de 0.2μ de grueso. Hojitas tan finas son algo transparentes para la luz azul. El oro, ni aun caliente es atacado por ácidos ni por lejías; se disuelve solamente en agua regia (caliente).

El oro puro es muy blanco, se alea, las más de las veces con cobre o plata; las aleaciones con cobre tienen un brillo amarillo rojizo y las de plata, blanco amarillento.

El oro se mantiene inalterado al aire húmedo y al aire que contiene sulfuro de hidrógeno, conservando su hermoso brillo y su superficie metálica.

### Cristalografía:

Sus formas más frecuentes son cúbica, hexaquisoctaédrico, octaedros, trapezoedro y las combinaciones de todas ellas.

#### Pruebas de identificación:

- Sobre Carbón vegetal
- Con p-dimetil-benciliden-rodamina

6.2.3 GRUPO - IA: SODIO, POTASIO Y LITIO.

**NOMBRE: SODIO** 

Generalidades:

Símbolo: Na

PA: 22.997

Isótopo: Na<sup>28</sup>

Valencia: + I.

El nombre natrium procede de neter, bajo el cual los egipcios designaban a la

sosa natural, que se empleaba como medio de lavado, de esto dedújose más

tarde la denominación latina nitrum para la sosa, que después quedó

reservado para el nitro, mientras que para la sosa se reservó el nombre

natron.

Después que en la segunda mitad del siglo XVIII, se aprendió a diferenciar

las combinaciones del sodio y potasio como álcalis minerales y álcalis

vegetales, introdujo Klaproth 1796 para el primer nombre natron y para el

último nombre Kali.

La preparación del elemento puro la verificó por primera vez Dhabi 1808

sometiendo a la electrólisis la sosa cáustica húmeda.

Otención:

Poco después del descubrimiento Dhabi, señalaron Gay-Lussac y Thenard

que el sodio se puede también preparar mediante reducción de carbonato

sódico con carbón.

 $Na_2CO_3 + 2C = 2Na + 3CO$ 

**Propiedades:** 

El sodio es más ligero que el agua, funde por debajo de 100° y hierve al rojo

blanco incipiente; tiene brillo de plata, y al aire húmedo se recubre con una

capa blanca, constituida por una mezcla de hidróxido y carbonato.

Cristalografía:

Cúbica. Cristales o masas cristalinas granulares o compacta.

Pruebas de identificación:

A la llama

Con Acetato de Zinc y Uranilo

**NOMBRE: POTASIO.** 

**Generalidades:** 

Símbolo: K

PA: 39.096

Isótopos: K<sup>39</sup>, K<sup>41</sup>, K<sup>40</sup>

Valencia: + I

El nombre Kalium procede de álcali, nombre que ya usaron los árabes para la sosa. Hasta fin del siglo XVIII se designaban conjuntamente la sosa y potasa cáustica con el nombre álcali, hasta que Klaproth en 1796, les dio el nombre actual.

En Inglaterra y Francia se designa el Kalium con la denominación propuesta por Davy de potassium, derivado de la palabra alemana potasa. la preparación del potasio puro por Davy tuvo lugar simultáneamente con la del sodio en 1808.

#### Obtención:

Lo mismo que el sodio, el potasio se obtenía antes por reducción del carbonato potásico con carbono.

$$K_2CO_3 + 2C \rightarrow 2K + 3CO$$

Hoy en día se obtiene por electrólisis en el laboratorio.

## Cristalografía:

Cúbico, hexaquisoctahédrico. Frecuentes los cubos y octaedros combinados en masas cristalinas granulares con exfoliación cúbica.

### **Propiedades:**

Su sal es fácilmente soluble en agua, es de color blanco o ligeramente amarillento o rojizo cuando posee impurezas.

Pruebas de identificación:

A la llama

Con Cobaltinitrito de Sodio y Nitrito de Plata.

**NOMBRE: LITIO** 

**Generalidades:** 

Símbolo: Li

PA: 6.94

Isótopos: Li<sup>7</sup>

Valencia: + I

En oposición a otros alcalinos, el Litio no se presenta en la naturaleza al

estado cloruro, sino casi exclusivamente como silicato.

Se descubrió en 1817, en el laboratorio de Berzelius, por uno de sus

discípulos en el análisis de la Lepidolita. Este mineral es un trisilicato de

aluminio en el cual éste elemento está sustituido parcialmente por litio y

potasio.

Preparación:

Para la obtención de sales de Litio, deben disgregarse los minerales, lo cual

se verifica mediante cocción con Acido Clorhídrico concentrado en los

fosfatos y por fusión con carbonatos alcalinos en los silicatos.

**Propiedades:** 

El litio es un metal tenaz, con brillo de plata, que se puede estirar en hilos; su

densidad es la más pequeña de todos los metales, es un metal más estable

que los otros metales alcalinos; al aire se recubre lentamente con una capa

de nitruro, descompone el agua con menos energía que los otros alcalinos.

Pruebas de identificación:

Con Fluoruro de Amonio

6.2.4 GRUPO - IIA: BERILIO, MAGNESIO, CALCIO, ESTRONCIO, BARIO.

**NOMBRE: BERILIO** 

Generalidades:

Símbolo: Be

P.A: 9.02

Isótopos: Be<sup>9</sup>

Valencia: + II

El brillo es una piedra preciosa conocida ya en la antigüedad. El óxido de

este elemento fue aislado por Vauquelin en 1798 del Berilo; le dio el nombre

de tierra glicinica, porque las sales solubles en agua que de él se derivan

tienen sabor dulce.

El nombre de Berilio se la dio Fr. Woehler, que fue quien primeramente aisló el metal. Wôehler obtuvo el metal en 1828 por fusión del cloruro de berilio con potasio.

El Berilio pertenece a los elementos más escasos, forma cristales prismáticos hasta de metros de longitud, algunas veces también más pequeños, opacos que se caracterizan por su fuerte poder de refracción de la luz y en parte por sus hermosas coloraciones, éstas proceden de pequeñas impurezas.

#### Obtención:

El Berilio metálico se obtiene por electrólisis de una masa fundida, constituida por una mezcla de Fluoruro de Berilio y de Bario, la operación se verifica cerca de 1.400°, para que el metal se origine fundido.

### **Propiedades:**

El metal es blanco de plata y quebradizo y alrededor de 1/3 más ligero que el Aluminio; frente al agua hirviendo es estable, pero en ácidos diluidos se disuelve a temperatura ordinaria con desprendimiento de hidrógeno.

### Cristalografía:

Presenta cristales prismáticos a menudo estriados o acanalados con estructura concéntrica.

Pruebas de identificación:

Sobre Carbón Vegetal

Con Quinalizarina

NOMBRE: MAGNESIO

Generalidades:

Símbolo: Mg

PA: 24.32

Isótopos: Mg<sup>28</sup>

Valencia: + II

A principios del siglo XVIII fue descubierto y recomendado como

medicamento, el óxido de magnesio. Para diferenciarlo de la pirolusita, ya

entonces conocida y a la que se le llamaba magnesia nigra, se le dio el

nombre de magnesia alba, más tarde se descubrió el parentesco entre el

óxido de magnesio y el sulfato, conocido desde el final del siglo XVII y como

a éste se le denomina sal amarga, se le llamó al óxido tierra amarga. Cuando

Davy al principio del siglo XIX, preparó el metal reduciendo la magnesia alba

con potasio, le designó el nombre de magnesio, que se deduce directamente

de magnesia e indirectamente de magnético.

#### Obtención:

Se parte de la magnesita, la cual se calienta en hornos altos con carbón de madera o turba en corriente de cloro.

$$MgCO_3 \rightarrow MgO + CO_2$$
  
 $MgO + C + Cl_2 \rightarrow MgCl_2 + CO$ 

# **Propiedades:**

Es un metal blanco de Plata, que al aire arde con llama blanca que ciega. El magnesio se recubre siempre de una capa de óxido no visible y protectora, que lo hace estable al aire, por el agua apenas es atacado.

# Cristalografía:

Rómbica, cristales generalmente formados por romboedros de masas exfoliables.

#### Pruebas de identificación:

- Con Quinalizarina
- Al soplete

**NOMBRE: CALCIO** 

Generalidades:

Símbolo: Ca

P.A: 40.08

Isótopos: Ca<sup>40</sup>, Ca<sup>44</sup>, Ca<sup>42</sup>, Ca<sup>43</sup>

Valencia: + II

La preparación del calcio metálico fue verificada primeramente por Davy,

mediante electrólisis de cloruro cálcico, con cátodo de mercurio, así que

obtenía en primer lugar la amalgama de calcio, calentando la amalgama

fuera del contacto del aire obtuvo el metal en forma de un polvo gris, de no

buen aspecto y al que dio el nombre que todavía hoy se usa.

Obtención:

La mayor parte del calcio se encuentra en la naturaleza como carbonato en

las variedades: calcita, piedra caliza y como aragonita.

**Propiedades:** 

Es un metal blanco plateado y posee propiedades similares a las del grupo

IV, donde se encuentra el Estroncio y el Bario. Sin embargo es difícilmente

tratado por el ácido nítrico concentrado.

Cristalografía:

Pueden ser prismas hexagonales. Presentan caras a menudo corroídas y

con estrías; además son fibrosos y terrosos.

Pruebas de identificación:

A la llama

Con Oxalato de Amonio

NOMBRE: ESTRONCIO

**Generalidades:** 

Símbolo: Sr

PA: 87.63

Isótopos: Sr<sup>83</sup>, Sr<sup>86</sup>, Sr<sup>87</sup>, Sr<sup>84</sup>

Valencia: + II

XVIII fue descubierto en Strontian (Escocia), un mineral al que se le dió el

El Estroncio pertenece a los elementos más escasos, hacia el final del siglo

nombre de estroncianita; de este mineral preparó Davy en 1808 el metal por

electrólisis; si bien, todavía no completamente puro, le dio al metal el nombre

de estroncio.

Obtención:

Hasta la fecha, el Estroncio metálico no se obtiene más que en los

laboratorios por electrólisis de una mezcla fundida de cloruro de estroncio y

cloruro potásico, o también calentando una mezcla de óxido de estroncio y

polvo de aluminio, finamente granulado al vacío y hacia 1.000°C

**Propiedades:** 

El metal tiene brillo de plata y al aire amarilla enseguida, es maleable y dúctil.

Cristalografía:

Rómbico, bipiramidal generalmente aciculares, radiales como el tipo del

aragonito.

Pruebas de identificación:

A la llama

- Con Rodizonato de Sodio

**NOMBRE: BARIO** 

Generalidades:

Símbolo: Ba

PA: 137.36

Isótopos: Ba<sup>136</sup>, Ba<sup>135</sup>, Ba<sup>134</sup>, Ba<sup>130</sup>, Ba<sup>132</sup>

A partir del espato pesado, conocido a mediados del siglo XVIII, preparó

Scheele el óxido de bario y también algunas otras de sus combinaciones; en

este tiempo se usó también, de modo general, el nombre de barita que

significa pesado. El Bario, aunque en forma impura, fue preparado

primeramente por Berzelius 1808; en forma pura lo obtuvieron más tarde

Davy y Bunsen.

Obtención:

Para la obtención del metal se electroliza una disolución caliente de cloruro

de bario con cátodo de mercurio, así se forma amalgama de bario, que

calentada en el vacío destila el mercurio a 1.150° y al vacío puede también

destilar el bario.

**Propiedades:** 

Metal blanco de plata, que por su blandura, su inestabilidad frente al agua,

aire, recuerda a los metales alcalinos pesados.

Cristalografía:

Rómbico, bipiramidal. Cristales siempre estríados en los extremos.

**Ensayos:** 

Con Rodizonato de Sodio

- A la llama

6.2.5 GRUPO - IIIA: ALUMINIO.

NOMBRE: ALUMINIO

Símbolo: Al

PA: 26.97

Isótopos: Al<sup>27</sup>

Valencia: + III

En la antigüedad clásica, era ya conocido el alumbre, de cuya designación latina. alumen. recibió el metal su nombre: fue obtenido simultáneamente con el berilio en 1828 por Wôehler, mediante reducción del cloruro de aluminio con un metal alcalino, obtuvo una pequeña cantidad en forma de polvo de mal aspecto, después de la fabricación del sodio en gran escala consiguió en 1854, el químico francés Deville, preparar un gran bloque de este metal, por el método de Wôehler; este bloque fue presentado en una exposición internacional en París con el nombre de "plata de arcilla", la fabricación industrial se consiguió, 20 años más tarde, por electrólisis de masas fundidas.

### Preparación:

Antes de haberse encontrado el método electrolítico se obtenía el metal exclusivamente según el método de Wôehler, mediante acción de sodio sobre cloruro de aluminio anhidro.

$$AICI_3 + 3Na \rightarrow AI + 3NaCI$$

Actualmente se prepara el aluminio por electrólisis; como material de fusión se emplea una mezcla de criolita Na<sub>3</sub>AlF<sub>6</sub> o fluoruro de aluminio y sodio.

### **Propiedades:**

El aluminio puro es un metal blanco de plata, muy dúctil, se puede estirar en hilos muy delgados y láminas en hojas muy finas.

El aluminio a pesar de su fuerte carácter electro positivo, es estable al aire y no es atacado por agua hirviendo.

Cristalografía:

Rómbico, bipiramidal. Normalmente en cristales delgados.

Pruebas de identificación:

Con Alizarina

A la Perla de Bórax

6.2.6 GRUPO-IVA: SILICIO, ESTAÑO, PLOMO, FÓSFORO, ARSÉNICO,

ANTIMONIO, BISMUTO.

**NOMBRE: SILICIO** 

Generalidades:

Símbolo: Si

PA: 28.06

Isótopos: Si<sup>26</sup>, Si<sup>29</sup>

Valencia: + IV

La palabra silicio proviene de la denominación latina silex que significa piedra

silícea.

Berzelius en 1810, descubrió este elemento y le dio el nombre de "Kiesel",

que fue desplazado por la denominación de silicio.

El silicio es después del oxígeno, el elemento más abundante en la corteza

terrestre; se presenta en forma de dióxido de silicio o de sales, los silicatos,

se derivan de este óxido o de sus ácidos.

# Preparación:

El silicio metálico se obtiene por reducción del dióxido, a cuyo fin no es adecuado el carbón, porque el silicio que se produce en la reducción se combina con el carbono, dando carburo de silicio, por esta razón, para obtener el silicio puro, se emplean mejor metales ligeros, como magnesio y aluminio.

$$4AI + 3SiO_2 \rightarrow 2AI_2O_3 + 3Si$$

Recientemente se obtiene el silicio industrialmente en hornos eléctricos mediante reducción de dióxido de silicio con carburo de calcio; el calcio formado se evapora y deposita en las partes frías del horno en forma de CaO.

#### **Propiedades:**

El silicio forma octaedros regulares, de color negro y de brillo metálico, u hojitas que tienen un aspecto semejante al del grafito; el silicio es bastante más duro que el grafito, su dureza es de 7.

La red cristalina del silicio es análoga a la del diamante, consta igualmente de dos redes regulares, de las cuales la segunda está desplazada en la dirección de la diagonal de la primera red; la distancia entre dos puntos de la red es en el silicio esencialmente más grande que en el diamante.

Con el agua no reacciona el silicio y con los ácidos lo hace tan pobremente

que puede considerarse casi como inatacable, solamente lo disuelve con

facilidad una mezcla de ácido nítrico y fluorhídrico en caliente.

Cristalografía:

Hexagonal-R, romboédrico. En prismas hexagonales con terminaciones

romboédricas.

Pruebas de identificación:

- Con silicatos

NOMBRE: ESTAÑO

**Generalidades:** 

Símbolo: Sn

PA: 118.70

Isótopos: Sn, Sn<sup>118</sup>, Sn<sup>129</sup>, Sn<sup>117</sup>, Sn<sup>124</sup>

Valencia: + II, + IV

El empleo de minerales de estaño para la preparación de bronces era ya

conocido en los tiempos prehistóricos, después de la conquista de las Galias

por César vino el estaño, al que se le llamaba plumbum cardidum desde

Cornwall hacia Italia.

Sólo mucho más tarde obtuvo el metal la denominación actual, *stannum*, que originalmente se le daba a una aleación de plomo y de la cual procede el símbolo Sn.

#### Preparación:

La preparación del metal se verifica por reducción de la casiterita con carbón:

$$SnO_2 + 2C \rightarrow Sn^\circ + 2CO$$

## **Propiedades:**

El estaño es más noble de lo que era de esperar según su potencial 0.14 volt. A la temperatura ordinaria cristaliza el estaño dando cristales tetragonales. El metal es blando y maleable, se puede laminar, por ser tan delgado como el papel.

Es estable al aire y en el agua, pero se disuelve en ácidos diluidos y en los álcalis con desprendimiento de hidrógeno, porque siempre es algo menos noble que el hidrógeno.

### Cristalografía:

Tetragonal escalenoédrico.

#### Pruebas de identificación:

- Con Dimetilglioxima-Cloruro Férrico
- A la Perla de Bórax

NOMBRE: PLOMO

Generalidades:

Símbolo: Pb

PA: 207.21

Isótopos: Pb<sup>206</sup>, Pb<sup>207</sup>, Pb<sup>204</sup>

Valencia: + II, + IV

El plomo del latín *plumbum* era ya conocido en la antigüedad clásica. Es el

primer elemento en el que se consiguió aislar dos isótopos de peso atómico

distinto, y no realmente mediante separación física de los isótopos, sino

porque en este elemento, aunque muy rara vez, los isótopos se encuentran

sin mezclar en la naturaleza.

Obtención:

El plomo metálico se obtiene, muchas veces, mediante trabajo de tostación y

reacción, que consiste en una tostación parcial de la galena, con la cual se

desprende una parte del dióxido de azufre y otra transforma en sulfato el

óxido producido en la tostación:

 $2PbS + 3O_2 \rightarrow 2PbO + 2SO_2$   $2PbO + 2SO_2 + O_2 \rightarrow 2PbSO_4$ 

PbS + 2PbO  $\rightarrow$  3Pb + SO<sub>2</sub> PbS + PbSO<sub>4</sub>  $\rightarrow$  2Pb° + 2SO<sub>2</sub>

**Propiedades:** 

Posee brillo metálico azul grisáceo, al aire se recubre pronto con una capa de

óxido y entonces parece gris sucio. El plomo es tan blando que se puede

cortar con un cuchillo. Es muy tenaz y se puede extender en placas muy

delgadas y estirar en hilos.

Cristalografía:

Cúbica; hexaquisoctaédrica. La forma más corriente es el cubo.

Pruebas de identificación:

Con Tetrametildiaminodifenilmetano

A la llama

NOMBRE: FÓSFORO

Generalidades:

Símbolo: P

PA: 30.978

Isótopos: P<sup>31</sup>

Valencia: - III, + III, + IV, +V.

El fósforo fue descubierto en el año 1669 por el alquimista Brand, en

Hamburgo, cuando ensayaba a preparar de la orina un líquido que debía

transformar la plata en oro. El fósforo fue obtenido por Brand, que guardó la

receta en el más riguroso secreto y poco más tarde, por el alquimista berlinés

Kunkel en 1678, mediante destilación de una mezcla de residuos de orina

evaporada y arena. El fósforo llamó mucho la atención por la propiedad, a

que debe su nombre, de emitir luz, y se pagó muy caro hasta que Scheele, 1771, tuvo la idea de sustituir las sales de la orina por las cenizas de hueso, que se obtienen con más facilidad.

## Preparación:

La formación de fósforo se verifica según el método empleado ya por Scheele, es decir, por reducción del fosfato cálcico; como reductor se utiliza las más de las veces, carbono y para ligar el calcio se añade dióxido de silicio.

$$Ca_3(P0_4)_2 + 3Si0 \rightarrow 3CaSi0_3 + P_20_3$$
  
 $2P_20_5 + 10C \rightarrow 10C0 + P_4$ 

## **Propiedades:**

Es un no metal, con propiedades luminiscentes. Con sus propiedades alotrópicas se hace fósforo blanco que es muy tóxico. En su forma molecular reacciona violentamente con el agua. Presenta oxidación 3 y 4.

## Cristalografía:

Tetraédrico.

#### Pruebas de identificación:

A la llama

NOMBRE: ARSÉNICO

Generalidades:

Símbolo: As

P.A: 79.91

Isótopos: As<sup>75</sup>

Valencia: - III, + III, + V

El nombre de arsénico se utiliza ya en los escritos griegos. En la antigüedad

clásica era conocido preferentemente en sus combinaciones, pero es de

sospechar que también se conocía en forma de metal, si bien entonces no es

natural, nada se sabía de la relación existente entre el metal y sus

combinaciones.

El arsénico es un elemento escaso en la naturaleza. En el magma se

encuentra en cristalización residual y depósito, principalmente en forma de

pirita arsenical FeAsS y también como hierro arsenical FeAs<sub>2</sub>.

Preparación:

El arsénico metálico puro no se prepara industrialmente en gran escala,

porque no tiene aplicaciones, se obtiene por calentamiento de pirita arsenical

en tubos de arcilla fuera del contacto del aire, de modo que el arsénico

sublima y se recoge en las vasijas dispuestas para ello.

FeAsS = As + FeS

**Propiedades:** 

Sólido gris, de aspecto metálico, pero es quebradizo y, por tanto, puede

pulverizarse fácilmente, muy tóxico; es un mal conductor metálico de la

electricidad.

Cristalografía:

Escalenoédrica ditrigonal. Cristaliza en sistema hexagonal.

Pruebas de identificación:

A la llama

Con Acetato de Uranilo

**NOMBRE: ANTIMONIO** 

**Generalidades:** 

Símbolo: Sb

P.A: 121.76

Isótopos: Sb<sup>121</sup>, Sb<sup>123</sup>

Valencia: - III, + III, + V

El símbolo del antimonio procede de stibium, nombre latino con el que se

designaba al sulfuro de antimonio. El antimonio metálico y las acciones

fisiológicas de sus sales que se preparaban a partir del sulfuro, eran ya

conocidas en la antigüedad clásica.

El antimonio es un elemento calcófilo, proviene de la cristalización residual, hidrotermal del magma, en las que se separó como sulfuro de antimonio de aspecto gris y en forma de cristales prismáticos.

#### Obtención:

Se emplean procesos metalúrgicos, los cuales son:

El colado: donde se toma una parte del sulfuro, se calienta hasta el punto de fusión del Sb<sub>2</sub>S<sub>3</sub>, el cual gotea.

<u>Tostación:</u> Se entiende la oxidación de un sulfuro por el aire.

$$Sb_2S_3 + 50_2 \rightarrow Sb_2O_4 + 3SO_2$$

Reducción: Reducir con el carbón el óxido de antimonio producido en la tostación.

$$Sb_2O_4 + SO_2 + 4C \rightarrow 2Sb + 4CO$$

#### **Propiedades:**

El metal tiene aspecto blanco de plata con algo de reflejos azulados, es quebradizo y puede pulverizarse con el mortero; el antimonio funde al rojo incipiente; es estable a la acción de los ácidos clorhídrico y sulfúrico, y por el nítrico se oxida.

#### Cristalografía:

Escalenoédrica ditrigonal

Pruebas de identificación:

Con Rodamina B

Al soplete

NOMBRE: BISMUTO

Generalidades:

Símbolo: Bi

P.A: 209.00

Isótopos: Bi<sup>209</sup>

Valencia: + III, +V.

El bismuto es conocido desde el principio de la Edad Media. Fue designado

como marcasita (ahora FeS<sub>2</sub>) y confundido con este metal, sólo muy

lentamente se aprendió a diferenciar el metal de otros minerales y de los

elementos antimonio y estaño, que se comportan de modo semejante. Desde

el siglo XVI se le denominó bismuto.

Obtención:

El bismuto está cerca de los metales nobles, y por esto se prepara fácilmente

por reducción con carbono. Para su obtención primero se tuestan los

minerales sulfurados. Después de la reducción con carbón se separa el

bismuto como líquido metálico en el suelo del horno de fusión.

**Propiedades:** 

Metal pesado que cristaliza en grandes cristales semejantes al cubo; tiene un

brillo blanco con algún tono rojizo, y es tan quebradizo que se puede

pulverizar.

Cristalografía:

Escalenoédrica ditrigonal.

Pruebas de identificación:

Al Soplete

Con Yoduro de Potasio

6.2.7 GRUPO - VIA: AZUFRE, SELENIO, TELURIO.

**NOMBRE: AZUFRE** 

**Generalidades:** 

Símbolo: S

P.A: 32.06

Isótopos: S<sup>32</sup>, S<sup>33</sup>

Valencia: - II, + IV, + VI

El azufre es el no-metal conocido desde hace más tiempo, su nombre griego

es ahumar, puesto que el azufre en antiguo se utilizó para fumigar; su

nombre latino es sulfur.

Los alquimistas lo consideraban como el principio de la combustibilidad.

#### Obtención:

El azufre puede obtenerse mediante oxidación de sulfuro de hidrógeno al aire

$$H_2S + \frac{1}{2} O_2 \rightarrow H_2O + S$$

También a partir de la oxidación de los sulfuros por dióxido de carbono:

$$FeS + CO_2 \rightarrow FeO + S + CO$$

## **Propiedades:**

El azufre se presenta en dos variedades cristalinas: azufre rómbico  $S_{\infty}$  y azufre monoclínico  $S_{\beta}$ ; en ambas formas es amarillo brillante, mal conductor de la electricidad y del calor, tiene un olor débil característico. Es insoluble en agua, pero se disuelve en disolventes orgánicos como tolueno, éter y más soluble en sulfuro de carbono.

## Cristalografía:

Piramidal rómbica.

#### Pruebas de identificación:

- Con Nitroprusiato de Sodio
- Con p-dimetilaminoanilina

**NOMBRE: SELENIO** 

Generalidades:

Símbolo: Se

PA: 78.96

Isótopos: Se<sup>80</sup>, Se<sup>76</sup>, Se<sup>82</sup>, Se<sup>77</sup>, Se<sup>74</sup>

Valencia: - II, + IV, + VI

El selenio fue descubierto en 1817 por Berzelius, en los barros de las

cámaras de plomo de una fábrica de ácido sulfúrico y a causa de su

semejanza con el telurio, entonces ya conocido, se le denominó selenio,

derivado del griego luna.

El selenio elemental se presenta en dos variedades: la variedad roja no

metálica y la gris metálica.

El selenio rojo: es mal conductor de corriente eléctrica, se disuelve en

disolventes orgánicos, cristaliza en sistema monoclínico.

El selenio gris: es buen conductor de corriente, estable a altas temperaturas.

Obtención:

Se obtiene fundamentalmente de los lodos de refinación electrolítica del

cobre.

Pruebas de identificación:

Sobre Carbón vegetal

Con Tiourea

**NOMBRE: TELURIO** 

Generalidades:

Símbolo: Te

PA: 127.61

Isótopos: Te<sup>130</sup>, Te<sup>128</sup>, Te<sup>126</sup>, Te<sup>125</sup>, Te<sup>124</sup>, Te<sup>122</sup>, Te<sup>123</sup>, Te<sup>120</sup>

Valencia: - II, + IV, + VI

El nombre de telurio proviene de Tellus = tierra; este nombre fue dado al

elemento por Klaproth, 1798, que lo investigó por primera vez; al principio se

le agrupó entre los metales nobles y sólo más tarde se le reconoció como un

homólogo del azufre.

Obtención:

Se disuelve el telurio mediante la reacción del mineral en ácido sulfúrico

concentrado y se reduce a metal con ácidos sulfurosos.

**Propiedades:** 

El telurio puro es color blanco, insoluble en sulfuro de carbono y otros

disolventes orgánicos, soluble en ácidos sulfúricos concentrado y caliente,

dando disoluciones de color rojo; calentado al aire arde con llama suave de

color azul.

Cristalografía:

Cristal de forma rómbica.

Pruebas de identificación:

Sobre Carbón vegetal

Con Acido Sulfúrico

6.2.8 GRUPO - VIIA: FLÚOR, CLORO, BROMO, YODO.

NOMBRE: FLUOR

Generalidades:

Símbolo: F

PA: 19.0

Isótopos: F<sup>19</sup>

Valencia: - I

El nombre de flúor, viene del latín fluere que significa fluir, proviene de

fluorita, mineral que contiene este elemento y que desde la antigüedad se

usaba en las fábricas metalúrgicas. Aunque eran conocidas exactamente

muchas combinaciones del flúor, sólo en los últimos tiempos se aisló el

elemento; antes fracasaron todas las pruebas para preparar el flúor en forma

pura, porque este elemento es tan agresivo contra todos los materiales que

ofrecían muchas dificultades.

Fue preparado por Moissan 1886, descomponiendo electrolíticamente el

fluoruro de hidrógeno, exento de agua, en el que había disuelto fluoruro ácido

de potasio, para hacerlo conductor en este proceso se desprende flúor en el

ánodo.

**Propiedades:** 

A temperatura ordinaria, es un gas débilmente amarillo verdoso, de olor

picante; con el hidrógeno se combina fuertemente a todas temperaturas.

Cristalografía:

Monoclínico, prismático.

Prueba de identificación:

Con Zirconio-Alizarina

**NOMBRE: CLORO** 

Generalidades:

Símbolo: Cl

PA: 35.457

Isótopos: Cl<sup>35</sup>, Cl<sup>37</sup>

Valencia: - I, + I, + III, +IV, + VII

En tiempos de la teoría del flogisto, se obtenía al ácido clorhídrico por una

combinación oxigenada de un elemento hipotético, murium y se le llamaba

ácido "muriático". En el año 1774 preparó Scheel, por oxidación del ácido

clorhídrico con manganeso, el elemento que hoy llamamos cloro y al que se

denominó, conforme a las ideas de aquel tiempo, ácido clorhídrico desflogesticado. Sólo Davy 1766-1844 reconoció en 1810, que el cloro es un elemento libre, y le dio el nombre actual por el color verdoso del gas.

El cloro, a causa de su agresividad, no existe en la naturaleza en forma libre, salvo en las exhalaciones volcánicas, sino; en estado de cloruros y principalmente de cloruros alcalinos y alcalinotérreos.

#### Preparación:

El cloro se puede obtener por oxidación del ácido clorhídrico o de los cloruros:

$$4HCI + MnO_2 \rightarrow MnCI_2 + 2H_2O + CI_2$$

#### **Propiedades:**

El cloro es un gas que a temperatura ordinaria con una presión de 6 atm., y a 0° con 4 atm. se puede licuar, obteniéndose así un líquido del mismo color que el gas y finalmente, por ulterior enfriamiento, da cristales amarillos.

La molécula gaseosa es diatómica y sólo a muy alta temperatura se descompone en sus átomos. En agua es fácilmente soluble.

Después del flúor, el cloro es el elemento más activo de todos; el cloro húmedo ataca a todos los metales a la temperatura ordinaria y se combina enérgicamente con los semi-metales y la mayor parte de los no metales; reacciona de la manera más enérgica con los metales alcalinos.

La fuerte acción blanqueadora del cloro en presencia de agua se funda en la formación intermedia del ácido hipocloroso, que por la facilidad de

desprender oxígeno en un poderoso oxidante y destruye con rapidez los

colorantes.

Cristalografía:

Cúbico, Hexaquisoctaédrico.

Prueba de identificación:

Con Dicromato de Potasio y Acido Sulfúrico

NOMBRE: BROMO

Generalidades:

Símbolo: Br

PA: 79.916

Isótopos: Br<sup>79</sup>, Br<sup>81</sup>

Valencia: - I, + I, + V

El nombre del bromo fue dado a este elemento por su descubridor, Balard,

que lo preparó en el año 1826 del residuo salino obtenido por evaporación

del agua del mar; el bromo se halla en la naturaleza acompañando al cloro.

Obtención:

Se puede originar de los bromuros por acción del cloro, pues a consecuencia

de su mayor electro afinidad sustrae al ión bromo la carga negativa y pone al

bromo en libertad.

 $2Br^{-} + Cl_2 \rightarrow 2Cl + Br_2$ 

**Propiedades:** 

Es un líquido de color rojo intenso, que a consecuencia de su gran tensión de

vapor emite vapores pardo rojizo; tiene olor más fuerte que el cloro; si se

respira algunas horas, es nocivo para la salud; por enfriamiento solidifica en

cristales de brillo metálico pardo rojizos. El bromo líquido corroe la piel y

produce heridas profundas.

Prueba de identificación:

Con Fluoresceína

**NOMBRE: YODO** 

**Generalidades:** 

Símbolo: I

P.A: 126.92

Isótopos: I<sup>127</sup>

Valencia: - I, + I, + III, + V, + VII

El yodo fue descubierto en el año 1811 por Courtois en las cenizas de algas

marinas, que entonces se usaban en la fabricación de sosa y que en Escocia

se llamaba "Kelp" y en Normandía "Barek"; calentando estas cenizas se

desprendía yodo en forma de vapor violeta.

El yodo se encuentra en la naturaleza acompañado al cloro y bromo, pero

casi siempre en pequeñas concentraciones.

#### Obtención:

El yodo se origina de los yoduros por acción del cloro, pues la electro afinidad de aquél es todavía menor que la del bromo:

$$2KI + Cl_2 \rightarrow 2KCI + l_2$$

Se puede usar el bromo en lugar del cloro; también se forma yodo en la reducción de yodatos, por ejemplo: por dióxido de azufre:

$$2KIO_3 + 5SO_2 + 4H_2O \rightarrow K_2SO_4 + 4H_2SO_4 + I_2$$

#### **Propiedades:**

Forma cristales de color violeta fuerte, casi negro grisáceo, con gran brillo metálico y que a temperatura ordinaria posee una considerable tensión de vapor; por esto se observa en la parte superior de los frascos que contienen yodo, un depósito violeta que proviene del yodo sublimado.

El yodo sólido, tiene un olor característico; en el punto de fusión tiene una tensión de vapor tan fuerte, que del líquido de color violeta oscuro parten vapores violeta intenso.

#### Prueba de identificación:

Con Solución de Almidón

6.2.9 GRUPO - IVB: TITANIO.

**NOMBRE: TITANIO** 

Generalidades:

Símbolo: Ti

PA: 47.90

Isótopos: Ti<sup>45</sup>, Ti<sup>46</sup>, Ti<sup>47</sup>, Ti<sup>50</sup>, Ti<sup>49</sup>

Valencia: + III, + IV

En el año 1795 el químico berlinés Klaproth reconoció el rutilo como una

combinación de este elemento y le dio el nombre mitológico. La preparación

del metal puro fue realizada treinta años más tarde por Berzelius, reduciendo

el fluoruro de titanio y potasio con potasio metálico.

Obtención:

La preparación del metal ofrece dificultades, porque en la reducción del óxido

de carbón se obtiene carburo, y en presencia de aire, nitruro.

Para la preparación del metal puro se usa la electrólisis de sustancias

fundidas o la reducción de cloruro de titanio TiCl<sub>4</sub>; en este último caso se usa,

a propuesta de Wôehler, el sodio metálico o hidrógeno, se obtiene un polvo

negro aparentemente amorfo, que fundido da un régulo metálico gris.

**Propiedades:** 

El metal puro tiene dureza de acero y es forjable, posee conductividad

metálica.

Cristalografía:

Tetragonal; Bipiramidal ditetragonal. Cristales prismáticos con terminaciones

bipiramidales; son frecuentemente aciculares delgados.

Pruebas de identificación:

A la Perla de Bórax

Con Pirocatequina

6.2.10 GRUPO - VB: VANADIO.

**NOMBRE: VANADIO** 

Generalidades:

Símbolo: V

PA: 50.95

Isótopos: V<sup>54</sup>

Valencia: + II, + III, + IV, +V

De los elementos de este grupo, el vanadio es el más abundante; está muy

repartido, aunque casi siempre sólo en pequeñas concentraciones; se

encuentra en los minerales de hierro ricos en titanio y se puede comprobar

en muchos suelos laborales; en las cenizas de muchas plantas, por ejemplo la remolacha azucarera, los residuos del vino, el haya y la encina contienen siempre vestigios de vanadio; a concentraciones superiores se encuentra en los jugos de ciertos animales marinos del género holoturia; por esto no es de extrañar que se le encuentre en algunas clases de petróleo, en cantidades no despreciables; fue descubierto en el año de 1830 en el laboratorio de Berzelius analizando minerales de hierro sueco; su nombre procede de *Vanadis*, un apodo de la diosa nórdica Freya.

## Preparación:

La preparación del metal se verifica, a partir del óxido por el procedimiento de las termitas o a partir del fluoruro, por reducción con sodio.

#### **Propiedades:**

El metal es muy duro, quebradizo y de color gris de acero. El vanadio puro, así como los otros metales de su grupo en forma muy pura es fusible; el punto de fusión aumenta mucho cuando el metal contiene carbono u oxígeno; el vanadio es muy estable al aire y sólo lentamente atacado por los ácidos.

## Cristalografía:

Rómbica. Muy raros los cristales microscópicos imperfectos aplastados.

Generalmente como polvo o agregados poco coherentes o sueltos;

diseminados.

Pruebas de identificación:

A la Perla de Bórax

Con Cloruro Férrico y Dimetilglioxima

6.2.11 GRUPO - IIB: ZINC, CADMIO, MERCURIO.

NOMBRE: ZINC

Generalidades:

Símbolo: Zn

P. A: 65.38

Isótopos: Zn<sup>64</sup>, Zn<sup>65</sup>, Zn<sup>66</sup>, Zn<sup>67</sup>, Zn<sup>70</sup>

Valencia: +II

El cinc era conocido ya en la antigüedad clásica como el componente que

aclara el color rojo del cobre en el latón; fue entonces denominado cadmio.

Su preparación técnica, sin embargo, no fue conocida hasta la primera mitad

del siglo XVIII.

Los yacimientos de cinc más importantes de la tierra se encuentran en el

límite de Missouri y Kanzas (USA) y en Broken Hill, Australia.

Obtención:

Las blendas primeramente se tuestan, y la masa tostada se calienta con

carbón en hornos de mufla a la temperatura de reducción. En lugares

enfriados se acumula el metal líquido, a consecuencia del rápido enfriamiento

se origina también una pequeña cantidad de polvo de zinc, que se deposita

en las paredes de la retorta. El metal contiene alrededor de 90% de cinc, el resto es óxido de cinc que envuelve las pequeñas partículas de metal.

#### **Propiedades:**

El cinc es un metal blanco brillante y a temperatura ordinaria, quebradizo; es esencialmente menos noble que el hierro y por esto se disuelve fácilmente en todos los ácidos con desprendimiento de hidrógeno; incluso en los álcalis se disuelve desprendiendo hidrógeno.

El cinc actúa en sus combinaciones únicamente como divalente; además de sus sales.

## Aplicación:

El metal puro se emplea en el laboratorio para la producción de hidrógeno y como reductor; en la industria, para la preparación de mercancías metálicas baratas, en el cincado de láminas de hierro y como adición para aleaciones; de las aleaciones de cinc la más importante, es el latón.

#### Cristalografía:

Hexagonal; piramidal dihexagonal. Los cristales son poco corrientes y terminan en uno de sus extremos por caras de una pirámide escarpada.

#### Pruebas de identificación:

- A la llama
- Con Mercuritiocianato-Acetato de Cobalto

NOMBRE: CADMIO

Generalidades:

Símbolo: Cd

PA: 112.41

Isótopos: Cd<sup>114</sup>, Cd<sup>113</sup>, Cd<sup>110</sup>, Cd<sup>111</sup>, Cd<sup>112</sup>, Cd<sup>113</sup>, Cd<sup>116</sup>, Cd<sup>106</sup>, Cd<sup>108</sup>

Valencia: +II

El cadmio fue descubierto hasta 1817 por Stromeyer. Es un compañero

permanente del cinc y ha tomado su nombre de cadmia, la denominación de

cinc en la antigüedad clásica. Casi todos los minerales de cinc tienen cadmio,

pero lo contienen sólo en cantidades tan pequeñas que las más de las veces,

viene a ser de 0.2 – 0.4%, pertenece a los elementos más escasos.

Obtención:

El cadmio, por ser más fácilmente reducible y más volátil que el cinc, pasa,

en la preparación de este metal, con las primeras cantidades de polvo de

cinc y, por tanto, queda enriquecido en estas fracciones.

Para la preparación del metal puro se mezcla el polvo de cinc, de contenido

más fuerte en cadmio con carbón y se destila la masa al rojo oscuro, a cuya

temperatura el cinc ni se reduce ni es volátil.

**Propiedades:** 

El cadmio como el zinc es un metal blanco, pero alrededor de 0.36 voltios

más noble, mucho más volátil, más blando y menos quebradizo que el zinc.

La amalgama de cadmio solidifica rápido, por esa razón se emplea para

empaste de dientes.

Cristalografía:

Hexagonal, dihexagonal piramidal. Los cristales son raros y pequeños, con

caras de prismas.

Pruebas de identificación:

Al soplete

- Con Difenilcarbazida o Dinitrodifenilcarbazida

**NOMBRE: MERCURIO** 

Generalidades:

Símbolo: Hg

PA: 200.61

Isótopos:  $Hg^{202}$ ,  $Hg^{200}$ ,  $Hg^{202}$ ,  $Hg^{301}$ ,  $Hg^{108}$ ,  $Hg^{204}$ ,  $Hg^{202}$ ,  $Hg^{303}$ 

Valencia: + I, + II

El nombre latino hidrargyrium se deriva del griego agua y plata; el segundo

nombre latino, mercurium, esta relación con los principios de la nomenclatura

química.

Obtención:

La obtención del metal se verifica por tostación oxidante del cinabrio, y el

vapor de mercurio que se origina se condensa en cámaras adecuadas.

También se mezcla algunas veces el cinabrio con limaduras de hierro y se

calienta la mezcla fuera del contacto del aire; así se queda el sulfuro de

hierro y destila el mercurio (trabajo de precipitación).

**Propiedades:** 

Unico metal líquido a temperatura ordinario, tiene una pequeña conductividad

eléctrica para metal, es denso, móvil.

Pruebas de identificación:

Sobre Carbón vegetal

Con Difenilcarbazida

6.2.12 GRUPO - VIB: CROMO, MOLIBDENO.

**NOMBRE: CROMO** 

Generalidades:

Símbolo: Cr

PA: 52.01

Isótopos: Cr<sup>52</sup>, Cr<sup>53</sup>, Cr<sup>50</sup>, Cr<sup>54</sup>

Valencia: + II, + III, + VI

Las sales de este elemento fueron separadas en el año 1797 por Vauquelin, de las sales de plomo, en las que se ponen de manifiesto por su coloración de donde procede también su nombre.

Casi todo el cromo de la corteza terrestre se separó en la cristalización primera del magma en forma de cromita o hierro cromado Cr<sub>2</sub>[FeO<sub>4</sub>], y se encuentra casi siempre en cristales finísimos de la estructura de la espínela en rocas muy básicas.

#### Obtención:

La preparación del cromo metálico, por reducción del óxido con carbón, no se consigue bien porque se forman carburos de cromo de distinta composición.

## **Propiedades:**

Es brillante, muy duro y cuando es suficientemente puro se forja fácilmente; a la temperatura ordinaria no se oxida al aire ni debajo del agua, el metal compacto apenas se utiliza.

#### Cristalografía:

Octaedros y rombododecaedros.

#### Pruebas de identificación:

- Al soplete
- A la Perla de Bórax
- Con Difenilcarbazida

**NOMBRE: MOLIBDENO** 

Generalidades:

Símbolo: Mo

P.A: 95.95

Isótopos: Mo<sup>98</sup>, Mo<sup>96</sup>, Mo<sup>95</sup>, Mo<sup>97</sup>, Mo<sup>100</sup>, Mo<sup>97</sup>

Valencia: + II, + III, + IV, + V, + VI.

El molibdeno en los tiempos anteriores fue siempre confundido con el plomo.

La diferencia entre ambos elementos fue reconocida en 1778 por Sheele, el

cuál dio al molibdeno su nombre procedente de la denominación griega del

plomo; pero sólo Berzelius investigó con detalle el metal y sus

combinaciones.

El molibdeno es un elemento típicamente calcófilo; más del 90% de

molibdeno se presente en forma de molibdenita MoS<sub>2</sub>, se puede suponer, por

tanto, que en la capa de sulfuros se encuentra más abundante. En la litósfera

fue expresamente en la cristalización residual; se encuentra casi siempre en

nidos muy pequeños en granitos y en forma explotable en gangas pigmáticas

de tales rocas. Para la obtención técnica del elemento, deben considerarse

principalmente los yacimientos de molibdenita de los Estados Unidos y

Noruega.

Preparación:

Se prepara mediante reducción de su trióxido con carbón o de uno de sus

cloruros con hidrógeno al rojo, o también según el método de las termitas.

**Propiedades:** 

Es un metal difícilmente fusible, duro y de color blanco de plata. Por ácidos y

álcalis es solamente atacado con dificultad; sin embargo, se disuelve en

nitrito sódico fundido como MoO<sub>3</sub>. En corriente de oxígeno arde, produciendo

trióxido.

Cristalografía:

Cristales en placas hexagonales o prismáticas ligeramente cónicos cortos.

Pruebas de identificación:

Al soplete

Con Fenilhidrazina

6.2.13 GRUPO - VIIB: MANGANESO.

NOMBRE: MANGANESO

Generalidades:

Símbolo: Mn

P. A: 54.93

Isótopos: Mn<sup>55</sup>

Valencia: + II, + III, + IV, + VI, + VII

Las combinaciones de manganeso eran ya conocidos de los romanos, que

las utilizaron en la preparación del vidrio. Como los minerales, el manganeso

que contiene hierro, son fuertemente paramagnéticos, se les denominó en la

antigüedad (deducido de magnético); después el nombre de magnesia se transformó en manganeso. En la edad media, la manganesa se llamó magnesia negra, para diferenciarla de la magnesia alba o magnesia propiamente dicha; de aquí derivan los nombres de magnesio y manganeso; el último fue introducido en 1808 por Klaproth; así pues procede también el nombre de ese elemento, como el del magnesio, de las propiedades del hierro.

El manganeso es un elemento calcófilo y, conforme con esto, se encuentra enriquecido en la capa de óxidos y sulfuros.

Los yacimientos propios de manganeso se han formado porque en la disgregación por la intemperie de las rocas silicatadas fueron disueltos manganeso y hierro y de las disoluciones de estos elementos se precipitó el manganeso, en parte en forma de carbonato y en parte como dióxido.

Los yacimientos más importantes del mundo son los de las costas oriente del Mar Negro, los índicos, brasileños y africanos.

## Preparación:

El manganeso metálico no se puede obtener como el hierro, vecino del sistema periódico y con el que tiene mucha semejanza, por reducción con carbón, pues por este camino se llega solamente a preparar carburos; tampoco la reducción de los óxidos en corriente de hidrógeno conduce al metal; prácticamente, pues, no hay otro método que el aluminotérmico.

$$3Mn_3O_4 + 8AI \rightarrow 9Mn^0 + 4AI_2O_3$$

# **Propiedades:**

Es de color gris de acero, frecuentemente cubierto de colores de recocido, muy duro y tan quebradizo que se puede pulverizar con el mortero, es menos noble que el hierro, se descompone en agua con desprendimiento de hidrógeno y los ácidos le atacan con facilidad; calentado al aire se oxida a  $Mn_3O_4$ .

# Cristalografía:

Hexagonal. Raras veces en cristales con el romboedro fundamental.

#### Prueba de identificación:

Con Persulfato de Amonio.



## 7.0: PRINCIPIOS Y TÉCNICAS BASICAS DEL ANÁLISIS CUALITATIVO.

#### 7.1 ORGANIZACIÓN DEL TRABAJO EN EL LABORATORIO.

Para iniciar el análisis de una muestra en el laboratorio, lo primero que se hará es organizar el tiempo y revisar el espacio disponible en el laboratorio. Luego que se ha asignado el espacio, comprobar su espacio, los aparatos,

cristalería es decir todo lo que se utilizará para la investigación.

El tercer paso a seguir es la preparación de reactivos, los cuales tienen que poseer etiqueta, con las formulas, el nombre y la concentración del reactivo. Cuando el reactivo es afectado por la luz como por ejemplo AgNO<sub>3</sub>, KMnO<sub>4</sub>; estos tienen que envasarse en frascos de color ámbar.

Al almacenar o guardar los frascos con reactivo, colocarlos de forma sistemática y si es posible en orden alfabético guardando espacio entre ellos. Los reactivos más utilizados se colocaran al frente.

Se debe tener cuidado de colocar las soluciones de amoniaco separados del ácido nítrico y ácido clorhídrico, porque el amoniaco y los ácidos fumantes al combinarse dan depósitos de sales de amoníaco en la boca de los frascos y sus alrededores.

# 7.2 CONSIDERACIONES GENERALES PARA EL ANÁLISIS CUALITATIVO SEMIMICRO<sup>4,17</sup>.

<u>Muestreo:</u> para el análisis de un material es necesario que la muestra sea representativa de todos los componentes que hay en el material a analizar.

Para ello tenemos que tomar en cuenta:

- Si es una solución, es necesario que esté bien mezclada antes que la muestra sea removida o tomada.
- 2. Si la muestra posee materia suspendida, agitar vigorosamente y tomar la muestra antes de que los sólidos se vuelvan a sedimentar.

<u>Disolución de la muestra</u>: esta parte es muy importante, para el estudio ya que de ello dependen en gran parte los resultados del análisis,

La disolución de la muestra debe de llevarse a cabo con un disolvente capaz de solubilizar todos los componentes de la muestra, es decir que debe de ser para todos los elementos que constituyen la muestra y no para unos pocos. El ensayo de solubilidad se realiza con una pequeña cantidad de muestra en el disolvente,

El solvente más comúnmente utilizado es el agua; porque se considera el solvente universal por excelencia, y es este con el que la muestra se trata primero. Se ensaya en frío, luego en caliente, a la temperatura de baño maría a temperatura de ebullición, utilizando tubos de ensayos. Con otros

disolventes, se ensaya solo en caso que la sustancia no se disuelvan completamente en agua.

Pero además hay que tomar en cuenta que para la elección del disolvente es importante:

- Que el solvente escogido disuelva completamente a todos los componentes de la muestra.
- 2. Que el período de disolución se lleve a cabo en un tiempo razonable.
- La composición química de la muestra no tiene que ser afectada por el disolvente.
- 4. El disolvente no tiene que producir interferencia en los pasos siguientes del análisis.

# Métodos generales para la disolución de una muestra<sup>17</sup>.

- Tratamiento con ácidos.
- Tratamiento con fundente.

El tratamiento con ácidos pueden realizarse:

#### Ácidos no Oxidantes:

- a) Ácido Clorhídrico concentrado el cual es un reductor suave.
  - Disuelve todos los metales, sales de ácidos débiles como los carbonatos de calcio y bario, a la vez que la mayor parte de óxidos.
  - Disuelve lentamente al níquel, plomo, cobalto y cadmio.
  - No disuelve arsénico, antimonio, bismuto, cobre, mercurio y plata.

- b) Ácido Sulfúrico se utiliza diluido y en frío, es un disolvente y un deshidratante.
  - Disuelve a todos los metales comunes.
  - No disuelve al plomo, antimonio, bismuto, arsénico, cobre y mercurio.

### Ácidos Oxidantes.

 a) Acido Sulfúrico H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>: El cual es un oxidante y deshidratante, el cual tiene que usarse concentrado y en caliente (la disolución se realiza utilizando un baño maría.)

Este disuelve todos los metales comunes.

- b) Acido Nítrico HNO<sub>3</sub>: Se clasifica como un oxidante fuerte.
- Disuelve la mayor parte de metales y sulfuros metálicos como el sulfuro de cobre y sulfuro de mercurio.
- Disuelve lentamente aluminio y cobre formando películas delgadas de óxido, es el mejor disolvente de cobre.
- Forma productos insolubles con estaño produciendo ácido meta estánnico.
- c) Acido Perclórico HClO<sub>4</sub>: oxida y deshidrata todo los metales se utiliza concentrado y en caliente.

NOTA: el HClO<sub>4</sub> se deja como última acción de disolvente para la muestra ya que reacciona con violencia explosiva con sustancias fácilmente oxidables.

d) Agua Regia: la cual se compone o forma de HNO<sub>3</sub> – HCL en relación 1:3.
Este disolvente disuelve fácilmente acero, sulfuros insolubles como por ejemplo: sulfuro de mercurio y metales inactivos como oro y platino.

### Tratamiento con fundentes:

Puede realizarse cuando no es posible disolver la muestra en ácidos.

La fusión consiste en mezclar la muestra con más o menos de  $10_g - 20_g$  del fundente, calentar esta mezcla a altas temperaturas hasta que el resultado sea transparente y homogéneo. Luego disolver esta mezcla en agua destilada y calentar por encima del punto de fusión.

La fusión es útil para minerales, rocas de silicatos y carbonatos no atacables con ácido clorhídrico.

Si la muestra que se va a trabajar es un ácido se trata con un fundente alcalino; pero si fuese alcalina se trabaja con un fundente ácido.

### Fundentes alcalinos: Para óxidos ácidos insolubles.

- Carbonato de Sodio Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, este es uno de los más utilizados, el cual convierte los óxidos como el óxido de silicio, en sales de sodio.
- Hidróxido de Sodio e Hidróxido de Potasio NaOH y KOH, se usan en la fusión de óxidos de antimonio, estaño, zinc y plata es decir óxidos ácidos.

Fundentes ácidos: Para óxidos alcalinos o básicos insolubles.

 Disulfato de Potasio (K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>7</sub>) al ser calentado libera SO<sub>3</sub> y es este el que transforma los óxidos básicos como el óxido férrico en sulfatos solubles.
 También disuelven óxidos de cobalto, níquel, cromo y titanio.

### Medición de cantidades:

Al realizar un análisis semimicro cualitativo, la cantidad de muestra a utilizar es muy pequeña.

La cantidad de una solución es medida en gotas o mililitros. Una gota es 0.05 mililitros de esta forma se deduce que un mililitro son 20 gotas. Entonces requiere que el orificio o diámetro de los goteros sean de igual tamaño. Aunque el volumen de la gota varia no solo por el tamaño del gotero sino por la naturaleza del reactivo; pero por lo general esta variación es ignorada.

Al trabajar con sólidos lo correcto es realizar una medición con una balanza analítica.

### Adición de reactivos:

Es importante que los reactivos se preserven de contaminarse.

- Los goteros de los botes de los reactivos deberán mantenerse en el frasco que les corresponde y no transferirlos de un frasco a otro; ya que una contaminación cruzada afectaría de manera drástica los resultados del análisis.
- La viñeta deberá contener el nombre del reactivo, la formula,
   concentración y la fecha en que fue elaborado.

# Escala de operación <sup>2,4</sup>.

Según la cantidad de sustancia que se emplee para el análisis, se distingue:

- El macroanálisis (en el cual de emplea hasta 1 g de sustancia sólida o hasta 50 ml de solución);
- El semimicroanálisis (hasta 0.1 g ó 5 ml de solución);
- El microanálisis (hasta 10 mg ó 0.5 ml de solución).

El procedimiento general es prácticamente el mismo para los tres tipos: las reacciones de reconocimiento son fundamentalmente las mismas para el macro y el semimicro, mientras que para el micro se recurre a aparatos y a reacciones especiales. La concentración de la sustancia en solución también es la misma para los tres tipos y sólo varía la cantidad de sustancia empleada.

# Preparación de la sustancia para el análisis <sup>2,4,17</sup>.

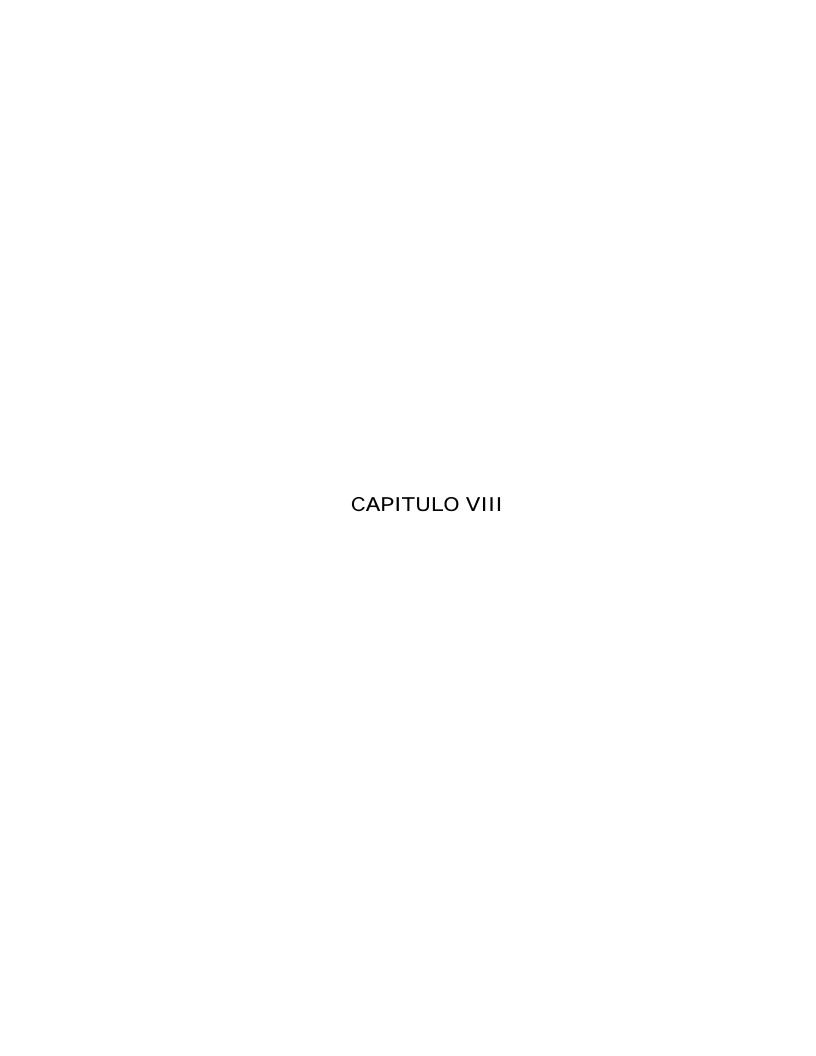
Si la sustancia que se analizan es sólida, puede estar ya pulverizada; en este caso se debe mezclar cuidadosamente para tener una muestra lo más homogénea posible. Si por el contrario, la sustancia se encuentra es fragmentos muy gruesos (minerales, etc.), se deben primero triturar y pulverizar finamente en un mortero y cerciorarse también en este caso de que sea homogénea.

Antes de reducir la sustancia a polvo finísimo, puede ser muy útil un examen organoléptico: se examinan las características físicas más aparentes, el aspecto, el color, el olor, además, se examinan la granulosidad, el aspecto

cristalino, eventualmente con la ayuda de una lente; se aprecia aproximadamente el peso específico, etc.

La muestra por analizar, finamente pulverizada, se divide en cuatro porciones, que se emplean de la manera siguiente:

- una porción (0.3 0.4 g) sirve para los ensayos preliminares;
- una segunda (0.1 0.2 g) para la investigación de cationes ;
- una tercera (0.2 0.3 g) para el análisis de los aniones;
- el resto se reserva para análisis subsidiarios, reacciones específicas, controles, etc.



# 8.0: INSTRUMENTOS Y METODOS DE ENSAYO 7,18.

# 8.1 GENERALIDADES SOBRE LA LLAMA NO LUMINOSA DEL MECHERO BUNSEN.

Para comprender las operaciones implicadas en los ensayos de coloración de la llama y los diversos ensayos con la perla es necesario poseer ciertos conocimientos de la llama no luminosa de Bunsen.

La llama no luminosa de Bunsen se compone de tres partes:

- Un cono interno azul, constituido en su mayor parte de gas no quemado
   ADB.
- II. Una punta luminosa, que es solamente visible cuando las aberturas para el aire están casi cerradas. D.
- III. Una parte externa en la que se produce la combustión completa del gas ACBDA.

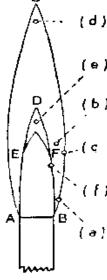


FIGURA N° 2 Partes principales de la llama

La temperatura más baja se encuentra en la base de la llama (a), la cual se emplea para ensayar sustancias volátiles con el fin de investigar si colorean a la llama. La parte más caliente de la llama es la zona de fusión (b), la que se encuentra a una tercera parte de la altura de la llama y aproximadamente equidistante de los límites interior y exterior de la zona externa; se le emplea para ensayar la fusibilidad de las sustancias y, también, con (a), para ensayar la volatilidad relativa de sustancias o mezclas.

La zona oxidante inferior (c), situada sobre el borde externo (b) la cuál se emplea para la oxidación de sustancias disueltas en las perlas de bórax y carbonato de sodio.

La zona oxidante superior (d) es el extremo no luminoso de la llama; en la cual hay presente un gran exceso de oxigeno y la llama no es tan caliente como (c). Se usa cuando no se requiere oxidar a temperaturas muy altas.

La zona reductora superior (e) esta en el extremo de la zona azul interna, y es rica en carbón incandescente; es útil para reducir las incrustaciones de óxidos a metal.

La zona reductora inferior (f) la cual esta situada en el límite inferior de la zona próxima al cono azul y es donde los gases reductores se mezclan con el oxigeno del aire; esta zona es de menor poder reductor que (e), y se emplea para la reducción de perlas fundidas de bórax o similares.

# 8.2 ENSAYOS A LA LLAMA<sup>2,4,7,18</sup>.

Ciertos elementos pueden volatilizarse cuando los minerales que lo contienen son calentados intensamente, y dan así color característico a la llama. La identificación así hecha es más confiable cuando se introduce el mineral en la llama sobre un alambre de platino, que al sostenerlo sobre la llama con pinzas. Algunos minerales contienen elementos que normalmente dan coloración a la llama, pero no la muestran, debido a la naturaleza no volátil de la combinación química, hasta que son desintegrados mediante un ácido o un fundente. El color de la llama queda enmascarado por la presencia de la coloración amarilla de la llama de sodio, por lo que se observa la llama a través de un filtro azul, que absorberá completamente la llama amarilla del sodio, y permitirá observar los colores característicos de la llama de otros elementos.

### **TECNICA:**

- Se emplea un alambre delgado de platino (de unos 5 cm. de largo, fijado en el extremo de un tubo o varilla de vidrio que sirve de soporte); el cual se limpia con ácido clorhídrico concentrado, y se calienta en la zona de fusión de la llama de Bunsen; el alambre esta limpio cuando no imparte color a la llama.
- Se introduce el alambre en ácido clorhídrico concentrado, después se toca la sustancia a analizar de modo que se adhiera al alambre una pequeña cantidad.

 Se coloca inmediatamente en la llama oxidante inferior, y se observa el color que imparte a la llama.

Las sustancias menos volátiles se calientan en la zona de fusión; de este modo se aprovecha la diferencia de volatilidad para distinguir los componentes de una mezcla.

Cuadro N° 2 Coloraciones de la llama <sup>7</sup>.

Elementos   Color de la Ilama   Observaciones			
Licinciitos	Oolor de la lialita		
Estroncio Sr	Carmesí	Los minerales de estroncio que dan color de llama, dan también residuos alcalinos después de haber sido calentados.	
Litio Li	Carmesí	Los minerales de litio que dan color de llama no dejan residuo alcalino después de haber sido calentados. (Diferencia del estroncio)	
Calcio Ca	Anaranjado	En la mayoría de los casos solamente se obtendrá una llama de calcio clara después de haber sido humedecida la muestra con HCI.	
Sodio Na	Amarillo intenso.	Una reacción muy delicada. La llama debe ser muy fuerte y persistente para indicar la presencia del sodio como constituyente esencial en el mineral.	
Bario Ba	Verde amarillento	Los minerales que dan la llama del bario dejan también residuos alcalinos después de su calcinación.	
Molibdeno Mo	Verde amarillento	Obtenido del oxido o sulfuro de molibdeno.	
Boro B	Verde amarillento	Los minerales que dan la llama del boro, rara vez dejan residuos alcalinos una vez calcinados. Muchos minerales de boro darán una llama verde sola si han sido desintegrados por el ácido sulfúrico o el fundente de boro.	

# Continuación del Cuadro Nº 2

Elementos	Color de la llama	Observaciones
Cobre	Verde esmeralda	Obtenido del óxido de cobre.
Cu	Azul marino	Se obtiene del cloruro de cobre. Cualquier mineral de cobre dará la llama de cloruro de cobre después de haber sido humedecido con ácido clorhídrico.
Cloro Cl	Azul marino (llama del cloruro de cobre)	Si un mineral que contiene cloro se mezcla con óxido de cobre y se introduce en la llama, se obtendrá la llama del cloruro de cobre.
Fósforo P	Verde azulado	Un mineral de fósforo puede no dar color de la llama hasta que no haya sido humedecido con ácido sulfúrico. No es una prueba decisiva.
Zinc Zn	Verde azulado	Aparecen normalmente como chispas brillantes en la llama.
Antimonio Sb	Verde pálido	La llama se observa mejor cuando el mineral ha sido fundido sobre carbón vegetal. El color surge alrededor de la muestra.
Plomo Pb	Azul marino pálido	Puede observarse la llama alrededor de la muestra cuando se funde un mineral de plomo en carbón vegetal.
Potasio K	Violeta	Puede que sea necesario descomponer el mineral con yeso como fundente, SO <sub>4</sub> Ca. 2H <sub>2</sub> O, para obtener el olor de la llama.

# 8.3 ENSAYOS AL SOPLETE $^{2,4,7,9,18}$ .

Estos ensayos han sido el procedimiento mineralógico seguido desde mediados del siglo diecinueve.

Muchos de los ensayos químicos que se hacen con los minerales se llevan a cabo rápidamente y fácilmente por medio de un instrumento conocido con el nombre de soplete.

El soplete corriente esta formado esencialmente por un tubo cónico que termina en una pequeña abertura a través de la cual el aire sale en forma de un chorro potente y delgado. Cuando esta corriente de aire se dirige hace una llama muy caliente.

#### TECNICA:

- Producir una llama reductora colocando el pico del soplete un poco fuera de la llama y se sopla con suavidad para que el cono interno sea el que actúe sobre la sustancia en examen.
- Obtener una llama oxidante manteniendo el pico del soplete a un tercio dentro de la llama y soplando algo más fuerte en dirección paralela al borde del pico del mechero; la punta externa de la llama es la que deba actuar sobre la sustancia.
- La punta del soplete debe ser colocada en el interior de una llama, rica en carbón, de una vela o de gas del alumbrado ordinario. El método más recomendable de producir una llama para soplete es emplear gas del alumbrado en un mechero Bunsen, en el cual se ha colocado un tubo interior, de forma que obstruya el aporte de aire en la base del mechero y de este modo produzca una llama luminosa. El extremo final de este tubo está aplastado y cortado en ángulo, como indica la figura N° 3



FIGURA N° 3 Llama producida por soplete

 La llama del soplete resultante no será luminosa, y es estrecha, apuntada y bien delimitada. Es muy importante estar en condiciones de saber mantener un chorro continuo de aire en el soplete durante un tiempo considerable.

Una buena llama de soplete puede alcanzar una temperatura de 1500°C, y varía según el tipo de gas que se emplea y de la mezcla de gas y aire.

# 8.4 ENSAYOS SOBRE CARBÓN VEGETAL 4,7,9,18.

Se emplean gran número de ensayos con el soplete, pequeños bloques de carbón de unos 10 cm. de longitud, 3 cm. de anchura y 1 cm. de espesor.



FIGURA N° 4. Bloque de carbón utilizado para los ensayos.

El carbón vegetal debe ser de grano fino y uniforme. No ha de ser tan blando que se deshaga fácilmente entre los dedos, ni tan duro que no pueda cortarse con facilidad y raspado con un cuchillo.

El carbón vegetal se emplea como soporte sobre el cual se efectúan varias reacciones. Por ejemplo algunos metales, pueden obtenerse por reducción de sus minerales por medio de la llama del soplete, si se efectúa el experimento sobre el carbón vegetal. Uno de los usos más importantes del bloque de carbón de vegetal es la obtención sobre su superficie de aureolas de óxido características. En algunos casos se obtienen aureolas más características cuando a la muestra se le han añadido algunos reactivos químicos. El reactivo más importante es el llamado yoduro y fúndente de bismuto que es una mezcla de yoduro potásico y azufre, obteniéndose aureolas de colores de los yoduros respectivos.

### **TÉCNICA:**

- En un bloque de carbón tamaño regular, realizar los orificios no muy grandes ni muy profundos.
- En el orificio colocar la muestra en análisis a la cual si es necesario se le adicionará algún reactivo específico.
- Luego, acercar la llama al orificio donde se producirán aureolas o glóbulos de colores característicos para cada uno de los metales analizados.

Cuadro N° 3. Glóbulos metálicos sobre carbón vegetal 7

Elemento	Color y carácter del glóbulo	Observaciones
Oro Au.	Amarillo, blando, sin pátina; permanece brillante.	El oro puede ser fácilmente reducido en los telururos de oro sin fundente.
Plata Ag.	Blanca, blanda, sin pátina; permanece brillante.	Normalmente es necesario emplear mezclas reductoras. Para distinguirlo de otros glóbulos, disuélvase en ácido nítrico, añádase ácido clorhídrico para obtener precipitado blanco de cloruro de plata.
Estaño Sn.	Blanco; pierde el brillo al enfriarse. Pátina blanca de óxido.	Los glóbulos se forman con dificultad aun con mezcla reductora. El glóbulo metálico se oxida en ácido nítrico y pasa al hidróxido blanco.
Cobre Cu.	Rojo, blando; cuando se enfría, en su superficie es negro; difícil de fundir.	Los minerales de cobre deben ser tostados para extraerles el azufre, arsénico y antimonio, antes de mezclarlo con mezcla reductora.
Plomo Pb.	Gris, blando, fusible; brillante en la llama reductora; tornasolado en la llama oxigenada	El carbón vegetal incandescente reducirá el plomo. Para distinguirlo de otros glóbulos, disuélvase en ácido nítrico, y de la solución clara precipítese el sulfato de plomo añadiendo ácido sulfúrico.

Cuadro N° 4. Aureolas en carbón vegetal 7

Elemento	Composición de la aureola	Color y carácter de la aureola en carbón vegetal	Observaciones
Arsénico As	Oxido de arsénico. As <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Blanco y volátil, depositándose a alguna distancia de la muestra.	Normalmente acompañado por olor a ajos.
Antimonio Sb	Oxido de antimonio. Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Sb <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	Blanco y volátil, depositándose cerca de la muestra.	Menos volátil que el óxido arsénico.
Selenio Se	Oxido de selenio. SeO <sub>2</sub>	Blanco, volátil, de color rojo en el exterior; gris cerca de la muestra.	La aureola atacada por llama de reducción colorea la llama azul.

# Continuación del Cuadro Nº 4

Elemento	Composición de la aureola	i alironia on carnon i	
Telurio Te	Oxido de Blanco denso, volátil. En teluro el exterior, de gris a castaño claro.		En llama de reducción, da una llama de un color gris azulado.
Zinc Zn	Oxido de zinc. ZnO	Si se mezcla con carbonato sódico sobre el carbón vegetal, da, cerca de la muestra, un subliminado no volátil, amarillo al calentarse, blanco al enfriarse.	La aureola humedecida con nitrato de cobalto y calentada se vuelve verde.
Estaño Sn	Oxido de estaño Sn0 <sub>2</sub>	Cuando está caliente, amarillo pálido, blanco cuando se enfría. No volátil en la llama de oxidación.	La aureola, humedecida con nitrato de cobalto y calentada, se vuelve verde azulada.
Molibdeno Mo	Oxido de molibdeno Mo0 <sub>3</sub>	En caliente, amarillo pálido; blanco en frío. Puede ser cristalino. Volátil en la llama de oxidación. MoO <sub>2</sub> rojo bajo la muestra.	Si se toca la aureola por un momento con una llama reductora, se vuelve azul oscura.
Plomo	Yoduro de plomo I <sub>2</sub> Pb	Amarillo de cromo. Volátil	Esta reacción se produce cuando los minerales de plomo se calientan con fundente de yoduros.
Pb	Oxido de plomo PbO	Amarillo cerca del mineral y blanco lejos de él. Volátil.	Su aureola puede estar formada por sulfito blanco y sulfato de plomo, además del óxido.
	Oxido de bismuto Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Amarillo cerca del mineral y blanco más lejos. Volátil.	Se distingue del óxido de plomo por el ensayo del yoduro.
Bismuto Bi	Yoduro de bismuto I <sub>3</sub> Bi	Rojo brillante con anillos amarillos cerca de la muestra.	Esta reacción se produce cuando los minerales de bismuto se calientan con fundente de yoduros.

# 8.5 ENSAYOS A LA PERLA DE BÓRAX <sup>2,4,7,9,18</sup>.

Ciertos elementos cuando se disuelven en fundentes apropiados dan un color característico a la masa fundida que se denomina perla. Los fundentes que se emplean más corrientemente son el bórax B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>Na<sub>2</sub>.10H<sub>2</sub>O, carbonato sódico Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> y la sal de fósforo NH<sub>4</sub>NaHPO<sub>4</sub>.4H<sub>2</sub>O.

El color de la perla resultante depende de sí fue obtenida en llama oxidante o reductora, y de si la perla se observa en caliente o en frío.

#### TECNICA:

- Se emplea un alambre de platino doblado en forma de asa o anillo, similar al utilizado en los ensayos a la llama.
- El anillo se calienta en la llama de Bunsen hasta el rojo, y luego, se introduce rápidamente en bórax pulverizado y se calienta nuevamente hasta formar una perla vítrea, incolora, transparente que se compone de una mezcla de metaborato de sodio y anhídrido bórico.
- La perla se humedece y se toca la sustancia a analizar; la cual debe estar finamente pulverizada, de modo que una pequeña cantidad de la misma se adhiera a la perla.

Nota: es importante emplear una pequeña cantidad de sustancia, pues, de otro modo, la perla se tornará oscura y opaca por el calentamiento subsiguiente.

- La perla con la sustancia adherida se calienta primero en la llama reductora inferior, se deja enfriar y se observa el color.
- Luego se calienta en la llama oxidante inferior, se deja enfriar y de nuevo se observa el color.

Se recomienda cambiar la perla después de cada ensayo.

Cuadro N° 5. Reacciones coloreadas con fundentes <sup>7</sup>

Oxidos de		Perla de bórax		Perla de sal de fósforo	
		Llama oxidante	Llama reductora	Llama oxidante	Llama reductora
Titanio	Caliente	Amarillo pálido	Grisáseo	Amarillo pálido	Amarillo
Ti	Frío	Incoloro a blanco	Pardo violeta	Incoloro	Violeta
	Caliente	Amarillo pálido	Amarillo	Amarillo pálido	Azul sucio
Volframio W	Frío	Incoloro a blanco	Amarillo a pardo amarillento	Incoloro	Azul fino
Molibdeno	Caliente	Amarillo pálido	Pardo	Verde amarillento	Verde sucio
Мо	Frío	Incoloro a blanco	Pardo	Incoloro	Verde fino
Cromo	Caliente	Amarillo	Verde	Verde sucio	Verde sucio
Cr	Frío	Verde amarillento	Verde fino	Verde fino	Verde fino
	Caliente	Amarillo	Verde fino	Amarillo	Verde fino
Vanadio Va	Frío	Verde amarillento casi incoloro	Verde fino	Amarillo	Verde fino
Uranio	Caliente	Amarillo fuerte a rojo naranja	Verde pálido	Amarillo	Verde sucio pálido
U	Frío	Amarillo	Gris pálido a incoloro	Amarillo grisáceo	Verde fino
Hierro Fe	Caliente	Amarillo fuerte a rojo naranja	Verde botella	Amarillo intenso a rojo parduzco	Amarillo rojizo a amarillo verdoso
Γ <del>U</del>	Frío	Amarillo	Verde botella pálido	Amarillo a casi incoloro	Casi incoloro
Cobre	Caliente	Verde pálido	Incoloro a verde		Verde parduzco
Cu	Frío	Verde azulado	Rojo opaco con mucho óxido	Azul	Rojo opaco

### Continuación del Cuadro Nº 5

Oxidos de		Perla de bórax		Perla de sal de fósforo	
		Llama oxidante	Llama reductora	Llama oxidante	Llama reductora
Cobalto	Caliente	Azul	Azul	Azul	Azul
Co	Frío	Azul	Azul	Azul	Azul
Níquel	Caliente	Violeta	Gris opaco		Rojizo a rojo parduzco
Ni	Frío	Rojizo castaño	Gris opaco		Amarillo a amarillo rojizo
Manganeso	Caliente	Violeta	Incoloro	Violeta grisáceo	Incoloro
Mn	Frío	Violeta rojizo	Incoloro	Violeta	Incoloro

# 8.6 ENSAYOS EN TUBO ABIERTO 2,4,7,9,18.

Se emplea para ellos, un tubo de vidrio fuerte de un diámetro interno de 5 mm., debe cortarse en secciones de unos 15 mm. de longitud. Se emplea para ensayos de oxidación.

### **TECNICA:**

- Una pequeña cantidad del mineral que ha de ensayarse, se reduce a polvo y se introduce en el tubo en una zona situada aproximadamente en el tercio de su longitud total.
- El tubo se inclina con el máximo cuidado hasta el ángulo tal que permite extender el mineral hasta el extremo inferior del tubo, el cuál se mantendrá sobre la llama de un mechero de Bunsen de tal forma que lama su parte más alta. El mineral se calienta en una corriente constante del aire, y será oxidado si ello es posible.

El cuadro siguiente contiene una lista de elementos que produce reacciones características en tubos abiertos.

Cuadro N° 6. Ensayos en tubo abierto <sup>7</sup>

Elementos	Productos Composición	de oxidación Color y carácter	Observaciones		
S	Anhídrido sulfuroso. S0 <sub>2</sub>	El S0 <sub>2</sub> un gas incoloro se desprende del extremo superior del tubo	El gas tiene un olor penetrante e irritante. Si se coloca una tira húmeda de papel de tornasol azul en el extremo superior del tubo, se vuelve rojo, debido a la reacción ácida del ácido sulfuroso.		
As	Oxido arsenioso. As <sub>2</sub> 0 <sub>3</sub>	Blanco, volátil y cristalino.	El sublimado se condensa a considerable distancia de la porción caliente en pequeños cristales octaédricos.		
Sb	Oxido de antimonio Sb <sub>2</sub> 0 <sub>3</sub>	Blanco, volátil y cristalino	El sublimado forma un anillo blanco más próximo que el óxido de arsénico a la parte caliente del tubo. Se obtiene de compuestos de antimonio que no contenga azufre.		
Sb	Tetróxido Sb <sub>2</sub> 0 <sub>4</sub>	Amarillo pálido en caliente, blanco en frío. Denso, no volátil, amorfo.	El Sb <sub>2</sub> 0 <sub>4</sub> se obtiene del sulfuro de antimonio y de los sulfantimoniuros. Se concentra principalmente en la parte inferior del tubo, y normalmente va acompañado de Sb <sub>2</sub> 0 <sub>3</sub> .		
Мо	Trióxido de molibdeno M <sub>0</sub> O <sub>3</sub>	Cristales amarillos pálidos a blancos; Forman un reticulado cerca de la parte caliente.	Si se tocan los cristales con la llama de reducción, se vuelven azules.		
Hg	Mercurio. Hg	Glóbulos metálicos, grises	Los glóbulos pueden unirse entre si con un trozo de papel. El calor debe ser aplicado con cuidado para asegurar una perfecta oxidación		

# 8.7 ENSAYOS EN TUBO CERRADO 2,4,7,9,18.

Frecuentemente es de gran utilidad en el ensayo de minerales. El tubo se hace de cristal blando de 10 cm. de longitud, diámetro interno de 3-1.5 cm.

Los ensayos en tubo cerrado se emplean para determinar lo que ocurre cuando un mineral se clienta en ausencia de oxigeno. Ordinariamente no se produce reacción química alguna.

Cuadro N° 7. Ensayos en tubo cerrado 7

Elementos	Sustancia	Color y carácter	Observaciones
	Agua. H₂O	Líquido incoloro, fácilmente volátil.	Todos los elementos que contienen agua de cristalización o el radical hidróxilo dan, al calentar moderadamente una condensación de gotitas de agua en la parte fría del tubo. Si es pura, el agua es neutra, pero pude ser ácida por contener clohídrico, fluorhídrico, sulfúrico u otros ácidos volátiles.
S	Azufre S	Rojo en caliente y amarillo en frío. Volátil.	Dado solamente por el azufre nativo y aquellos sulfuros que contienen un gran porcentaje de azufre.
As	Arsánico	Dos anillos alrededor del tubo; uno, formado por material amorfo negro; el otro rodea al tubo cerca de la parte inferior con un material cristalino, gris plata, el espejo de arsénico	Producido por el arsénico nativo y algunos arseniuros.
	Sulfuros de arsénicos AsS As <sub>2</sub> S <sub>3</sub>	en callente solido	Producido por el rejalgar, AsS, y oropimente As <sub>2</sub> S <sub>3</sub> y algunos sulfarseniuros.

### Continuación del Cuadro Nº 7

Elementos	Sustancia	Color y carácter	Observaciones
Hg	HgS Mercurio	Sublimado amorfo negro. Gris, globulos	Este ensayo se obtiene cuando el cinabrio HgS es calentado solo.  El mercurio metálico se obtiene cuando se calienta el mercurio nativo o amalgamas, o cuando el cinabrio se calienta mezclado con carbonato de sodio.
Sb	de antimonio	Sublimado castaño, ligeramente rojizo cerca de la parte inferior del tubo.	Producido por el sulfuro de antimonio y algunos sulfantimoniuros.

# 8.8 ENSAYOS EN PLACAS DE TOQUE <sup>2,4,18</sup>.

Las placas de toque son de porcelana esmaltadas y por lo común poseen de 6 a 12 cavidades u hoyos de igual tamaño, de una capacidad de 0.5 a 1 ml. El fondo blanco de porcelana permite distinguir muy pequeños cambios de color en las reacciones que dan productos coloreados; se nota más fácilmente el cambio de color efectuando ensayos en blanco en las cavidades contiguas de la placa. Cuando se forman precipitados o enturbiamientos escasamente coloreados o incoloros es mejor emplear placas de toque negras. Hoy en día hay placas de toque transparentes de vidrio resistentes, que al utilizarlas se les puede colocar sobre papel brillante de color apropiado cuando la coloración o precipitación no se observa a simple vista.

### **TÉCNICA:**

 Colocar la muestra a analizar ya sea sólida o liquida en una de las cavidades de la placa de toque.

Adicionar el reactivo a utilizar.

 Esperar la aparición de una coloración, decoloración, precipitación o una reacción determinada.

# 8.9 ENSAYO EN PAPEL FILTRO PARA REACCIÓN A LA GOTA <sup>2,4,18</sup> .

Para este ensayo pueden utilizarse:

Papel filtro Whatman: Papel filtro Schleicher Schüll:

N° 120 de doble espesor N° 601

N° 3 MM de primera calidad N° 598

N° 42 ó 542 N° 589<sup>3</sup> (banda azul) \*

Ambos papeles, tanto el Whatman como el Schleicher Schüll poseen la propiedad deseable de absorber las gotas sin extenderse demasiado como sucede con papeles más delgados.

<sup>•</sup> Existen 3 tipos de papel con el mismo número y se diferencian con el super índice que indica la porosidad del papel, siendo en este caso el de menor porosidad el 589<sup>3</sup> y el más poroso 589<sup>7</sup>.

El papel se emplea en rectángulos de 5 x 2.5 cm o en cuadrados de 2 x 2 cm o bien empleándolo en su forma circular de origen; se los guarda en cápsulas de petri.

### **TÉCNICA:**

- Se coloca una gota de la solución a analizar sobre el papel y se deja secar.
- Sobre la gota de la solución en análisis adicionar el reactivo,
- Se espera que aparezca una mancha o coloración.

### 8.10 CATÁLISIS <sup>1,16</sup>.

Fundamentada en la aceleración de la velocidad de una reacción química mediante un catalizador. Esta sustancia facilita la velocidad de la reacción sin modificar el equilibrio termodinámico, y se recupera sin alteraciones al final de la reacción; aunque se altere temporalmente.

### **TÉCNICA:**

 Depende del ensayo a realizar; pero generalmente a la sustancia en análisis se le adiciona una pequeña cantidad de una sustancia que funciona como catalizador y es o no sometida a calor

### 8.11 PRECIPITACIÓN 6.

Se basa en la formación de un sólido en un líquido por la adición de un reactivo en solución o una sustancia sólida; este precipitado puede presentarse como polvos en suspensión coloreados o no, y también como una solución coloidal, que mediante centrifugado o reposo puede ser separado del líquido.

### 8.12 COLORACIÓN Y DECOLORACIÓN 4.

Se fundamenta en la aparición o desaparición de color de sustancias en solución o de los mismos reactivos que se empleen.

# **TÉCNICA:**

La técnica para los tres ensayos antes mencionados es: por reacción a la gota.

Que se efectúa sobre una placa de toque, en un microcrisol, en vidrios de reloj pequeños, en tubos de ensayo o sobre papel filtro; según lo requiera el análisis. Esta consiste en la adición de un reactivo, (ya sea sólido o en solución) sobre una sustancia y al contacto de ambas, cambiará o desaparecerá un determinado color, ya sea en el reactivo o en la sustancia en estudio.



### 9.0: IDENTIFICACIÓN DIRECTA DE ANIONES

IONES O COMPUESTOS IÓNICOS. Los protones (cargados positivamente) presentes en el núcleo de un átomo permanecen ahí durante los cambios químicos ordinarios (reacciones químicas), pero los electrones (cargados negativamente) se ganan o se pierden con facilidad, cuando se agregan o eliminan electrones a un átomo o moléculas neutras, se forma una partícula cargada eléctricamente llamada ión.

ANION: (de an y ion); Ion de carga negativa, base conjugada de un ácido.

# 9.1 ACETATOS <sup>17</sup>, C<sub>2</sub>H<sub>3</sub>O<sub>2</sub>-

#### Solubilidad:

Todos los acetatos neutros son fácilmente solubles en agua, excepto los acetatos de plata y mercurio que son escasamente solubles.

Algunos acetatos básicos de hierro, aluminio y cromo son insolubles en agua.

### Reacción con Nitrato de Lantano.

Si se trata una solución de acetato con una solución de nitrato de lantano al 5%, y se agrega una solución de yodo y algunas gotas de solución de amoníaco y se calienta lentamente hasta ebullición. Produce un color azul; debido probablemente a la absorción del yodo por el acetato básico de lantano. Es una reacción extremadamente sensible para acetatos.

Interfieren los sulfatos y fosfatos, pero pueden separarse precipitándoles con nitrato de bario antes de realizar la prueba.

$$CH_3COO^- + La(NO_3)_3 + I_2^- + NH_4OH$$
 Formación de anillo azul

### Reactivos:

### Material y Equipo:

- Amoniaco al 1%

- Frasco gotero

- Nitrato de Lantano al 5%

- Placa de toque

Yodo 0.01N

### **Procedimiento:**

- a- Colocar y mezclar en placa de toque, 1 gota de solución en análisis con 1 gota de nitrato de lantano al 5% y 1 gota de yodo 0.01N.
- b- Adicionar 1 gota de solución de hidróxido de amonio.
   En minutos forma anillo azul alrededor de la gota de amoníaco.
- 9.2 ARSENIATOS 18, AsO<sub>4</sub>-3 Ver en reacciones de cationes pag. 181
- 9.3 ARSENITOS <sup>18</sup>, AsO<sub>3</sub>-3 Ver en reacciones de cationes pag. 181

# 9.4 BICARBONATO 18, HCO<sub>3</sub>-

### Solubilidad:

Bicarbonatos de metales alcalinos son solubles en H<sub>2</sub>O pero son menos solubles que los carbonatos normales correspondientes.

### Reacción: Desprendimiento de gas.

La reacción se basa en el desprendimiento del CO<sub>2</sub> gaseoso, por el calentamiento generado.

$$2 \text{ HCO}_3^- + \text{calor } \rightarrow 2 \text{ CO}_2_{(g)} + \text{H}_2\text{O}$$

### Reactivos:

### Material y Equipo:

- Agua destilada libre de C0<sub>2</sub>

- Beaker de 10 mL

- Hot plate

### **Procedimiento:**

- a) Colocar 1 mL de la muestra en análisis previamente solubilizada en agua libre de CO<sub>2</sub>; en el beaker.
- b) Calentar la solución, sin hervirla; se desprende C0<sub>2</sub> gaseoso.

# 9.5 BORATOS<sup>4, 18</sup>, BO<sub>3</sub><sup>=</sup>

### Solubilidad:

Boratos de metales alcalinos son bastante solubles en agua.

Los de otros metales son poco solubles con agua, pero bastante solubles en ácidos y en solución de cloruro de amonio.

#### Reacción con Manita-Azul de Bromotimol.

El ácido bórico actúa como un ácido monobásico muy débil; que por adición de compuestos orgánicos con hidroxilos, como "manita", glicerina, dextrosa o azúcar invertido, se transforma en un ácido relativamente fuerte, probablemente del tipo:

Por eso, el pH de la solución disminuye. De modo que si la solución es inicialmente casi neutra, ejemplo el azul de bromotimol (verde), por la adición de manita, el color pasa a amarillo. La solución en análisis se hace casi neutra al azul de bromotimol, tratándola con solución de ácido o alcalí hasta que el indicador pase a verde.

### Reactivos: Material y Equipo:

- Manitol (s) o solución al 50% - Agitador de vidrio

- Alcohol al 50% - Gotero

- Azul de Bromotimol al 0.04% - Microtubos

- Solución de Hidróxido de Sodio 0.01N - Placa de toque

### **Procedimiento:**

a- Colocar en un microtubo la solución en análisis, adicionarle 1-2 gotas azul de bromotimol al 0.04%

- b- Tratarla con hidróxido de sodio al 0.01N hasta que el indicador pase a verde.
- c- Sobre una placa de toque colocar 2 gotas de la solución preparada en a y
   b.
- d- Adicionar sobre ellas unos miligramos de manita o 1 gota de solución acuosa de manita al 50%. Cambia de verde a amarillo.

NOTA: Llevar un blanco con agua.

# 9.6 BROMATOS 4,18, BrO<sub>3</sub>

### Solubilidad:

Bromatos de plata, bario y plomo son poco solubles en agua, siendo sus solubilidades 2 g, 7 g y 13.5 g por litro a 20°C respectivamente.

El bromato mercurioso es poco soluble.

La mayoría de los otros bromatos son solubles en agua.

### Reacción con Sulfato Manganoso.

Si una solución de bromato se trata con una pequeña cantidad de mezcla (1+1) de una solución de sulfato manganoso y ácido sulfúrico 2 N, produce una coloración roja que por adición de cristales de acetato sódico y bencina se colorea de azul.

$$BO_3^- + MnSO_4 + H_2 SO_4 + baño maría \rightarrow Mn_2(SO_4)_3 + BrO_3^- color rojo$$

$$BrO_3^- + Mn_2(SO_4)_3 \rightarrow MnO_2 \ color pardo$$

$$MnO_2 + CH_3COONa + H_2N - (C_6H_6)_2 - NH_2 \rightarrow Coloración azul$$

### Reactivos:

- Acetato Sódico (s)
- Acido Acético 2N
- Acido Sulfúrico 2N
- Bencina al 1%
- Sulfato manganoso al 0.5%

### Material y Equipo:

- Beakers (para baño maría)
- Frascos goteros.
- Hot plate.
- Tubo de ensayo.

### **Procedimiento:**

- a) Colocar en el tubo de ensayo 2-3 gotas de la solución problema.
- b) Añadir 2 gotas de sulfato manganoso al 0.5% (en H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2N.)
- c) Calentar el tubo en baño maría hirviendo, por 4-5 minutos.
   Da coloración roja Mn<sub>2</sub> (SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub> que pasa a turbidez parda de MnO<sub>2</sub>
- d) Dejar enfriar y añadir unos cristales de acetato sódico y 5 gotas de bencina al 1% (en CH<sub>3</sub>COOH 2N). Se colorea de azul.

# 9.7 BROMURO<sup>8</sup>, Br

### Solubilidad:

Los bromuros de plata, mercuriosos y cuprosos son insolubles en agua.

El bromuro de plomo es escasamente soluble en frío pero es más soluble en agua caliente

Todos los demás bromuros son solubles en agua.

### Reacción con Fucsina (o Magenta)

El colorante fucsina forma con un bisulfito un compuesto de adición incolora. El bromo libre convierte la fucsina así decolorada en un colorante bromado azul violeta. Ni el cloro ni el yodo libres afectan el compuesto de bisulfito de fucsina incoloro, por lo que la reacción se puede emplear para investigar bromuros en presencia de cloruros y yoduros.

### Reactivos:

### Material y Equipo:

- Acido Crómico al 25%

- Ver aparato de anexo 1

- Bisulfito de Sodio (s).
- Fucsina al 0.1%

### **Procedimiento:**

- a) Colocar 1 gota de solución en análisis ( o mg, de sólido) en el tubo del aparato.
- b) Agregar 2-4 gotas de solución de ácido crómico al 25% y tapar el aparato con la "cabeza" que contiene 1-2 gotas de reactivo en el capilar.
- c) Calentar el aparato suavemente ( no dejar hervir).
- d) El líquido en el capilar toma en breve un color violeta.

Reactivo: "Fucsina-bisulfito " es una solución de fucsina al 0-.1% decolorada con bisulfito de sodio.

# 9.8 CARBONATOS<sup>18</sup> CO<sub>3</sub>=

### Solubilidad:

Todos los carbonatos normales excepto los de metales alcalinos y de amonio, son insolubles en agua.

Carbonatos ácidos o bicarbonato de calcio, estroncio, bario, manganeso y hierro existen en solución acuosa.

### Reacción: Carbonato de Sodio - Fenolftaleína

La reacción se basa en que la fenolftaleína da color rosado con carbonatos solubles, y es incolora con bicarbonatos solubles. Por eso del  $CO_2$  liberado de carbonato por acción de los ácidos diluidos, decolora una solución de fenolftaleína débilmente rosada por el agregado de una pequeña cantidad de carbonato de sodio, y así el  $CO_2$  puede ser identificado por la decoloración que se produce:  $CO_2+Na_2CO_3+H_2O \rightarrow 2Na$   $HCO_3$ 

### Reactivos:

### Material y Equipo:

- Agua destilada libre de CO<sub>2</sub>

- Ver anexo N° 2

- Acido Sulfúrico 2N
- Carbonato de Sodio 0.1N
- Fenolftaleína al 0.5%

### **Procedimiento:**

- a) Colocar 1- 2 gotas de solución en análisis ( una pequeña cantidad si es sólida) en el aparato de (anexo 2) más una gota de reactivo: carbonato de sodio – fenolftaleína sobre el bulbo del tapón.
- b) Adicionar 3 4 gotas de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2N y taparlo.
- c) La gota se decolora inmediatamente o después de un corto tiempo de acuerdo con la cantidad de CO<sub>2</sub> formado.
- d) Llevar un ensayo en blanco en otro aparato.

### Reactivo:

Mezclar: 1 mL carbonato de sodio 0.1 N con 2 mL fenolftaleína al 0.5% y 10 mL de agua destilada.

Interfieren: - Acetatos - Fluoruros - Sulfitos
- Cianatos - Nitratos - Tiosulfatos
- Cianuros - Sulfatos

Los aniones que contiene azufre pueden ser oxidados a sulfatos por peróxido de hidrógeno y evitar su interferencia de la siguiente forma:

- Se mezcla 1 gota de solución de análisis.
  - + 2 gotas de  $H_2O_2$  de 20 30 vol.
  - + 2 gotas de H<sub>2</sub>S0<sub>4</sub> 2N, y se procede igual.

Los cianuros se evitan tratando la muestra con:

4 gotas de solución saturada de cloruro férrico por 2 gotas de  $H_2SO_4$  2N ; se forma el cianuro mercúrico escasamente disociado.

# 9.9 CIANUROS 18, CN

### Solubilidad:

Solamente los cianuros de metales alcalinos y alcalinos térreos son solubles en agua; las soluciones son alcalinas debido a la hidrólisis.

El cianuro mercúrico, Hg(CN)<sub>2</sub> es soluble en agua, pero prácticamente no se disocia por lo que no da las reacciones iónicas de los cianuros.

Los cianuros de muchos metales pesados se disuelven en cianuro de potasio, produciendo sales complejas.

Todos los cianuros son sumamente tóxicos; por lo que, en las reacciones en que se desprenda gas o se calienten cianuros deben realizarse en cámaras.

#### Reacción con Sulfuro de Cobre.

Las soluciones de cianuros disuelven el sulfuro cúprico formando un cupricianuro de potasio incoloro.

CuS + 4KCN 
$$\rightarrow$$
 K<sub>2</sub>[Cu (CN)<sub>4</sub>] + K<sub>2</sub>S.

Reactivo: Material y Equipo:

- Hidróxido de Amonio 2N - Gotero

- Sulfato de Cobre \* - Papel filtro o placa de toque.

- Tioacetamida (s)

### **Procedimiento:**

- a) Sobre placa de toque colocar una gota de la suspensión recién preparada de sulfuro de cobre.\*
- b) Adicionar 1 gota de la solución en análisis.

El color negro de sulfuro de cobre desaparece al instante.

\* Reactivo: "Sulfuro de cobre Suspensión"

0.012 g sulfato de cobre cristalizado en 10 mL de agua + gotas de solución hidróxido de amonio 2N y enturbiando la solución por precipitación de CuS con una pequeña cantidad de tioacetamida.

## 9.10 CLORUROS 18, CL-

## Solubilidad:

La mayoría de los cloruros son solubles en agua.

El Hg<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>, AgCl, PbCl<sub>2</sub>, es poco soluble en frío pero bastante soluble en caliente.

El CuCl<sub>2</sub>, Hg<sub>2</sub> 0Cl<sub>2</sub>, Bi0Cl, Sb0Cl, son insoluble en agua.

### Reacción con Solución de Nitrato de Plata.

Se obtiene un precitado blanco de cloruro de plata, AgCl, insoluble en agua y ácido nitrico diluido; pero soluble en solución diluida de amoniaco y en soluciones de tiocianato de potasio y tiosulfato de sodio.

Si el precipitado de cloruro de plata se lava con agua destilada y se agita con solución de arseniato de sodio, se convierte en arsenito de plata amarillo y se forma cloruro de sodio.

$$Na_3AsO_3 + 3AgCl \rightarrow 3NaCl + Ag_3AsO_3$$

Siendo una prueba confirmativa para cloruro.

<u>Reactivos:</u> <u>Material y Equipo:</u>

Agua destilada - Agitador de vidrio

Arseniato de Sodio al 1%.
 Centrifugadora

Nitrato de Plata al 2% - Goteros

- Tubo de ensayo pequeño

### **Procedimiento:**

- a) Colocar en un tubo de hemólisis aproximadamente 1 mL. de solución en análisis.
- b) Adicionar 10 gotas de nitrato de plata. Formará precipitado blanco.
- c) Centrifugar y decantar todo el líquido.
- d) Lavar el precipitado con agua destilada. Centrifugar y decantar.
- e) Al precipitado adicionarle 10 gotas de arseniato de sodio y agitar. Se volverá amarillo, confirmando cloruros.

# 9.11 CROMATOS, CrO<sub>4</sub> / DICROMATOS 18 Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>

### Solubilidad:

En agua dan soluciones amarillas.

En ácidos inorgánicos diluidos pasan a dicromatos que dan soluciones acuosas rojo anaranjadas.

Solubilidad de los cromatos de metales alcalinos, de calcio y magnesio son soluble en agua.

El cromato de estroncio es escasamente soluble.

Los dicromatos de sodio, potasio y amonio son solubles en agua.

### Reacción con solución de Nitrato de Plata.

## \*Con una solución que contenga Cromato.

Da precipitado parduzco de cromato de plata, AgCrO<sub>4</sub> que es soluble en HNO<sub>3</sub> diluido, solución de NH<sub>4</sub>CL e insoluble en CH<sub>3</sub>COOH.

## \* Con una solución que contenga Dicromato.

Da un precipitado pardo rojizo de dicromato de plata, Ag<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>, que por ebullición en agua pasa a cromato de plata menos soluble.

$$K_2CrO_4 + 2AgNO_3 \rightarrow Ag_2CrO_4 + 2KNO_3$$
  
 $K_2Cr_2O_7 + 2AgNO_3 \rightarrow AgCr_2O_7 + 2KNO_3$   
 $2Ag_2Cr_2O_7 + H_2O \rightarrow 2Ag_2CrO_4 + H_2Cr_2O_7$ 

## Reactivos:

## Material y Equipo:

Acido Acético 1N

- Goteros

- Acido Nítrico 2N

- Placa de toque

- Amoniaco 2N
- Nitrato de Plata al 2%

## **Procedimiento:** (para ambos)

- a) En placa de toque, colocar 1 gota de la solución en análisis.
- b) Adicionar 1 gota de nitrato de plata.
- c) Observar coloraciones, para saber si es cromato o dicromato.
- d) Comprobar solubilidades.

# 9.12 FERRICIANUROS 18 Fe(CN)<sub>6</sub>-3

### Solubilidad:

Los ferricianuros de los metales alcalinos y alcalinos – térreos y de hierro son solubles en agua.

Los de la mayoría de los demás metales son insolubles o escasamente solubles.

## Reacción con Bencidina.

Se produce un precipitado azul de un producto de oxidación.

Deben estar ausentes otros agentes oxidantes (cromatos y molibdatos). La reacción puede efectuarse en presencia de ferrocianuro; sin embargo, la

Material y Equipo:

sensibilidad se reduce y es mejor precipitar primero el ferrocianuro por adición de acetato de plomo.

$$H_2N$$
— $NH_2$   $H_2N$ = $NH_2$   $H_3$ "[Fe(CN)<sub>6</sub>] + bencidina precipitado azul

## Reactivos:

- Bencidina solución saturada - Placa de toque

- Nitrato de Plomo al 1% - Gotero

### **Procedimiento:**

- a) Adicionar 1 gota de PbNO<sub>3</sub> al 1% a la muestra por si hay ferrocianuro presente, antes de agregar el reactivo.
- b) Sobre una placa de toque mezclar 1 gota de la solución en análisis con 1 gota de reactivo de bencidina.

Aparece precipitado color azul.

# 9.13 FERROCIANUROS 18, Fe(CN)<sub>6</sub>-4

## Solubilidad:

Los ferrocianuros de los metales alcalinos y alcalinos térreos son solubles en agua.

Los de los otros metales son insolubles en agua y ácidos diluidos, en frío, pero son descompuestos en álcalis.

### Reacción con solución de Acetato de Uranilo.

En presencia del ácido acético diluido se forma un precipitado pardo ferrocianuro de uranilo,  $(UO_2)_2[Fe(CN)_6]$ 

Los ferrocianuros reaccionan solamente en soluciones concentradas y después de largo reposo o por calentamiento, dan el ferricianuro de uranilo amarillo parduzco.

$$K_4[Fe(CN)_6] + UO_2(C_2H_3O_2)_2$$
 \_\_\_\_\_ (UO<sub>2</sub>)<sub>2</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>] +  $K_4(C_2H_3O_2)_2$ 

## <u>Reactivos:</u> <u>Material y Equipo:</u>

- Acetato de Uranilo 1N - Gotero

- Placa de toque

### **Procedimiento:**

 a) Colocar 1 gota de la solución en análisis y una de solución de acetato de uranilo 1N sobre una placa de toque.

Se obtiene un precipitado o mancha parda en 2 minutos.

# 9.14 FOSFATO 18, PO<sub>4</sub>-3

### Solubilidad:

Los de metales alcalinos se vuelven soluciones en H<sub>2</sub>O excepto el de litio.

Los fosfatos primarios de los metales alcalino- térreos también son solubles.

Los otros metales y los fosfatos secundarios y terciarios de los metales alcalino- térreos son escasamente solubles o insolubles en agua.

#### Reacción con Molibdato de Amonio - Bencina.

Esta reacción se basa en el hecho que la bencina, que no es afectada por los molibdatos normales ni por el ácido molíbdicos, es en cambio oxidada en solución de ácido acético por el ácido fosfomolíbdico o por su sal de amonio insoluble.

Esta reacción es extremadamente sensible; forma dos productos coloreados: el azul de reducción o "azul de molibdeno" y el azul de oxidación o "azul de bencidina".

$$PO_4^{-3} + (NH_4)_2MoO_4 + H_2N - NH_2 \rightarrow HN = NH + (NH_4)_3[PMo_{12}O_{40}]$$
Coloración azul

## Reactivos:

- Amoníaco 2N
- Bencidina al 1%
- Molibdato de Amonio al 1%

## Material y Equipo:

- Gotero
- Papel filtro
- Vidrio de reloj

## **Procedimiento:**

- a) Colocar sobre el papel filtro 1 gota de la solución ácida en análisis.
- b) Agregar 1 gota del reactivo molibdato de amonio y una de bencidina.
- c) Someter el papel a los vapores de amoníaco .

Se formará una mancha azul cuando la mayor parte del ácido se ha neutralizado.

152

NOTA: En presencia de silicatos o arseniatos antes del procedimiento

anterior; a la gota de solución en análisis se adiciona 1 gota de ácido

tartárico-molibdato de amonio y se mantiene el papel sobre tela metálica

caliente.

9.15 FOSFITOS 18, HPO3 =

Solubilidad:

Los fosfitos de los metales alcalinos son solubles en agua.

Todos los demás fosfitos son insolubles en agua.

Reacción con solución de Nitrato de Plata.

Se produce un precipitado de fosfito de plata, Ag<sub>2</sub>HPO<sub>3</sub>, que en frío pasa

rápidamente a plata metálica negra. Con soluciones diluidas es necesario

calentar.

 $Na_2HPO_3 + 2AgNO_3 \rightarrow Ag_2HPO_3 + 2NaNO_3$ 

 $Ag_2HPO_3 + H_2O \rightarrow 2Ag^{\circ} + H_3PO_4$ 

Reactivo:

Material y Equipo:

- Fosfito de Sodio al 1%

- Frasco goteros.

- Tubo

#### **Procedimiento:**

- a) Colocar en un tubo 10 gotas de muestra.
- b) Adicionar de 2 5 gotas reactivo.
- c) Observar. Forma plata metálica negra.

# 9.16 FLUORUROS 4,18, F

## Solubilidad:

Fluoruro de sodio, potasio, plata, mercurio, aluminio y nitrógeno son fácilmente solubles en agua.

Fluoruros de plomo, cobre, férrico, bario y litio, son escasamente solubles.

Los metales alcalinos térreos son insolubles en agua.

### Reacción con la Laca de Zirconio - Alizarina.

Las soluciones de sales de circonio en ácido clorhídrico se colorean de violeta rojiza por la alizarina S o por alizarina ( alizarín sulfonato de sodio); agregando una solución de fluoruro, cambia inmediatamente a amarillo pálido (ácido alizarinsulfónico o alizarina) a causa de la formación del ión circonifluoruro [ZrF]<sup>=</sup> incoloro.

$$\begin{array}{c} OH \\ CO \\ CO \\ SO_{a}Na \\ + ZrNO_{2} \end{array} \longrightarrow \begin{array}{c} OH \\ CO \\ SO_{a}Na \\ + Zr^{+} + NO_{2} \end{array}$$

## Reactivos:

## Material y Equipo:

- Acido Clorhídrico 2N

- Frasco gotero

Alcohol Etílico

- Placa de toque

- Alizarina S\* (s)
- Nitrato de Zirconio\* (s)

### Procedimiento:

- a) Mezclar en una placa de toque; 2 gotas solución de alizarina al 0.1%,
  2 gotas de nitrato de circonio al 0.1% en ácido clorhídrico 2N
- b) Adicionar 1 ó 2 gotas de solución en análisis.
   La laca de circonio se decolora dando una solución amarillo clara.

Reactivo: "Circonio - alizarina"

Solución de alizarina al 0.1%:

0.01 g de alizarina S en 10 mL de alcohol etílico.

Solución de nitrato de zirconio al 20%:

0.01 de nitrato de zirconio en 10 mL ácido clorhídrico 2 N.

Mezclar 2 gotas de cada una de las soluciones anteriores para realizar el ensayo.

- 9.17 MOLIBDATOS <sup>18</sup>. Ver reacción en cationes pag. 201
- 9.18 NITRATOS 4,10,18, NO<sub>3</sub>-

## Solubilidad:

Todos los nitrato son solubles en agua.Los nitratos de mercurio y bismuto dan sales básicas con agua, solubles en ácido clorhídrico 2N.

## Reacción de reducción a Nitrito.

Los nitratos se reducen a nitritos mediante cinc y solución de ácido acético; el nitrito se puede reconocer fácilmente por medio del ácido sulfanílico y de la  $\alpha$ - naftilamina.

El procedimiento es igual al de los nitritos, pero al final se agregan unos miligramos de polvo de cinc. Se produce una coloración roja.

# 9.19 NITRITOS 18, NO<sub>2</sub>-

### Solubilidad<sup>1</sup>

El AgNO<sub>2</sub> es escasamente soluble en agua.

Todos los demás nitritos son solubles en agua.

# Reactivo: Ácido Sulfanílico y α-Naftilanina.

Esta reacción se basa en la diazotación del ácido sulfanílico por el ácido nitroso y su copulación con la  $\alpha$ -naftilamina para formar un azo colorante rojo:

$$NH_2.H.C_2H_3O_2$$
  $N_2.C_2H_3O_2$   $+$   $HNO_2$   $\rightarrow$   $+$   $H_2O$   $+$   $SO_3H$ 

$$N_2.C_2H_3O_2$$
+
 $SO_3H$ 
+
 $NH_2$ 
+
 $N=N$ 
+

## Reactivos:

Material y Equipo:

- Acido acético al 30%

- Gotero
- Acido α-naftilanina\* al 0.3%
- Placa de toque

- Acido sulfanílico\* (s)
- Agua destilada.

## **Procedimiento:**

- a) Colocar una gota de la solución en análisis neutra o acidulada con ácido acético al 30% sobre una placa de toque.
- b) Adicionar 1 gota de ácido sulfanílico al 1% y 1 gota de ácido
   α-naftilamina al 0.3%

Forma coloración roja

#### Reactivos:

Acido Sulfanílico: 1g de ácido sulfanílico en 100 mL ácido acético al 30% Ácido  $\alpha$ -naftilamina: Disolver a ebullición: 0.3 g de ácido  $\alpha$ -naftilamina en 70 mL. agua, se filtra o se decanta la pequeña cantidad del residuo y se mezcla con 30 mL. de ácido acético.

# 9.20 OXALATOS 18, C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>=

#### Solubilidad:

Oxalatos de metales alcalinos y de hierro(oso) son solubles en agua.

Todos los otros oxalatos son insolubles o escasamente solubles en agua.

Todos son solubles en ácidos diluidos.

Algunos se disuelven en solución concentrada de ácido oxálico formando oxalatos solubles ácidos o complejos.

## Reacción: Formación del Azul de Anilina.

Calentando oxalatos insolubles con ácido fosfórico siruposo y difenilamina o calentado juntos ácido oxálico y difenilamina, se forma el colorante azul de anilina ( o azul de difenilamina)

Reactivos:

Material y Equipo:

- Alcohol Etílico

- Mechero

- Difenilamina (s)

- Microespátula.

- Microtubos de ensayos

## **Procedimiento:**

- a) Colocar miligramos de muestra en análisis en un microtubo (si es solución evaporar a sequedad 2 gotas de la solución y ocupar el residuo)
- b) Agregar un poco de difenilamina y fundir directamente sobre la llama.
   Enfriar.
- c) Tomar un poco del producto de la fusión con 1 ó 2 gotas de alcohol.
   Se colorea de azul

# 9.21 PERCLORATOS 4,18, CIO4-

#### Solubilidad:

Son generalmente solubles en agua.

El perclorato de potasio es de los menos soluble (7.5g/L a 0°- 218g/L a 100°)

El perclorato de sodio es de los más solubles (2096g/L a 25°)

### Reacción: Coloración Violeta del Azul de Metileno.

Interfieren muchos oxidantes entre ellos, los persulfatos; en presencia de ellos se procede a eliminarlos reduciéndolos con zinc en ácido.

<u>Reactivos</u>: <u>Material y Equipo</u>:

- Sulfato de cinc (s) - Gotero

- Tubos de hemólisis

- Agitador de vidrio

#### **Procedimiento:**

- a) A 0.5 1mL de solución en análisis saturarla con ZnSO<sub>4</sub> (sólido).
- b) Añadir una gota de azul de metileno al 0.25%

Azul de metileno al 0.25%

En minutos de colorea o precipita violeta.

# 9.22 PERMANGANATO 18, MnO<sub>4</sub>-

## Solubilidad:

Todos los permanganatos son solubles en agua formando soluciones purpúreas.

### Reacción con Solución de Hidróxido de Potasio.

Calentando una solución concentrada de permanganato de potasio con solución concentrada de hidróxido de potasio, se produce una solución verde de "Manganato de Potasio" y se desprende oxígeno. Al verter esta solución en un gran volumen de agua, reaparece el color púrpura del KMnO<sub>4</sub>.

$$4KMnO_4 + 4KOH \rightarrow 4K_2MnO_4 + 2H_2O + O_2$$
  
 $3K_2MnO_4 + 2H_2O \rightarrow 2KMnO_4 + MnO_2 + 4KOH$ 

## Reactivos:

- Agua destilada
- Hidróxido de Potasio solución saturada
- Permanganato de Potasio

## Material y Equipo:

- Agitador de vidrio
- Beaker 10mL y 25mL
- Frascos gotero
- Hot plate

## Procedimiento:

- a) Calentar sobre un hot plate, y en un beaker de 10mL; 1 mL de permanganato de potasio y 1 mL de hidróxido de potasio, se volverá verde de manganato de potasio (K<sub>2</sub>MnO<sub>4)</sub> con desprendimiento de oxígeno.
- b) Verter esta solución sobre un beaker de 25mL. que contiene 15 mL de agua destilada.

Reaparecerá la coloración violeta de permanganato de potasio (KMnO<sub>4</sub>)

# 9.23 PERÓXIDOS 18, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

## Reacción Formación de Sulfato de Plomo:

El peróxido de hidrógeno transforma el sulfuro de plomo negro en sulfato de plomo blanco.

$$PbS + 4H_2O_2 \rightarrow PbSO_4 + 4H_2O$$

Reactivos: <u>Material y Equipo:</u>

- Acetato de Plomo al 0.05% - Gotero

- Amoníaco ó Acido Clorhídrico - Papel filtro Whatman N°3 MM

- Sulfuro de Hidrógeno - Papel pH.

## **Procedimiento:**

 a) Colocar una gota de la solución en análisis neutra o débilmente ácida sobre un papel filtro impregnado con sulfuro de plomo.

Forma mancha blanca en el papel pardo.

NOTA: Papel de Pb<sub>2</sub>SO<sub>4:</sub>

Sumergir el papel filtro Whatman N°3MM en acetato de plomo al 0.05%, exponerlo a una pequeña cantidad de sulfuro de hidrogeno y secar en desecador al vacío.

# 9.24 SULFATOS 18, SO<sub>4</sub>=

## Solubilidad:

Sulfatos de bario estroncio y plomo son prácticamente insolubles en agua.

Los de calcio, mercurio y mercurioso son escasamente solubles.

La mayoría de los demás sulfatos son solubles.

Algunos sulfatos básicos, como los de mercurio, bismuto y cromo son también insolubles en agua pero solubles en HCL o HNO<sub>3</sub> diluido.

### Reacción con Rodizonato de Sodio.

Las sales de bario producen un precipitado pardo rojizo con rodizonato de sodio. Los sulfatos y el ácido sulfúrico producen una decoloración inmediata a causa de la formación de sulfato de bario insoluble. Reacción específica para sulfatos.

CO-CO-CO.Na 
$$|$$
 + BaCL<sub>2</sub>  $|$  CO-CO-CO.Ba  $|$  color pardo CO-CO-CO.Na  $|$  CO-CO-CO.Na  $|$  + Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>  $|$  + BaSO<sub>4</sub> CO-CO-CO.Na  $|$  CO-CO-CO.Na

## Reactivos:

## - Acido Clorhídrico al 2%

## - Cloruro de Bario al 1%

## Material y Equipo:

- Goteros
- Microtubos
- Papel pH
- Placa de toque

#### **Procedimiento:**

- a) Neutralizar la solución en análisis. (o levemente ácida)
- b) Colocar 1 gota de solución de cloruro de bario en una placa de toque.
- c) Agregar 1 gota de rodizonato de sodio al 5% ( preparación reciente). Se vuelve pardo rojizo.
- d) Tratar esta mancha parda con 1 gota de solución en análisis (ácida o alcalina). El color de la mancha desaparece.

NOTA: El rodizonato de sodio al 5%, no se conserva bien por lo que debe prepararse en pequeñas cantidades y al momento de su uso.

# 9.25 SULFITOS18, SO3=

#### Solubilidad:

Sulfitos de metales alcalinos y de amonios son los únicos solubles en agua.

Los de otros metales son escasamente solubles o insolubles en agua.

Los bisulfitos de metales alcalino son solubles en agua.

Bisulfitos de metales alcalinos térreos solamente existen en solución.

## Reacción: Con Verde de Malaquita.

Soluciones diluidas de colorantes de trifenilmetano, como el verde de malaquita o fuscina, se decoloran inmediatamente con sulfitos neutros. Interfieren los sulfatos de hidróxidos.

$$Na_2SO_3 + C_{20}H_{20}N_3CI^- \rightarrow C_{20}N_3^- + SO_2 + NaCI + H_2O.$$

Decoloración del reactivo verde de malaquita.

### Reactivos:

## Material y Equipo:

- Agua destilada

- Frascos gotero
- Bicarbonato de Sodio (s)
- Placa de toque
- Verde de Malaquita (s)

## **Procedimiento:**

- a) Si la muestra es ácida, neutralizarla con bicarbonato de sodio.
- b) Colocar 1 gota de verde de malaquita sobre una placa de toque.
- c) Agregar 1 gota de solución, neutra en análisis.

El reactivo se decolora.

Reactivo: 0.0025g de verde de malaquita en 100 mL de agua.

# 9.26 SULFUROS<sup>18</sup>, S<sup>-2</sup>

## Solubilidad:

Los sulfuros ácidos y neutros, y los polisulfuros de los metales alcalinos son solubles en agua; sus soluciones acuosas son alcalinas porque están hidrolizadas.

Los sulfuros neutros de la mayoría de los demás metales son insolubles.

Los de los metales alcalinos-térreos son escasamente solubles; pero gradualmente por contacto con el agua se transforman en sulfuros ácidos solubles.

Los sulfuros de aluminio, cromo y magnesio se hidrolizan totalmente por el agua y sólo se les puede preparar por vía seca.

## 1-Solución de Nitroprusiato de Sodio. Na<sub>2</sub> [Fe(CN)<sub>5</sub>NO]

En presencia de soluciones alcalinas se obtiene una coloración purpúrea fugaz. No se produce la reacción con soluciones de sulfuro de hidrógeno, o con gas libre; sin embargo al humedecer un papel filtro con la solución del reactivo, alcalinizada con solución de hidróxido de sodio o de amonio (NH<sub>4</sub>OH) se produce una coloración purpúrea con sulfuro de hidrógeno libre.

$$Na_2S + Na [Fe (CN)_5 (N0)] 2H_2O \rightarrow Na_4 [Fe(CN)_5 NOS]$$

## - Procedimiento para muestra sin Sulfuro de Hidrógeno como gas libre.

Reactivos: Material y Equipo:

- Hidróxido de Amonio al 2% - Gotero

Nitroprusiato de Sodio al 1%
 Placa de toque

## **Procedimiento:**

- a) Alcalinizar la muestra con hidróxido de sodio o amoníaco.
- b) Colocar en la placa de toque 1 gota de la muestra alcalinizada.
- c) Adicionar 1 gota de nitroprusiato de sodio al 1%.

Aparece una coloración violeta.

## - Procedimiento para muestra con Sulfuro de Hidrógeno como gas libre.

<u>Reactivos:</u> <u>Material y Equipo:</u>

- Hidróxido de Amonio al 2% -Gotero

Nitroprusiato de Sodio al 5%
 -Papel filtro Whatman N°3 MM

#### **Procedimiento:**

- a) Impregnar un papel filtro con una solución amoniacal de nitroprusiato de sodio al 5%.
- b) Adicionar 1-2 gotas de la solución en análisis sobre el papel filtro.
   Aparece coloración violeta.

### 2- Formación de Azul de Metileno.

La p-dimetilaminoanilina (dimetil-p-fenilendiamina) reacciona con el cloruro férrico y el sulfuro de hidrógeno en solución fuertemente ácida, dando azul de metileno, que es un colorante azul, soluble en agua. Es una reacción muy sensible para sulfuros solubles y sulfuros de hidrógeno.

$$(CH_3)_2N$$
— $\bigcirc$ — $NH_2 + H_2S + (CH_3)_2N$ — $\bigcirc$ — $NH_2 + 6FeCl_3  $\rightarrow$  6FeCl_2 +  $NH_4Cl$  + 4HCl +  $(CH_3)_3N$ — $\bigcirc$   $N(CH_3)_2$  Cl$ 

## Reactivos:

## Material y Equipo:

- Acido clorhídrico concentrado
- Gotero

- Cloruro férrico 0.1N

- Placa de toque

- P-dimetil-amino-anilina (s)

## **Procedimiento:**

- a) Colocar sobre una placa de toque 1 gota de la solución en análisis.
- b) Adicionar 1 gota de HCL concentrado y mezclar.

- c) Disolver una pequeña cantidad de p-dimetilaninoanilina en la mezcla ( ó 1 gota de solución al 1% del cloruro o sulfato).
- c) Agregar 1 gota de solución de cloruro férrico 0.1N

# 9.27 TIOCIANATOS 18, CNS

## Solubilidad:

Los tiócianatos de plata y cuproso son prácticamente insolubles en agua.

Los tiocianatos mercúricos y de plomo son poco solubles.

Los tiocianatos de los otros metales son solubles

### Reacción: Catálisis de la reacción del Yodo con la Azida.

Vestigios de tiocianatos catalizan enormemente la reacción entre el yodo y la azida sódica, que de otro modo es extremadamente lenta.

$$2 \text{ NaN}_3 + \text{I}_2 \rightarrow 2 \text{ NaI} + 3\text{N}_{2 \text{ (g)}}$$

Los sulfuros y los tiosulfatos poseen un efecto catalítico similar; estos se pueden separar por precipitación con cloruro mercúrico.

## Reactivos: Material y Equipo:

- Azida Sódica\* (s) - Gotero.

Yodo 0.1NPlaca de toque.

### **Procedimiento:**

 a) Mezclar 1 gota de la solución en análisis con 1 gota de reactivo de yodo azida sobre la placa de toque. Se desprenden burbujas de nitrógeno gas.

\*Reactivo: Disolver 0.3 g azida sódica en 10 mL. de yodo 0.1N

# 9.28 TIOSULFATOS 18, S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>=

## Solubilidad:

La mayor parte son solubles en agua.

Los de plomo, plata, níquel y bario son muy poco solubles en agua.

Muchos se disuelven en un exceso de solución de tiosulfato de sodio formando sales complejas.

## 1-Catálisis de la reacción del Yodo con Azida.

Soluciones de azida sódica y de yodo (como KI) no reaccionan; pero al agregar un vestigio de tiosulfato, actúa como catalizador, produciendo un desprendimiento inmediato y enérgico de nitrógeno.

$$2 \text{ NaN}_3 + I_2 \rightarrow 2 \text{ NaI} + 3N_{2(q)}$$

Los sulfuros y tiocianatos actúan en forma similar por lo que deben estar ausentes.

Reactivos: Material y Equipo:

- Azida de Sodio\*(s) - Gotero

- Yodo 0.1 N - Vidrio de reloj

### **Procedimiento:**

 a) Mezclar 1 gota de solución en análisis y 1 gota del reactivo yodo –azida sobre un vidrio de reloj.

Produce desprendimiento enérgico de burbujas de N<sub>2</sub> (g).

\* Reactivo: 0.1g de azida de sodio en 10 mL yodo 0.1N

#### 2- Solución de Nitrato de Plata.

Se produce un precipitado blanco de tlosulfato de plata,  $Ag_2S_2O_3$ , soluble en un exceso de tiosulfato, formando una sal compleja.  $Na[Ag(S_2O_3)_2]$ . El precipitado es inestable, se descompone por reposo y rápidamente por calentamiento; el color cambia de amarillo y pardo a negro de sulfuro de plata.  $Ag_2S$ .

$$Na_2S_2O_3 + 2AgNO_3 \rightarrow Ag_2S_2O_3 + 2NaNO_3$$
  
 $Ag_2S_2O_3 + H_2O \rightarrow Ag_2S + H_2SO_4$   
 $Ag_2S_2O_3 + 3Na_2S_2O_3 \rightarrow 2Na_3 [Ag(S_2O_3)_2]$ 

Reactivos: Material y Equipo

- Cianuro de Potasio al 10% - Gotero

- Nitrato de Plata al 2% - Tubo de ensayo

### **Procedimiento:**

- a) Utilizar 0.5 1.0 mL de la muestra más nitrato de plata, hasta una precipitación completa.
- b) Observar cambios de: amarillo pardo negro.
- c) Al añadir cianuro de potasio, el negro permanece.

# 9.29 SILICATOS 18, SiO<sub>3</sub>=

### Solubilidad:

Sólo los silicatos de metales alcalinos son solubles en agua; se hidrolizan en solución acuosa y por tanto, poseen reacción alcalina.

$$Na_2SiO_3 + 2H_2O \rightarrow 2NaOH + H_2SiO_3$$

#### Reacción con Molibdato de Amonio - Bencina.

Los silicatos reaccionan con los molibdatos en solución ácida para formar el ácido completo silicomolíbdico, H<sub>4</sub>[SiMo<sub>12</sub>O<sub>40</sub>], cuya sal de amonio, a diferencia de compuestos análogos, de los ácidos fosfórico y arsénico, es soluble en agua y ácidos, dando una solución amarilla. La reacción entre el ácido silicomolíbdico y la bencidina en solución acética produce el "azul de molibdeno" y un compuesto meriquinónico de oxidación de la bencidina, de color azul.

## <u>Reactivos</u>: <u>Material y Equipo</u>:

Acido Acético Glacial
 Goteros

Acido Nítrico 2N
 Hot plate

Amoníaco concentrado
 Papel filtro Whatman N°3 MM

- Bendicina\* (s) - Tela metálica

Molibdato de Amonio\* (s)
 Vidrio de reloj

#### **Procedimiento:**

- a) Colocar sobre un vidrio de reloj, el papel filtro.
- b) Colocar sobre el papel filtro 1 gota de solución en análisis, más 1 gota de solución de molibdato.
- c) Colocar el papel filtro sobre una tela metálica, y calentar suavemente en el hot plate.
- d) Agregar 1 gota de bencidina sobre el mismo lugar de las adiciones anteriores.

e) Someter el papel al vapor del amoníaco.

Produce coloración azul.

## Reactivos:

Molibdato de amonio: 5g en 100 mL agua y adicionar 35 mL de HNO<sub>3</sub> 2N.

\*Bencidina: 0.05g en 10 mL de ácido acético glacial. Diluirlo con agua a 100mL.

# 9.30 YODATOS 4,18, IO3-

### Solubilidad:

Los yodatos de los metales alcalinos son solubles en agua.

Los de los demás metales son escasamente soluble, y en general, menos solubles que los correspondientes cloratos y bromatos.

## Reacción con Tiocianato.

Los yodatos reaccionan con los tiocianatos en solución ácida con liberación de yodo; dando coloración azul.

$$6 IO_3^- + 5CN_5^- + 6H^+ + 2H_2O \rightarrow 3 I_2 + 5HCN + 5H_5O_4^-$$

# Reactivos: Material y Equipo:

Acido Sulfúrico 2N
 Gotero

- Almidón al 1% - Placa de toque

- Tiocinato de Potasio al 5%

## **Procedimiento:**

- a) Acidificar la solución en análisis con ácido sulfúrico diluido.
- b) Colocar en la placa de toque 1-2 gotas de solución de almidón y adicionar1 gota de tiocianato de potasio al 5%.
- c) Agregar sobre ellas 1 gota de solución en análisis.

Producirá una coloración azul clara después de 2 – 3 minutos.

## 9.31 YODUROS 18, I

#### Solubilidad:

Poseen solubilidades similares a los de los cloruros y bromuros.

Los yoduros de plata, mercurioso, mercúrico, cuproso y de plomo son los menos solubles.

#### Reacción con el Almidón.

Los yoduros son fácilmente oxidados en solución ácida a yodo libre; el yodo libre se puede reconocer entonces por medio de la coloración azul intensa que se produce con solución de almidón. El mejor agente oxidante a emplear en reacciones a la gota es una solución acidificada de nitrito de potasio.

$$2HI + 2HNO_2 \rightarrow I_2 + 2NO + 2H_2O$$

Interfieren los cianuros a causa de la formación de yoduro de cianógenos por lo que deben eliminarse antes de efectuar la reacción, acidificando y calentando.

$$I_2 + HCN \rightarrow ICN + HI$$

## Reactivos: Material y Equipo:

- Almidón al 1% - Agitado

- Nitrito de Potasio al 10% - Beaker

- Gotero

- Hot plate

- Placa de toque

## **Procedimiento:**

- a) Acidificar la solución en análisis.
- b) Mezclar 1 gota de solución en análisis con 1 gota de la solución de almidón sobre una placa de toque.
- c) Agregar 1 gota de nitrito de potasio al 10%

Se obtiene una coloración azul

Cuadro N° 8: 9.32 RESUMEN DE IDENTIFICACIÓN DE ANIONES					
ANION	REACTIVO	OBSERVACIÓN	REACCION		
Acetatos C <sub>2</sub> H <sub>3</sub> O <sub>2</sub>	Nitrato de lantano	Formación de anillo azul	$CH_3CO_2^- + La(NO_3)_3 + I_2^- + NH_4OH \rightarrow anillo azul$		
Arseniatos AsO <sub>4</sub> <sup>-3</sup>	Acetato de uranilo	Precipitado gelatinoso amarillo pálido	$Na_2HAsO_4 + UO_2(C_2H_3O_2)_2 + NH_4OH \rightarrow UO_2(NH_4)AsO_4 + 2Na.C_2H_3O_2 + H_2O$		
Arsenitos AsO <sub>3</sub> <sup>-3</sup>	Acetato de uranilo	No precipita	Na₂HasO₃ + UO₂(C₂H₃O₂)₂ + NH₄OH → no precipita		
Bicarbonatos HCO <sub>3</sub>	Bicarbonato	Desprendimiento de CO <sub>2</sub>	NaHCO <sub>3</sub> + H <sub>2</sub> O + $\Delta \rightarrow$ CO <sub>2</sub>		
Boratos BO <sub>3</sub> -3, BO <sub>2</sub> -, B <sub>4</sub> O <sub>7</sub> -2	Manita-azul de bromotimol	Coloración cambia de verde a amarillo	$C_2O_2H_2 + BO_3H_3 \rightarrow C_2O_3HB + 2H_2O$		
Bromatos BrO <sub>3</sub> -	Sulfato manganoso	Coloración azul	BrO <sub>3</sub> <sup>-</sup> + MnSO <sub>4</sub> + H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> + $\Delta$ → Mn <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> + BrO <sub>3</sub> <sup>-</sup> + H <sup>+</sup> Mn <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> +BrO <sub>3</sub> → MnO <sub>2</sub> ; MnO <sub>2</sub> + CH <sub>3</sub> COONa + (H <sub>2</sub> NC <sub>6</sub> H <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> azul		
Bromuros Br <sup>-</sup>	Fucsina	Coloración violeta	[(NH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> .C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> .NH <sub>2</sub> <sup>+</sup> ]Cl + KBr + HCrO <sub>4</sub> <sup>-</sup> → [(NH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> .C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> .NH <sub>2</sub> <sup>+</sup> ]Br + KCl + HCrO <sub>4</sub>		
Carbonatos CO₃ <sup>=</sup>	Carbonato de sodio- fenolftaleína	Decolora el indicador	CO <sub>2</sub> + Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> + H <sub>2</sub> O → 2NaHCO <sub>3</sub>		
Cianuros CN <sup>-</sup>	Sulfuro de cobre	Desaparece color negro del sulfuro de cobre	$CuS + 4KCN \rightarrow K_2[Cu(CN)_4] + K_2S$		
Cloruros Cl <sup>-</sup>	Nitrato de plata	Precipitado amarillo	Cl⁻ + AgNO₃ → AgCl + NO₃⁻ Na₃AsO₃ + 3AgCl → 3NaCl + Ag₃AsO₃		
Cromatos CrO₄ <sup>=</sup>	Nitrato de plata	Precipitado rojo parduzco de cromatos	$CrO_4^{+2} + 2AgNO_3 \rightarrow Ag_2CrO_4 + 2NO_3^-$ ; $Cr_2O_7^{+2} + 2AgNO_3 \rightarrow AgCr_2O_7 + 2NO_3^-$ ; $2Ag_2Cr_2O_7 + H_2O \rightarrow 2Ag_2CrO_4 + H_2Cr_2O_7$		
Dicromatos Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> <sup>=</sup>	Nitrato de plata	Precipitado pardo rojizo de dicromatos	$CrO_4^{+2} + 2AgNO_3 \rightarrow Ag_2CrO_4 + 2NO_3^-$ ; $Cr_2O_7^{+2} + 2AgNO_3 = AgCr_2O_7 + 2NO_3^-$ ; $2Ag_2Cr_2O_7 + H_2O \rightarrow 2Ag_2CrO_4 + H_2Cr_2O_7$		
Ferricianuros Fe(CN) <sub>6</sub> <sup>-3</sup>	Bencidina	Precipitado azul	$K_3[Fe(CN)_6] + [(NH_2C_6H_4)_2.C_6H_4.NH_2^+]CI \rightarrow prec. azul$		
Ferrocianuros Fe(CN) <sub>6</sub> -4	Acetato de uranilo	Precipitado o mancha parda	$K_4[Fe(CN)_6]+UO_2(C_2H_3O_2)_2 \rightarrow (UO_2)_2[Fe(CN)_6]+ K_4 C_2H_3O_2)_2$		

## Continuación del Cuadro N° 8

Cuadro N° 8: 9.32 RESUMEN DE IDENTIFICACIÓN DE ANIONES						
ANION	REACTIVO	OBSERVACIÓN	REACCION			
Fosfatos	Molibdato de amonio -	Coloración azul	$PO_4^{-3} + 12(NH_4)_2 MoO_4 + 24H^+ \rightarrow$			
PO <sub>4</sub> <sup>Ξ</sup>	bencidina		(NH <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> [P0 <sub>4</sub> .12 Mo0 <sub>3</sub> ] +21 NH <sub>4</sub> + 12 H <sub>2</sub> 0			
Fosfitos HPO <sub>3</sub> =	Nitrato de plata	Plata metálica negra.	$PO_3^{-2} + 2AgNO_3 \rightarrow Ag_2HPO_3 + 2NO_3^{-1}$			
			$Ag_2HPO_3 + H_2O \rightarrow 2Ag^{\circ} + H_3PO_4$			
Fluoruros F	Zirconio - alizarina	Cambia de violeta a amarillo	$COC_6H_2(OH)_2COC_6H_2(OH)_2SO_3Na + ZrNO_2 \rightarrow$			
		pálido.	$COC_6H_2(OH)_2COC_6H_2Zr(OH)_2SO_3Na + NO_2^-;$			
Molibdatos		Coloración roja.	$COC_6H_2(OH)_2COC_6H_2Zr(OH)_2SO_3Na + NaF \rightarrow ZrF-$			
Mo <sub>7</sub> O <sub>24</sub> -6	Fenilhidrazina.	•	$NH_4)_6Mo_7O_{24} + C_6H_{5.}NHNH_2 \rightarrow C_6H_5.Mo_7O_{24} + NH_3$			
Nitratos	Ácido sulfanílico y ácido α - naftilamina	Coloración roja	$C_2H_3O_2.H.NH_2C_6O_4SO_3H + HNO_2 \rightarrow C_2H_3O_2N_2C_6H_4SO_3H + H_2O:$			
NO <sub>3</sub>			$C_2H_3O_2N_2C_6H_4SO_3H + C_6H_7NH_2 \rightarrow HSO_3C_6H_4N.NC_6H_2NH_2C_6H_4 +$			
			H.C <sub>2</sub> H <sub>3</sub> O <sub>2</sub>			
Nitritos NO <sub>2</sub> -	Ácido sulfanílico y ácido α - naftilamina	Coloración roja	$C_2H_3O_2.H.NH_2C_6O_4SO_3H + HNO_2 \rightarrow C_2H_3O_2N_2C_6H_4SO_3H + H_2O;$			
			$C_2H_3O_2N_2C_6H_4SO_3H + C_6H_7NH_2 \rightarrow HSO_3C_6H_4N.NC_6H_2NH_2C_6H_4 + H.C_2H_3O_2$			
Oxalatos		Coloración azul.				
$C_2O_4^{=}$	Difenilamina.	Coloradion azan	$C_2O_4^{-2} + C_6H_5.NH.C_6H_5 + calor \rightarrow C_6H_5NH_2 + C_6H_4(COO^-)_2$			
Percloratos		Dropinitado o coloración	$CLO_4^- + ZnSO_4 \rightarrow ZnCLO_4 + NaSO_4^-;$			
CIO <sub>4</sub>	Azul de metileno	Precipitado o coloración violeta,	$ZnCLO_4 + [(CH_3)_2NC_6H_3CHSC_6H_3N(CH_2)]CI \rightarrow$			
•		violeta,	[(CH3)2NC6H3CHSC6H3N(CH2)]CIO4 + ZnCI			
Permanganatos	Hidróxido de potasio.	Coloración violeta.	$4KMnO_4 + 4KOH \rightarrow 4K_2MnO_4 + 2H_2O + O_2$			
MnO <sub>4</sub>	That exide de petaele.	Coloradion Violeta.	$3K_2MnO_4 + 2H_2O \rightarrow 2KMnO_4 + MnO_2 + 4KOH$			
Peróxido H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Sulfuro de plomo	Mancha blanca.	$PbS + 4H_2O_2 \rightarrow PbSO_4 + 4H_2O$			
Silicatos	Molibdato de amonio –	Coloración azul.	$SiO_3^{=}$ + (NH <sub>4</sub> )2MoO <sub>4</sub> + calor + NH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> NH <sub>2</sub> $\rightarrow$			
SilCatos SiO <sub>3</sub> <sup>=</sup>	bencina	Coloración azul.	$(NH_4)_3[SiMo_{12}O_{40}] + NHC_6H_4C_6H_4NH$			
_	Deficilia		, ,,,,			
Sulfatos	Rodizonato de sodio	Decoloración del reactivo.	$BaCl_2 + (COCOC.ONa)_2 \rightarrow (COCOC.OBa)_2$			
SO <sub>4</sub>			$(COCOC.OBa)_2 + SO_4^{=} \rightarrow (COCOC.ONa)_2 + BaSO_4$			
Sulfuros S <sup>=</sup>	Nitroprusiato de sodio	Coloración violeta	$Na_2S + Na_2[Fe(CN)_5NO] = Na_4 [Fe(CN)_5NOS]$			
	p- dimetilaminoanilina	Coloración azul-clara	$(CH_3)_2 NC_6H_4NH_2 + H_2S + (CH_3)_2 NC_6H_4NH_2 + 6FeCl_3 \rightarrow 6FeCl_2 +$			
			$NH_4CI + 4HCI + [(CH_3)_2NC_6H_3SN.C_6H_3N(CH_3)_2]CI$			

## Continuación del Cuadro N° 8

Cuadro N° 8: 9.32 RESUMEN DE IDENTIFICACIÓN DE ANIONES						
ANION	REACTIVO	OBSERVACIÓN	REACCION			
Tiocianatos CNS <sup>-</sup>	Yodo – azida.	Desprendimiento de nitrógeno gaseoso N <sub>2</sub>	$I_2 + 2NaN_3 + CNS^- \rightarrow 2NaI + 3N_2$			
Tiosulfatos S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>=</sup>	Yodo – azida.	Desprendimiento de nitrógeno gaseoso N <sub>2</sub>	$2NaN_3 + 2I_2 + Na_2S_2O_3 \rightarrow 4NaI + 3N_2 + S_2O_3$ $Ag_2S_2O_3 + H_2O \rightarrow Ag_2S + H_2SO_4$ $Ag_2S_2O_3 + 3Na_2S_2O_3 \rightarrow 2Na_3[Ag(S_2O_3)_2]$			
Yodatos IO₃⁻	Tiocianato de potasio	Coloración azul,	$61O_3^- + 5CNS^- + 6H^+ + 2H_2O \rightarrow 3I_2 + 5HCN + 5HSO_4^-$			
Yoduros I <sup>-</sup>	Solución de almidón	Coloración azul.	2HI + 2HNO <sub>2</sub> $\rightarrow$ I <sub>2</sub> + 2NO + 2H <sub>2</sub> O I <sub>2</sub> + HCN $\rightarrow$ ICN +HI			



## 10.0: IDENTIFICACIÓN DIRECTA DE CATIONES.

CATION: ( de cat e ion ) lon simple o complejo, con carga positiva.

# 10.1 ALUMINIO<sup>18</sup>, AI

Reacción con Alizarina S (Alizarín Sulfonato de Sodio).

Se forma en un precipitado o laca roja en solución anomiacal que es bastante estable en ácido acético diluido.

## Reactivos:

- Acido Acético 2N
- Alizarina S al 0.1% en Alcohol Etílico
- Hidróxido de sodio 2N

## Material y Equipo:

- Gotero
- Placa de toque

#### **Procedimiento:**

- a) Tratar la solución en análisis con suficiente hidróxido de sodio.
- b) Colocar una gota de la solución en análisis en una placa de toque.
- c) Agregar una gota de alizarina S y seguidamente gotas de ácido acético,
- d) hasta que el color violeta desaparezca y una gota en exceso.

Aparecerá una coloración precipitado rojo.

NOTA: Hacer un blanco con solución de hidróxido de sodio.

# 10.2 AMONIO<sup>18</sup>, NH<sup>+4</sup>

## Reactivo Cloruro de p-Nitrobenceno – Diazonio "Solución Riegler"

Con sales de amonio, en presencia de solución de hidróxido de sodio, el reactivo (I) produce una coloración roja debido a (II)

$$O_2N$$
  $\longrightarrow$   $N_2CI + 2NH_4OH  $\rightarrow 0_2N$   $\longrightarrow$   $N=NONH_4 + NH_4CI + H_2O$  (II)$ 

## Reactivo:

- Acido Clorhídrico concentrado
- Oxido de Calcio (s)
- p-nitroanilina\* (s)

## Material y Equipo:

- Gotero
- Placa de toque

### **Procedimiento:**

- a) Colocar 1 gota de solución en análisis (neutra o débilmente ácida) sobre una placa de toque.
- b) Adicionar 1 gota del reactivo y un pequeño granulo de óxido de calcio.
- c) Llevar un ensayo en blanco con 1 gota de aguaSe forma una zona roja alrededor del óxido de calcio.

\*Reactivo: Solución Riegler.

Disolver 1 g p-nitroanilina en 2mL de ácido clorhídrico concentrado más 20 mL de agua y disolver con 160 ml de agua destilada.

Se enfría y agregar 20 mL de nitrato de sodio 2-5% con fuerte agitación, continuando hasta disolución total.

El reactivo se enturbia con el tiempo, pero se le puede emplear después de filtrado.

# Ensayo vía seca 7,18

## Ensayo a la llama

Todas las sales de amonio se volatilizan o descomponen cuando son calentadas a temperaturas próximas a las correspondientes al color rojo. En algunos casos cuando también el ácido es volátil, los vapores se combinan al enfriarse para volver a formar la sal. Ej. Cloruro de amonio.

## 10.3 ANTIMONIO<sup>18</sup>, Sb

### Reacción con Rodamina-B o Tetraetilrodamina.

Se obtiene una coloración violeta o azul con antimonio pentavalente. El trivalente no da esta reacción, por lo que debe ser oxidado con nítrito de potasio o sodio y ácido clorhídrico concentrado. Estaño y hierro en pequeñas cantidades no interfieren mercurio, talio, plata, molibdeno y tungstatos en soluciones ácidas producen soluciones coloreadas parecidas.

$$SbCl_3 + HCl \rightarrow SbCl_2 + H^+ + 2Cl^-$$

$$(C_{2}H_{5})_{2}N \xrightarrow{COOH} +SbCl_{2} \xrightarrow{N (C_{2}H_{5})_{2}} (C_{2}H_{5})_{2}N \xrightarrow{O} +N (C_{2}H_{5})_{2}$$

## Reactivos:

## Material y Equipo::

- Acido Clorhídrico concentrado
- Goteros

- Nitrito de Sodio al 2%

- Placa de porcelana

- Rodamina B\* (s)

## **Procedimiento:**

- a) Acidificar fuertemente la solución problema con ácido clorhídrico concentrado y agregar nitrito de sodio o potasio para oxidar el antimonio.
- b) Colocar en la placa de porcelana 1 mL del reactivo rodamina B.
- c) Adicionar sobre el reactivo 1 gota de la solución problema.
   El color rojo claro del reactivo cambia a violeta.

## Ensayo por vía seca:

# Ensayo en carbón vegetal <sup>7</sup>

- a) Colocar la solución en análisis o compuesto sólido sobre el carbón vegetal.
- b) Adicionar carbonato de sodio y calentar con la llama.
   Se obtiene un régulo metálico frágil rodeado de una incrustación blanca.

<sup>\*</sup>Reactivo: 0.01g de rodamina – B en 100 mL de agua destilada.

# 10.4 ARSENICO<sup>18</sup>, As

#### Reacción con Solución de Acetato de Uranilo

Se forma un precipitado gelatinoso, amarillo pálido de arseniato de uranilo y amonio, UO<sub>2</sub>(NH<sub>4</sub>)AsO<sub>4</sub>, en presencia de un exceso de acetato de amonio, soluble en ácidos minerales e insoluble en ácido acético.

Si la precipitación se efectúa con solución caliente de arseniato, se obtiene un precipitado granuloso. Esta reacción proporciona un excelente método para diferenciar arseniatos de arsenitos que no da precipitado con este reactivo

 $Na_2HAsO_4 + UO_2(C_2H_3O_2)_2 + NH_4OH \rightarrow UO_2(NH_4)AsO_4 + 2Na.C_2H_3O_2 + H_2O_4$ 

#### Reactivos: Material y Equipo:

Acetato de Amonio 2N
 Beaker de 30 mL

- Acetato de Uranilo 0.1N - Tubo de ensayo

#### **Procedimiento:**

- a) Colocar en un tubo de ensayo de 10 a 20 gotas de la solución a analizar (fría o caliente).
- b) Agregar solución de acetato de amonio 2N en exceso.
- c) Adicionar 5 gotas de acetato de uranilo 0.1 N, formará precipitado amarillo pálido, gelatinoso.

## Ensayo por vía seca: 7

## Ensayo sobre carbón vegetal

- a) Colocar la solución en análisis sobre el carbón.
- b) Adicionar carbonato de sodio y calentar.
- c) Producirá incrustaciones blancas de óxido arsenioso y da olor oliáceo durante el calentamiento.

## 10.5 BARIO, 18 Ba++

### Reactivo Rodizonato de Sodio.

En solución neutra se forma un precipitado pardo rojizo de la sal de bario del ácido rodizónico.

Las sales de calcio no interfieren; las sales de estroncio reaccionan como las de bario; el precipitado de rodizonato de estroncio es totalmente soluble en ácido clorhídrico diluido. Otras por ejemplo los que son precipitados por sulfuros de hidrogeno y por sulfuro de amonio, deben estar ausentes.

### Reactivos:

#### Material y Equipo:

- Ácido Clorhídrico 0.5N - Gotero

- Rodizonato de Sodio al 5% - Papel filtro

#### **Procedimiento:**

 a) Colocar una gota de la solución a analizar (la cual tiene que estar neutra o débilmente ácida) sobre un papel para reacciones a la gota. b) Adicionar una gota de solución acuosa de rodizonato de sodio al 5%.

Se obtiene una mancha parda o parda rojiza.

En presencia de estroncio.

La mancha parda rojiza de rodizonato de bario se trata con una gota de ácido clorhídrico 0.5N; el rodizonato de estroncio se disuelve, mientras que el proveniente del bario da una sal ácida de color rojo brillante.

## Ensayo por vía seca: 7

#### Coloración a la llama.

Cuando las sales de bario se calientan en la llama no luminosa de bunsen esta adquiere un color verde amarillento.

# 10.6 BERILIO<sup>18</sup>, Be

#### Reacción con Quinalizarina:

Son reacciones débilmente alcalinas de sales de berilio se obtiene una coloración rojo azulada. El reactivo solo, en soluciones débilmente alcalinizadas, forma un color violáceo característico; pero bastante diferente del azul del complejo de berilio.

-Agua destilada.

- Goteros

-Solución Quinalizarina 0.05 %

- Placa de toque.

en Hidróxido de Sodio 0.1 N

#### **Procedimiento:**

- a) Colocar en cavidades adyacentes de la placa de toque, una gota de la solución en análisis y una gota de agua destilada.
- b) Agregar a cada una 1 gota del reactivo.

Se obtiene una coloración azul.

## Ensavo por vía seca: 7,18

### Ensayo con carbón vegetal

Calentamiento de la muestra con unas gotas de solución de nitrato de cobalto al 2% sobre carbón se obtiene una masa gris.

# 10.7 BISMUTO<sup>18</sup>, Bi

### Reacción con Solución de Yoduro de Potasio.

Da precipitado de yoduro de bismuto pardo oscuro fácilmente soluble en exceso de reactivo dando una solución amarilla de la sal compleja K [Bil<sub>4</sub>].

El complejo se descompone por dilución primero de un precipitado de yoduro y luego un precipitado anaranjado de yoduro básico (Bi0)I.

$$Bi(N0_3)_3.5H_20 + KI \rightarrow BiI_3 + 3KN0_3 + KI pardo oscuro.$$

$$BiI_3 + KI \rightarrow K[BiI_4] \text{ solución amarilla}$$

$$BiI_3 + H_20 \rightarrow 2HI + (Bi0)I \text{ coloración anaranjada.}$$

## Reactivo: Material y Equipo:

-Solución de Yoduro de Potasio 0.1 M - Goteros

- Tubos de ensayo

#### **Procedimiento:**

- a) Colocar en un tubo de ensayo 5 a 10 gotas de solución a analizar.
- b) Adicionar solución de yoduro de potasio da precipitado naranja.
- c) Adicionar exceso de yoduro de potasio, da solución pardo oscuro que se descompone en solución amarilla y precipitado pardo oscuro.

## Ensayo por vía seca 7,9,18

## Ensayo al soplete

- a) Colocar la muestra sobre carbón
- b) Adicionar carbonato de sodio y calentar.

Produce régulo quebradizo del metal, rodeado por una incrustación amarilla de óxido.

# 10.8 CADMIO<sup>18</sup>, Cd

#### Reacción con Dinitro-difenilcarbazida.

El reactivo colorea de pardo al hidróxido de cadmio que, con formaldehído, se torna rápidamente azul verdoso.

### Reactivos:

## Material y Equipo.

- Cianuro de Potasio al 10%

- Goteros
- Dinitrofenilcarbazida al 0.1% en alcohol
- Placa de porcelana

- Formaldehído al 40%
- Hidróxido de Sodio al 10%

#### **Procedimiento:**

- a) Colocar sobre la placa de porcelana 1 gota de la solución en análisis ácida, neutra o amoniacal.
- b) Mezclar con 1 gota de hidróxido de sodio al 10% más 1 gota de cianuro de potasio al 10%.
- c) Agregar 1 gota de reactivo y 2 gotas de formaldehído al 40% (el reactivo cambia de rojo a violeta con el formaldehído)
  - Se produce un precipitado pardo que rápidamente se torna azul verdoso.

# Ensayo por vía seca 7,9,17

### Ensayo al soplete.

- Colocar la muestra sobre el carbón vegetal
- Adicionar carbonato de sodio sólido y llevar al soplete.

Se producen incrustaciones pardas de óxido de cadmio.

## 10.9 CALCIO<sup>18</sup>, Ca

#### Reacción con Oxalato de Amonio.

Se produce un precipitado blanco de oxalato de calcio CaC<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.H<sub>2</sub>O, que se forma con soluciones concentradas y lentamente con soluciones diluidas.

Se facilita la precipitación alcalinizando la solución con amoniaco. El precipitado es prácticamente insoluble en agua y ácido acético.

$$(NH_4)_2C_2O_4$$
 — Ca $C_2O_4$  precipitado blanco

<u>Reactivo:</u> <u>Material y Equipo:</u>

- Oxalato de Amonio 2N - Goteros

- Vidrio de reloj

### **Procedimiento:**

- a) Colocar una gota de la solución a analizar sobre un vidrio de reloj colocado sobre un fondo negro.
- b) Agregar de 1 a 2 gotas del reactivo.
- c) La presencia de calcio se revela por la formación sobre la superficie del liquido y luego de un precipitado blanco y denso.

# Ensayo por vía seca 7,18

#### Ensayo a la llama:

Los compuestos volátiles de calcio imparten a la llama de bunsen una coloración rojo.

10.10 COBALTO<sup>18</sup>, Co

Reactivo: Solución de Tiocianato de amonio.

Se produce una solución azul debido al ión cobaltotiocianato,

Co [(CNS)<sub>4</sub>]<sup>2</sup>, por adición de una solución concentrada de NH<sub>4</sub>-CNS (mejor usan la sal sólida)

$$Co (NO_3)_2 + 4HCNS \rightarrow H_2 [Co(CNS)_4] + 2HNO_3$$

Si hay iones hierro se evita agregando una solución de fluoruro de sodio ó tiocianato de sodio.

Reactivo: Material y Equipo:

-Solución saturada de Tiocianato de Amonio en Acetona

- Frascos goteros
- Placa de toque

#### **Procedimiento:**

 a) Mezclar sobre placa de toque 1 gota de solución en análisis con 5 gotas de solución saturada de tiocianato de amonio en acetona.

Aparecerá coloración de verde a azul.

Ensayo por vía seca: 7,9,18

Ensayo de la Perla de bórax.

Un mineral de cobalto fundido con bórax sólido da un color azul oscuro característico.

## Ensayo al soplete.

La muestra más la adición de carbonato de sodio sólido produce perlas de cobalto de color gris.

# 10.11 COBRE<sup>18</sup>, Cu.

Reacción por Catálisis de la reacción de los iones férrico con tiosulfato.

Las sales férricas reaccionan con los tiosulfatos según:

Fe<sup>+3</sup> + 
$$2S_2O_3$$
<sup>=</sup>  $\longrightarrow$  [Fe(S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]<sup>-</sup> iones complejos violeta reacción I.  
[Fe(S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]<sup>-</sup> + Fe<sup>+3</sup>  $\longrightarrow$  2Fe<sup>+2</sup> + S<sub>4</sub>O<sub>6</sub><sup>=</sup> reacción II.

La reacción I es rápida; la reacción II es lenta; pero se acelera en forma apreciable por vestigio de sales de cobre.

Si la reacción se efectúa en presencia de un tiocianato que sirve de indicador de la presencia del ión férrico, y también, retarda la reacción II, entonces, el tiempo que se requiere para la decoloración permite la apreciación de pequeñas cantidades de iones cúpricos.

### Reactivos:

### Material y Equipo:

Agua destilada.

Goteros

Tiocianato Férrico 2N

Placa de porcelana.

Tiosulfato de Sodio al 0.1N

### **Procedimiento:**

- a) Colocar en una placa de toque y en cavidades adyacentes 1 gota de agua destilada y en la otra la solución a analizar.
- Agregar a cada una 1 gota de tiocianato férrico y 3 gotas de tiosulfato de sodio 0.1N.

- c) El blanco decolora totalmente en 1.5 2 minutos.
- d) La solución en análisis decolora instantáneamente.

Reactivo: 1.5g de cloruro férrico y 2.0g tiocianato de potasio en 100ml de agua destilada.

#### Ensayo por vía seca:

### Perla de bórax 7,9,18

En llama oxidante en caliente produce color verde y en frío produce color azul

En llama reductora produce color rojo y se obtiene mejor agregando vestigios de estaño o humedeciendo con cloruro estannoso.

# Ensayo al Soplete <sup>7,9,18</sup>.

Al calentar la muestra sobre el carbón vegetal con carbonato de sodio produce cobre metálico rojo sin óxido, el cuál es visible.

# 10.12 CROMO<sup>7,18</sup>, Cr

#### Reacción con Difenilcarbazida.

En esta reacción no deben haber grandes cantidades de halógenos ya que impiden la acción catalítica de los iones plata.

Las soluciones de cromatos dan en ácidos minerales diluidos, un compuesto soluble de color violeta con la difenilcarbazida.

Interfieren las sales de cobre, manganeso, níquel y cobalto, debido a su

precipitación por el alcalí.

2CrCl<sub>3</sub> + K<sub>2</sub>O<sub>8</sub>S<sub>2</sub> + AgNO<sub>3</sub>+ difenilcarbazida 
→ Forma coloración roja

Reactivo: Material y Equipo:

-Difenilcarbazida al 1% en Alcohol -Agitador

-Solución de Nitrato de Plata al 2% -Goteros

-Solución saturada de Persulfato de Potasio -Placa de toque

### **Procedimiento:**

a) Acidificar la solución de análisis con 1 gota de persulfato de potasio y una gota de solución de nitrato de plata al 2%.

b) Colocar sobre la placa de toque 1 gota de la solución a analizar.

c) Dejar reposar 2-3 minutos (para que pase a cromato).

d) Agregar 1 gota de difenilcarbazida.

e) Se obtiene un color de violeta a rojo.

Ensayo por vía seca: 7,9

### Ensayo al soplete

Todos los compuestos de cromo cuando se calientan sobre carbón con carbonato de sodio, forman una masa infusible verde de sesquióxido de cromo, Cr<sub>2</sub>O<sub>3.</sub>

#### Perla de Bórax

La muestra produce tanto en llama oxidante como en reductora color un verde.

# **10.13** ESTAÑO<sup>18</sup>, Sn

### Reacción con Dimetilglioxima- Cloruro Férrico.

No produce coloración cuando las sales férricas se mezclan con dimetilglioxima y una pequeña cantidad de solución de amoniaco; pero si hay presente vestigios de hierro ferroso, producido por reducción con iones estannosos, da coloración rojo obscura debida a la dimetilglioxima ferrosa.

Produce color o precipitado rojo.

### Reactivos:

-Ácido Clorhídrico 2N

- Acido Tartárico (s)

- Amoniaco 2N

- Cloruro Férrico 0.1N

- Dimetilglioxima al 1% en Alcohol Etílico

### Materiales y Equipo:

- Agitador de vidrio
- Frascos goteros
- Microespatula
- Placa de porcelana

#### **Procedimiento:**

 a) Sobre la placa de porcelana mezclar 1 gota de la muestra fuertemente ácida con 1 gota de solución de cloruro férrico 0.1N acidificada con ácido clorhídrico.

 b) Después de 1 minuto agregar un cristal pequeño de ácido tartárico (impide la precipitación del hidróxido férrico) agitar a disolver.

c) Adicionar 1 gota de solución alcohólica de dimetilglioxima al 1%.

d) Adicionar 1 gota de solución de amoniaco.

Produce coloración roja.

Ensayo por vía seca 7,9,18

#### Ensayo al soplete.

Todos los compuestos de estaño al ser calentarlos sobre carbón vegetal y carbonato de sodio sólido; producen un régulo maleable, que no raya sobre papel como el lápiz. Una parte del metal se oxida a óxido estannico con calentamiento fuerte, dando incrustación blanca sobre el carbón.

# 10.14 ESTRONCIO<sup>18</sup>, Sr ++

#### Reactivo Rodizonato de Sodio.

En solución neutra se produce un precipitado pardo rojizo de rodizonato de estroncio.

Para investigar estroncio en presencia de bario, se transforma este en cromato de bario insoluble. El cromato de bario no reacciona con el rodizonato de sodio; pero el cromato de estroncio más soluble reacciona normalmente.

Material y Equipo:

## Reactivo:

- Cromato de Potasio solución saturada - Gotero

- Rodizonato de Sodio al 2% - Papel filtro

#### **Procedimiento:**

- a) Impregnar una porción de papel filtro con una solución saturada de cromato de potasio, y dejar secar.
- b) Colocar una gota de la solución en análisis sobre este papel
- c) Después de un minuto, se agrega 1 gota de rodizonato de sodio al 2% sobre la mancha húmeda.
- d) Se forma una mancha o anillo pardo rojizo.

# Ensayo por vía seca: 7,18

### Coloración de la llama:

Los compuestos volátiles de estroncio, especialmente el cloruro, imparten un color característico carmín rojo a la llama no luminosa de bunsen.

## 10.15 HIERRO<sup>18</sup>, Fe

## Reacción con Dimetilglioxima.

En solución amoniacal forma dimetilglioxima ferrosa soluble, de color rojo; las sales férricas no dan coloración; pero interfieren el níquel, cobalto y grandes cantidades de cobre, por lo que deben estar ausentes.

La reacción puede efectuarse en presencia de cianuro de potasio para eliminar la interferencia del niquel.

FeS0<sub>4</sub> + C<sub>4</sub>0<sub>6</sub>H<sub>4</sub> + C<sub>2</sub>(N0H)<sub>2</sub>(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> + NH<sub>4</sub>0H 
$$\longrightarrow$$
 Forma coloración azul.

### Reactivos:

- Ácido Tartárico (s)
- Amoniaco 2N
- Cianuro de Potasio al 10%
- Dimetilglioxima al 1% en Alcohol Etílico

### Material y Equipo:

- Goteros
- Microespatula
- Placa de toque

### **Procedimiento:**

- a) Mezclar en una placa de toque una gota de la solución en análisis con una gota de cianuro de potasio al 10% y adicionar unpequeño cristal de ácido tartárico.
- b) Introducir una gota de dimetilglioxima.
- c) Adicionar 2 gotas de solución amoniacal.
- d) Producirá una coloración roja

# Ensayo por vía seca 7,9,18

## Ensayo al soplete

Cuando los compuestos de hierro se calientan sobre carbón con carbonato de sodio se producen partículas grises metálicas de hierro; con frecuencia, son difíciles de ver, pero se pueden separar del carbón por medio de un imán.

### Ensayo a la perla de Bórax:

Con pequeñas cantidades de hierro, en llama oxidante, es pardo amarillento y amarilla en frío, y en llama reductora es verde pálido.

## 10.16 LITIO18, Li<sup>+</sup>

Reactivo: Solución de Fluoruro de Amonio.

En solución amoniacal se forma un precipitado blanco gelatinoso, de fluoruro de litio.

$$Li CL + NH_4F = LiF + NH_4CL$$

#### Reactivo: Material y Equipo:

-Solución de Fluoruro de Amonio 2N - Goteros.

- Tubo de ensayo.

#### **Procedimiento:**

- a) Colocar en un tubo de ensayo 0.5 mL de la muestra en análisis.
- b) Adicionar 2-4 gotas de fluoruro de amonio.

Forma un precipitado blanco gelatinoso de fluoruro de litio.

## Ensayo vía seca:

### Coloración de la llama 7:

En llama no luminosa de bunsen da color rojo carmín

El color se enmascara con cantidades de sales de sodio y que puede observar con un vidrio grueso de azul de cobalto.

# 10.17 MAGNESIO<sup>18</sup>, Mg<sup>++</sup>

## Reactivo Amarillo de Titán (Clayton o Amarillo de Tiazol)

El Amarillo de Titán también conocido como Amarillo de Clayton o Amarillo de Tiazol es un colorante amarillo, soluble en agua.

Es absorbido por el hidróxido de magnesio, produciendo una coloración o un precipitado rojo intenso. El bario y el calcio no reaccionan pero identifican el color rojo.

 $MgSO_4 + Na_2C_{28}H_{18}N_5S_4O_6 + NaOH \rightarrow Mg(OH)_2$  Precipitado rojo

Reactivos:

Material y Equipo:

- Amarillo de Titán\* 0.1%
- Hidróxido de Sodio 0.1 N

- Gotero

-Placa de toque

#### **Procedimiento:**

- a) Colocar una gota de la solución en análisis sobre la placa de toque.
- b) Agregar 1 gota de amarillo de titan y 1 gota de hidróxido de sodio 0.1 N
- c) Se producirá una coloración o precipitado rojo.

\*Reactivo: es una solución acuosa amarilla de titán al 0.1 % agua

Ensayo por vía seca 7,9,18:

Ensayo al Soplete.

Todos los compuestos de magnesio calentados sobre carbón con carbonato de sodio se convierten en óxido de magnesio blanco, que en caliente toma un brillo incandescente.

Humedeciendo con una o dos gotas de Co(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> (nitrato de cobalto) y volviendo a calentar fuertemente, se obtiene una masa rosada.

10.18 MANGANESO<sup>18</sup>, Mn

Reacción con Persulfato de Amonio.

Calentando las sales de manganeso en soluciones de ácido sulfúrico o nítrico diluido con persulfatos, reaccionan formando dióxido de manganeso hidratado, sin embargo, si la solución contiene ión plata como catalizador, la oxidación prosique hasta la formación de permanganatos

$$2Mn^{+2} + 5S_2O_8^{-2} + 8H_2O \rightarrow 2MnO_4^{-1} + 10SO_4^{-2} + 16H^+$$

No debe hallarse presentes: cloruros, bromuros, ioduros y otras sales que precipiten con la plata, como tampoco compuestos que reaccionan con el ácido permangánico (Fe<sup>+2</sup>)

### Reactivos:

## Material y equipo:

Ácido Sulfúrico concentrado - Agitador

- Nitrato de Plata 0.1N - Espatula

Persulfato de Amonio (s)
 Goteros

- Mechero bunsen

- Tubo de ensayo

#### **Procedimiento:**

a) Colocar una gota de solución en análisis en un tubo.

- b) Agregar una gota de ácido sulfúrico concentrado y una gota de nitrato de plata 0.1 N
- c) Agitar
- d) Agregar unos miligramos de persulfato de amonio sólido y se calienta suavemente.
- e) Aparecerá color característico el ácido permangánico.

# Ensayo por vía seca 7:

## Ensayo a la perla de bórax

La perla producida en la llama oxidante con pequeñas cantidades de sales de manganeso es violeta en caliente y rojo amatista en frío.

# 10.19 MERCURIO<sup>18</sup>, Hg

### Reacción con Difenilcarbazida:

En la solución ácida da precipitado azul de composición indeterminada. Especifico en solución de ácido nítrico 0.2N.

### Reactivos: Material y Equipo:

- Acido Nítrico 0.2N - Gotero

- Acido Nítrico 0.5N - Papel Litmus rojo ó azul.

- Difenilcarbazida al1% en Alcohol Etílico - Placa de toque.

#### **Procedimiento:**

- a) Corroborar acidez de solución problema (con ácido nítrico 0.2N).
- b) En la placa de porcelana colocar 1 gota de la muestra.
- c) Adicionar una gota de ácido nítrico 0.5N.
- d) Agregar una gota del reactivo.

Produce el reactivo un cambio de color de rojizo a violeta / azul.

#### Ensayo por vía seca:

#### Ensayo por tubo abierto

La muestra más carbonato de sodio anhidro produce globulillos metálicos grises en la parte superior del tubo.

#### NOTA:

El calor debe ser aplicado con cuidado para asegurar una perfecta oxidación.

Los vapores de mercurio son extremadamente tóxicos y no se debe usar en la investigación, una cantidad mayor de 0.5g de sustancia.

## 10.20 MOLIBDENO<sup>18</sup>, Mo

### Reactivo Fenilhidrazina (C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>. NH<sub>2</sub>)

Se produce una coloración o precipitado rojo cuando reacciona con molibdato en el exceso de fenihildrazina produciendo un compuesto coloreado.

 $(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O + C_6H_5.NHNH_2$  Complejo coloreado rojo.

### Reactivo:

### Material y Equipo:

- Ácido Acético Glacial

- Gotero
- Fenilhidrazina\* (s)
- Placa de toque

#### **Procedimiento:**

 Mezclar 1 gota de la solución en análisis y una gota del reactivo sobre la placa de toque.

Aparecerá una coloración roja.

\*Reactivo: es una solución de una parte de fenilhidrazina disuelta en 2 partes de ácido acético glacial.

# Ensayo por vía seca 7,18

## Perla de sal microscópica.

En llama oxidante es de color amarilla a verde en caliente, e incolora en frío.

En llama reductora es de color parda en caliente y verde en frío.

# 10.21 NIQUEL18, Ni

### Reactivo: Dimetilglioxima o Reactivo de Tschugaett

Interfieren: hierro ferroso, bismuto y cobalto cuando están en una concentración 10 veces mayor que el níquel. La interferencia, se evita agregando un tartrato.

#### Reactivos:

### Material y Equipo:

- Amoniaco al 2%

- Gotero

- Dimetilglioxima al 1% en Alcohol Etílico

- Placa de toque

#### **Procedimiento:**

- a) Colocar 1 gota de solución en análisis sobre la placa
- b) Adicionar 1 gota de la solución de dimetilglioxima al 1%.
- c) Agregar 1 gota de solución diluida de amoniaco al 2%.

Da precipitado o mancha roja.

# Ensayos por vía seca 7,9,18:

## Ensayo al soplete

Muestra con carbonato de sodio produce laminillas de níquel color gris

### Ensayo a la perla de bórax

Esta se colorea de pardo en llama oxidante debido a la formación de metaborato de níquel Ni (BO<sub>2</sub>)<sub>2</sub>, y gris en llama reductora debido a la formación de níquel metálico.

10.22 ORO<sup>18</sup>, Au

## Reactivo p- Dimetilamin - benziliden - rodamina

HN 
$$-$$
 CO  $|$  SC  $C = CH$   $\longrightarrow$  N  $(CH_3)_2$ 

En solución neutra o débilmente ácida se produce u precipitado rojo violeta. Las sales de plata, mercurio, cobre y paladio dan compuestos coloreados con el reactivo y por lo tanto deben estar ausentes.

HN — CO  

$$|$$
 SC C = CH  $|$  N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> + Au<sub>2</sub>0  $|$  Produce mancha violeta

#### Reactivo:

#### Material y Equipo:

- p-Dimetilamin-benziliden-rodamina

- Gotero

al 0.03% en Acetona.

- Papel filtro

#### **Procedimiento:**

- a) Humedecer una tira de papel para reacción a la gota en el reactivo y secar
- b) Se coloca sobre la gota del reactivo una gota de la solución a analizar neutra o débilmente ácida.

Se obtiene un anillo o mancha violeta.

## Ensayo por vía seca <sup>7,9</sup>:

### Ensayo al soplete.

Calentado muestra más carbonato de sodio produce partículas metálicas amarillas, maleables, que son insolubles en ácido nítrico, pero solubles en agua regia.

# 10.23 PLATA<sup>18</sup>, Ag

#### Reacción con Solución de Cromato de Potasio

Se obtiene un precipitado rojo de cromato de plata, Ag<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> insoluble en ácido acético diluido, soluble en ácido nítrico y en amoniaco.

$$2AgNO_3 + K_2CrO_4 \rightarrow Ag_2CrO_4 + 2KNO_3$$

# Reactivos: <u>Material y Equipo:</u>

- Cromato de Potasio al 1% en Acido

- Agitador de vidrio.

Acético 1N

- Vidrio de reloj o placa de

porcelana

#### **Procedimiento:**

- a) Colocar 1 gota de muestra en vidrio de reloj o placa de porcelana
- b) Agregar 1 gota de solución de carbonato de amonio y agitar (para que precipiten los iones de mercurio y plomo).
- c) Tomar 1 gota de solución límpida y colocarla sobre el papel para reacción a la gota.
- d) Agregar una gota de reactivo de cromato de potasio.

Producirá un anillo rojo de cromato de plata.

# 10.24 PLATINO<sup>18</sup>, Pt.

## Catálisis de reacción del Acetato de Níquel con el Hipofosfito de Sodio.

El hipofosfito de sodio reduce muy lentamente las soluciones acuosas de sales de níquel a níquel metálico.

La reacción se acelera considerablemente mediante pequeñas cantidades de platino.

$$C_2O_4Ni_2 + NaHPO_3 + Pt^{\circ} \rightarrow 2Ni^{\circ} + C_2O_4^{=} + Na^{+} + HPO_3^{-} + Pt^{\circ}$$

### Reactivos:

## Materia y Equipo:

- Acetato de Níquel al 1%.

- Baño maría.

- Hipofosfito de Sodio solución saturada

- Goteros

- Tubo de ensayo

#### **Procedimiento:**

a) Colocar en dos tubos de ensayo 10mL. de solución de acetato de níquel
 1% y 1 mL. solución saturada de hipofosfito de sodio.

- b) Introducir en uno de los tubos 1 mL. de la solución en análisis neutra o débilmente ácida y al otro 1 mL. de agua destilada (blanco)
- c) Colocar ambos tubos en el Baño María de 2-30 min.

El níquel se separa de la solución que contiene platino, en parte como polvo negro y parte como espejo metálico el ensayo en blanco permanece verde.

# Ensayos por vía seca <sup>7,8</sup>:

### Carbón vegetal.

La muestra más carbonato de sodio sobre el carbón hacen que los compuestos de platino se reduzcan a un color vegetal gris esponjoso.

El residuo es insoluble en ácido minerales concentrados, solo es soluble en agua regia.

# 10.25 PLOMO<sup>18</sup>, Pb

#### Reacción de Tretametildiaminodifenilmetano:

Se forma en las condiciones experimentales un producto se oxidación, azul. Interfiere: bismuto cuando su concentraciones 11 veces mayor a la del plomo.

$$H_2O_2 + NH_4OH + Pb(NO_3)_2$$
 Presenta coloración azul.

- Goteros.

### Reactivos:

Material y Equipo:

- Acido Acético Glacial

- Agua destilada - Papel fiiltro Whatman N° 3 MM

- Amoniaco 2N - Vidrio reloj

- Peroxido de Hidrógeno 20 vol.

- Tetrametildiaminodifenilmetano\* (s)

### **Procedimiento:**

(Tetrabase)

- a) Colocar 1 gota de peroxido sobre el papel filtro.
- b) Inmediatamente adicionar sobre ella 1 gota de amoniaco diluido y 1 gota de solución en análisis.
- c) Dejar sobre un vidrio de reloj en reposo al aire por unos minutos forma peroxido de plomo y el peroxido en exceso no es perjudicial.
- d) Adicionar 1 gota de la tetrabase.

\*Reactivo: 0.05g tetrabase en 10 mL de ácido acético glacial y diluido a 100 mL con agua destilada.

Ensayo por vía seca.

### **Ensayo al soplete:**

Muestra más carbonato de sodio produce regulo maleable de plomo (es blando y raya sobre papel, como el lápiz) rodeada de incrustaciones amarillas de monóxido de plomo.

# 10.26 POTASIO18, K+

## Reactivo: Cobaltinitrito de Sodio y Nitrato de Plata

Se aplica a soluciones que no contienen halogenuros la precipitación de sales de potasio con cobaltinitrito de sodio y solución de nitrato de plata da el compuesto  $K_2Ag[Co(NO_2)_6]$  que es menos soluble que el correspondiente al sodio  $K_2Na[Co(NO_2)_6]$  por lo que la reacción es más sensible.

No deben estar presentes litio, talio y sales de amonio por que dan precipitados con la solución de cobaltinitrito de sodio.

$$2KCI + AgNO_3 + NaCo(NO_2)_6 \rightarrow K_2Ag[Co(NO_2)_6] + 2NaCI$$

### Reactivos:

### Material y Equipo:

- Ácido Acético al 2%

- Microespátula

- Cobaltinitrito de Sodio (s)

- Mortero y pistilo

- Solución Nitrato de Plata al 0.05%

- Placa de toqué "negra"

#### **Procedimiento:**

- a) La solución a analizar debe estar neutra o acidulada con ácido acético
- b) Colocar una gota de la solución a analizar en una placa de toque negra.
- c) Adicionar una gota de nitrito de plata al 0.05% y una pequeña cantidad de Cobaltinitrito de sodio finamente pulverizado.

Aparece un precipitado o enturbiamiento amarillo.

## Ensayo por vía seca 7,18:

#### Coloración de la llama

Muestra (compuesto de potasio con cloro) produce una coloración violeta (lila) en llama no luminosa de Bunsen

La llama amarilla producida por pequeñas cantidades de sodio que enmascaran el color violeta.

Al observarse a través de un vidrio grueso de azul de cobalto los rayos amarillos de sodio son absorbidos y la llama a rojo violeta de potasio se hace visible.

# 10.27 SELENIO<sup>18</sup>, Se

El selenio es semejante al azufre en muchas de sus propiedades se convierte por el ácido nítrico o por agua regia en dióxido de selenio.

## Reacción con Tiourea, CS (NH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>

La tiourea sólida o disuelta precipita, en frío, de las soluciones diluidas de los selenitos, el selenio como polvo rojo.

El telurio y bismuto dan precipitados amarillos; grandes cantidades de nitritos y de cobre interfieren.

$$H_2SeO_3 + 2CS(NH_2)_2 \rightarrow 2[CS(NH_2)_2]S_e + 3H_2O$$

Reactivo: Material y Equipo:

- Tiourea (s) - Gotero - Papel filtro

#### **Procedimiento:**

- a) Colocar un poco de tiourea en polvo sobre papel filtro.
- b) Humedecer con una gota de la solución a analizar.

Se formará selenio rojo anaranjado.

Ensayo por vía seca <sup>7,9,18</sup>

#### Ensayo al soplete.

Muestra más carbonato de sodio produce desprendimiento de olor a rábanos podridos.

10.28 SODIO<sup>18</sup>, Na

# Reactivo: Solución de acetato zinc y Uranilo

Se obtiene un precipitado amarillo, cristalino, de acetato de zinc y sodio y uranilo. Es una reacción bastante selectiva para el sodio.

Se ve afectada por el cobre, mercurio cadmio, aluminio, cobalto, níquel, magnesio. Cinc, calcio, estroncio, bario y amonio cuando se hallan presentes

en concentraciones mayores de 5g por litro; las sales de potasio y litio precipita si sus concentraciones en la solución exceden de 5g y 1g por litro respectivamente.

NaCl + $Zn(UO_2)_2(C_2H_3O_2)_9$  — Complejo coloreado amarillo

#### Reactivo:

- Acetato de Uranilo\* (s)
- Acetato de Zinc\* (s)
- Acido Acético al 30%
- Agua destilada
- Cloruro de Sodio (s)

#### **Procedimiento:**

- a) Colocar una gota de solución neutra en análisis sobre una placa de toque negra o vidrio de reloj sobre fondo negro
- b) Agregar 8 gotas del reactivo acetato de zinc-uranilo.
- c) Agitar con una varilla de vidrio.

Se forma enturbiamiento o precipitado amarillo.

#### \* Reactivo: Acetato de Uranilo

Disolver 10 g de acetato de uranilo en 6mL. de ácido acético al 30% se calienta si es necesario y se diluye con agua destilada a 50 ml (solución a) En otro recipiente colocar 30g acetato de zinc con 3mL. ácido acético al 30% diluir a 50 ml con agua destilada (solución b).

### Material y Equipo:

- Placa de toque negra
  - ó vidrio de reloj
- Varilla de vidrio

Se mezclan las dos soluciones y se agrega una pequeña cantidad de cloruro de sodio se deja en reposo por 24 horas, se filtra para separar el precipitado de acetato de sodio, zinc y uranilo. Usar el filtrado

# Ensayo vía seca 7,18

#### Coloración de la llama:

Muestra más la llama produce amarillo intenso en llama no luminosa de bunsen, por los vapores de sales de sodio.

# 10.29 TELURIO<sup>18</sup>, Te

## Reacción con Ácido Hipofosforoso.

Evaporando con ácido hipofosforoso, los teluritos y teluratos se reducen a telurio.

$$H_2P0_2^{-} + Te0_3^{-2} \rightarrow P0_4^{-3} + Te + H_20$$
  
 $3H_2P0_2 + 2Te0_4^{-2} \rightarrow 3P0_4^{-2} + 2Te + 2H^+ + 2H_20$ 

Deben estar ausentes las sales de plata, cobre, oro y platino, porque son reducidas a metal por el ácido hipofosforoso.

## Reactivos: Material y Equipo:

- Acido Clorhídrico 2N - Goteros.

- Acido Hipofosforoso al 50%. - Hot plate.

- Microcrisol de porcelana.

#### **Procedimiento:**

- a) En un microcrisol de porcelana, mezclar una gota de la solución en análisis en ácido inorgánico y una gota de ácido hipofosforoso al 50 %.
- b) Evaporar casi a sequedad.Se obtiene gránulos negros o una mancha gris de telurio.

## Ensayo por vía seca:

### Al Soplete.

Muestra más carbonato de sodio sobre carbón forma telururo de sodio  $(Na_2Te)$ , que puesto en contacto con una moneda de plata húmeda produce una mancha negra debida al telururo de plata  $(Ag_2Te)$ .

# 10.30 TITANIO<sup>18</sup>, Ti

### Reactivo Pirocatequina.

Con soluciones neutras o débilmente ácidas de sales de titanio se produce una coloración amarilla. Las sales de hierro, cromo, cobalto y níquel interfieren, como también grandes cantidades de ácido inorgánicos libres: los hidróxidos y carbonatos alcalinos reducen la sensibilidad de la reacción.

$$Ti^{+4}$$
+  $OH$   $OH$   $OH$  +  $Ti + H_2(g)$ 

### Reactivos:

## Material y Equipo:

- Ácido Sulfúrico 2N

- Gotero

- Pirocatequina al 10% (reciente)

- Papel filtro

#### **Procedimiento:**

- a) Impregnar el papel de reacción a la gota con el reactivo.
- b) Colocar una gota de la solución en análisis, en ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)
   sobre el papel reacción a la gota.

Se obtiene una mancha amarilla o rojo amarillenta.

Reactivo: Es una solución acuosa, recién preparada, de pirocatequina al 10% en agua.

#### Ensayo por vía seca:

#### Ensayo perla de bórax

- La perla sobre la llama oxidante es incolora cuando esta en caliente.
- Sobre la llama reductora es amarilla cuando esta en caliente
- Sobre la llama reductora es violeta cuando esta en frío.
- Este resultado se obtiene más rápido adicionando un poco de cloruro estannoso.

# 10.31 VANADIO<sup>18</sup>, V

## Reacción con Cloruro Férrico- dimetilglioxima

La reacción  $V^{+4} + Fe^{+3} \rightarrow V^{+5} + Fe^{+2}$  marcha de izquierda a derecha en solución alcalina y sentido inverso en solución ácida

En la investigación del vanadio se utiliza la coloración roja intensa que la dimetilglioxima da con las sales ferrosas y que los vanadatos reducen

fácilmente al estado tetravalente calentando con ácido clorhídrico concentrado.

$$V_2O_5 + 10 \text{ HCL} \rightarrow 2VCI_4 + CI_2 + 5H_2O$$

<u>Reactivo : Material y Equipo :</u>

-Ácido Clorhídrico concentrado - Gotero

-Amoniaco 2N - Microcrisol

-Cloruro Férrico al 1% - Papel filtro

-Dimetilglioxima al 1% en Alcohol Etílico

#### **Procedimiento:**

- a) Evaporar en un microcrisol, una gota de solución en análisis y 2 gotas de ácido clorhídrico concentrado casi a sequedad.
- b) Adicionar cuando esté frío 1 gota de solución de cloruro férrico al 1% más
   3 gotas de solución alcohólica de dimetilglioxima al 1% y alcalinizar con amoniaco.
- c) Sumergir el papel para reacción a la gota en la solución.

El precipitado de hidróxido férrico queda abajo y la solución roja del compuesto ferroso de dimetilglioxima difunde hacia arriba por los capilares del papel

Ensayos por vía seca 7,18:

Perla de Bórax:

En llama oxidante es incolora

En llama reductora es verde

10.32 ZINC<sup>18</sup>, Zn

Reactivo: Mercuritiocianato- Acetato de Cobalto

Las sales de zinc reaccionan en el mercuriatiocianato de amonio,  $(NH_4)_2$  [Hg  $(CNS)_+$ ], dando un precipitado blanco, cristalino; este con pequeñas cantidades de zinc se separan lentamente por sobre saturación:

$$Zn^{++} + [Hg(CNS)_4]^2 \rightarrow Zn [Hg(CNS)_4]$$

Las sales de cobalto reaccionan similarmente dando un compuesto azul cristalino, Co[Hg(CNS)<sub>4</sub>] la formación de cristales mixtos de mercuricianatos de cobalto y zinc evitan la sobresaturación. Si hay hierro presente, da coloración roja, que desaparece con fluoruro alcalino.

 $ZnSO_4 + CH_3COO_2CO + Co[Hg(CNS)_4] + NaF$  Forma precipitado azul. <u>Reactivos:</u> <u>Material y Equipo:</u>

Acido Clorhídrico 2N

- Acetato de Cobalto al 0.1%

- Agua destilada

- Cloruro Mercúrico \* (s)
- Fluoruro de Sodio (s)
- Tiocianato de Amonio\* (s)

Agitador de vidrio

Frascos goteros

- Placa de toque

217

**Procedimiento:** 

a) Acidular la solución en análisis con ácido clorhidrico y colorar 1 gota sobre

una placa de toque

b) Adicionar 1 gota de acetato de cobalto al 0.1% y 1 gota del reactivo

mercuritiocianato- acetato de cobalto más unos cristales de fluoruro de

sodio (sólido).

c) Frotar suavemente la placa con un agitador de vidrio durante 15

segundos.

Forma precipitado azul por 2 minutos sí hay zinc.

Si no hay zinc precipita después de 2-3 min.

NOTA: Hacer un blanco.

Reactivo: 0.8 g Cloruro mercurio y 0.9 g tiocianato de amonio y disolver en

10 mililitros de agua destilada.

Ensayo por vía seca <sup>7,9</sup>:

**Ensayo al soplete** 

Cuando los compuestos de zinc se calientan sobre carbón, se obtiene una

incrustación de oxido, que en caliente es amarilla y blanca en frío.

CDUIDO	CATION		RESUMEN DE IDENTIFIC	
GRUPO	CATION	REACTIVO	OBSERVACIÓN	REACCION
	Litio Li <sup>†</sup>	Fluoruro de amonio	Precipitado blanco	Li <sup>+</sup> + NH₄F → LiF + NH₄ <sup>+</sup>
	Sodio Na <sup>+</sup>	Acetato de cinc y uranilo	Enturbiamiento o precipitado amarillo	$Na^{+} + Zn(UO_{2})_{2}(C_{2}H_{3}O_{2})_{9} \rightarrow NaZn(UO_{2})_{2}(C_{2}H_{3}O_{2})_{9}$
	Potasio K <sup>⁺</sup>	Cobaltinitrito de sodio y Nitrito de plata	Enturbiamiento o precipitado amarillo	$2K^{+} + AgNO_{2} + NaCo(NO_{2})_{6} \rightarrow K_{2}Ag[Co(NO_{2})_{6}]$
	Berilio Be <sup>++</sup>	Quinalizarina	Coloración azul	$Be^{++} + COC_6H_2(OH)_2COC_6H_2(OH)_2 \rightarrow color azul$
	Magnesio Mg <sup>++</sup>	Amarillo deTitán o Cleyton	Coloración o precipitado rojo	$Mg^{++} + C_{28}H_7N_5S_2(SO_3Na)_2 + NaOH \rightarrow Mg(OH)_2$
IIA	Calcio Ca <sup>++</sup>	Oxalato de amonio	Precipitado blanco	$Ca^{++} + (NH_4)_2C_2O_4 \rightarrow CaC_2O_4 + 2NH_4^+$
	Estroncio Sr <sup>++</sup>	Rodizonato de sodio	Mancha o anillo pardo rojizo	$Sr^{++} + C_6O_6Na_2 \rightarrow C_6O_6Sr + 2Na^+$
	Bario Ba <sup>++</sup>	Rodizonato de sodio	Mancha parda o parda rojiza	$Ba^{++} + C_6O_6 Na_2 \rightarrow C_6O_6Ba + 2Na^+$
IIIA	Aluminio Al	Alizarina-S	Coloración o precipitado rojo	$Al^{+3}$ + NaOH + C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> C <sub>2</sub> O <sub>2</sub> C <sub>6</sub> HOHSO <sub>3</sub> Na +CH <sub>3</sub> COOH $\rightarrow$ C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> C <sub>2</sub> O <sub>2</sub> C <sub>6</sub> Al <sup>++</sup> SO <sub>3</sub> Na
IVA	Estaño Sn <sup>+4</sup>	Dimetilglioxima-cloruro férrico	Coloración roja	$\operatorname{Sn}^{+2} + \operatorname{FeCl}_3/\operatorname{H}^+ + \operatorname{C}_4\operatorname{O}_6\operatorname{H}_6 + 2\operatorname{CH}_3\operatorname{C}(\operatorname{NOH})\operatorname{C}(\operatorname{NOH})\operatorname{CH}_3 + \\ \operatorname{NH}_4\operatorname{OH} \to \operatorname{Sn}[\operatorname{CH}_3\operatorname{C}(\operatorname{NOH})\operatorname{C}(\operatorname{NOH})\operatorname{CH}_3]_2$
	Plomo Pb <sup>+4</sup>	Tetrametildiaminodifenilmetano "base de Arnold"	Coloración azul	$H_2O_2 + NH_4OH + Pb^{+2} \rightarrow PbO_2$
VA	Arsénico As <sup>+5</sup>	Acetato de uranilo	Precipitado gelatinoso amarillo pálido	$Na_2HAsO_4 + UO_2(C_2H_3O_2)_2 + NH_4OH \rightarrow UO_2(NH_4)AsO_4 + 2Na.C_2H_3O_2 + H_2O$
	Antimonio Sb <sup>+5</sup>	Rodamina-B o tetraetilrodamina	Cambio de rojo claro a violeta	Sb <sup>+3</sup> +2HCl→ SbCl <sub>2</sub> + 2H <sup>+</sup> ; [[ $^{+}$ (C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> NC <sub>6</sub> H <sub>3</sub> ] <sub>2</sub> COC <sub>6</sub> H <sub>4</sub> CO <sub>2</sub> H] + SbCl <sub>2</sub> →[Sb [ $^{+}$ (C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> NC <sub>6</sub> H <sub>3</sub> ] <sub>2</sub> COC <sub>6</sub> H <sub>4</sub> CO <sub>2</sub> H]
	Bismuto Bi <sup>+5</sup>	Yoduro de potasio	Precipitado naranja que se oscurece a pardo	$Bi^{+3} + 3KI \rightarrow Bil_3 + 3K^+; Bil_3 + KI \rightarrow K[Bil_4];$ $Bil_3 + H_2O \rightarrow 2HI + (BiO)I$
VIIB	Manganeso Mn	Persulfato de amonio	Coloración violácea	$Mn^{+2} + H_2SO_4 + AgNO_3 + (NH_4)_2S_2O_8 \rightarrow MnO_4$
IVB	Titanio Ti	Pirocatequina	Mancha amarilla o rojo amarillenta	$Ti^{+4} + C_6O_2H_2/H^+ \rightarrow Ti^{+3}$
VB	Vanadio Va	Cloruro férrico-dimetilglioxima	Solución rojo arriba y precipitado amarillo pálido abajo.	$V^{+5}/H^{+}$ + FeCl <sub>3</sub> + 2CH <sub>3</sub> C(NOH)C(NOH)CH <sub>3</sub> + NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> $\rightarrow$ V[CH <sub>3</sub> C(NOH)C(NOH)CH <sub>3</sub> ] <sub>2</sub> + Fe(OH) <sub>3</sub>
	Amonio NH <sup>+4</sup>	Cloruro de p-nitrobenceno- Diazonio.	Forma zona roja alrededor del oxido de calcio	$NO_2C_6H_4N_2CI + 2NH_4OH \rightarrow NO_2C_6H_4N.NONH_4 NH_4CI + H_2O.$

Cuadro N° 10: Resumen de identificación de cationes por vía seca<sup>7</sup>.

10.34 CUADRO RESUMEN DE IDENTIFICACION DE CATIONES POR VIA SECA						
GRUPO	CATION	TIPO DE ENSAYO	<u>OBSERVACIÓN</u>			
	Litio Li <sup>†</sup>	Coloración a la llama de bunsen	Coloración rojo carmín.			
ΙA	Sodio Na⁺	Coloración a la llama de bunsen	Amarillo intenso en llama no luminosa, por los vapores de las sales de sodio			
	Potasio K⁺	Coloración a la la lama de bunsen	Compuestos de potasio con cloro producen coloración violeta.			
	Berilio Be⁺⁺	Carbón vegetal + nitrato de cobalto	Se obtiene una masa gris			
	Magnesio Mg <sup>++</sup>	Carbón vegetal + carbonato de sodio + nitrato de cobalto	Óxido de magnesio blanco que se vuelve con nitrato de cobalto una masa rosada			
II A	Calcio Ca⁺⁺	Coloración a la llama de bunsen	Coloración rojo amarillenta			
	Estroncio Sr <sup>++</sup>	Coloración a la llama de bunsen	Coloración rojo carmín			
	Bario Ba⁺⁺	Coloración a la llama de bunsen	Llama no luminosa adquiere color verde amarillento.			
III A	Aluminio Al <sup>+++</sup>	Carbón vegetal + nitrato de cobalto	Formación de masa azul infusible.			
IV A	Estaño Sn⁺⁴	Carbón vegetal + carbonato de sodio Perla de bórax	Régulo blanco, maleable que no raya sobre papel.  Llama reductora color rojo rubí claro			
	Plomo Pb	Carbón vegetal + carbonato de sodio	Formación de régulo blanco maleable			
	Arsenico Ar <sup>+5</sup>	Carbón vegetal + carbonato de sodio	Incrustaciones blancas de óxido de arsénico.			
VA	Antimonio Sb <sup>+5</sup>	Carbón vegetal + carbonato de sodio	Régulo metálico frágil, rodeado de una incrustación blanca.			
	Bismuto Bi <sup>+5</sup>	Carbón vegetal + carbonato de sodio	Régulo quebradizo del metal rodeado por una incrustación amarilla de óxido.			
	Selenio Se <sup>+6</sup>	Carbonato de sodio + carbón vegetal	Desprendimiento de olor a rábanos podridos			
VIA	Telurio Te <sup>+6</sup>	Carbón vegetal + carbonato de sodio	Formación de telurio de sodio Precipitado blanco			

# Continuación del Cuadro N° 10

10.34 CUA	DRO RESU	MEN DE IDENTIFIC	ACION DE CATIONES POR VIA SECA
GRUPO	CATION	TIPO DE ENSAYO	OBSERVACION
		Carbón vegetal + carbonato de sodio	Partículas grises metálicas que pueden separarse del carbón por medio de un imán
	Hierro Fe	Perla de bórax	<ul> <li>Llama oxidante pardo amarillento en caliente y amarilla en frío</li> <li>Llama reductora verde pálido en caliente y en frío</li> </ul>
		Carbón vegetal + carbonato de sodio	Producen perlas de cobalto grises
VIII	Cobalto Co	Perla de bórax	<ul> <li>Llama oxidante azul en caliente y frío</li> <li>Llama reductora azul en caliente u frío</li> </ul>
	Níquel Ni	Carbón vegetal + carbonato de sodio	Produce laminillas de color gris
		Perla de Bórax	<ul> <li>Llama oxidante parda debido a la formación de metaborato de níquel</li> <li>Llama reductora gris debido a la formación de níquel metálico</li> </ul>
	Platino Pt	Carbón vegetal + carbonato de sodio	Metal gris esponjoso
ΙΒ	Cobre Cu	Carbón vegetal + carbonato de sodio Perla de Bórax	<ul> <li>Cobre metálico rojo sin óxido visible</li> <li>Llama oxidante verde en caliente y azul en frío.</li> <li>Llama reductora rojo</li> </ul>
	Plata Ag	Carbón vegetal + carbonato de sodio	Régulo blanco, maleable, sin incrustación.
	Oro Au	Carbón vegetal + carbonato de sodio	Partículas metálicas amarillas maleables
	Zinc Zn	Carbón vegetal + carbonato de sodio	Incrustaciones de óxido que es en caliente amarillo y blanca en frío
IIΒ	Cadmio Cd	Carbón vegetal + carbonato de sodio	Incrustaciones pardas de óxido de cadmio
	Mercurio Hg	Tubo abierto con carbonato de sodio anhidro.	Globulillos metálicos grises en la parte superior del tubo
VI B	Cromo Cr	Perla de bórax	<ul> <li>Llama oxidante verde en caliente y frío</li> <li>Llama reductora verde en caliente y frío</li> </ul>

# Continuación del Cuadro N° 10

10.34 CUADRO RESUMEN DE IDENTIFICACIÓN DE CATIONES POR VIA SECA							
GRUPO	CATION	TIPO DE ENSAYO	OBSERVACION				
VII B	Manganeso Mn	Perla de Bórax	Llama oxidante violeta     en caliente y rojo amatista     en frío				
IV B	Titanio Ti	Perla de Bórax	<ul> <li>Llama oxidante incolora en caliente y frío</li> <li>Llama reductora amarilla en caliente y violeta en frío</li> </ul>				
	Vanadio Va	Perla de Bórax	<ul> <li>Llama oxidante incolora en caliente y frío</li> <li>Llama reductora verde</li> </ul>				
VB	Amoniaco NH <sup>+4</sup>	Calentamiento a la llama	Todas las sales de amoniaco se volatilizan o descomponen cuando son calentadas a temperaturas a la correspondiente al color rojo.				



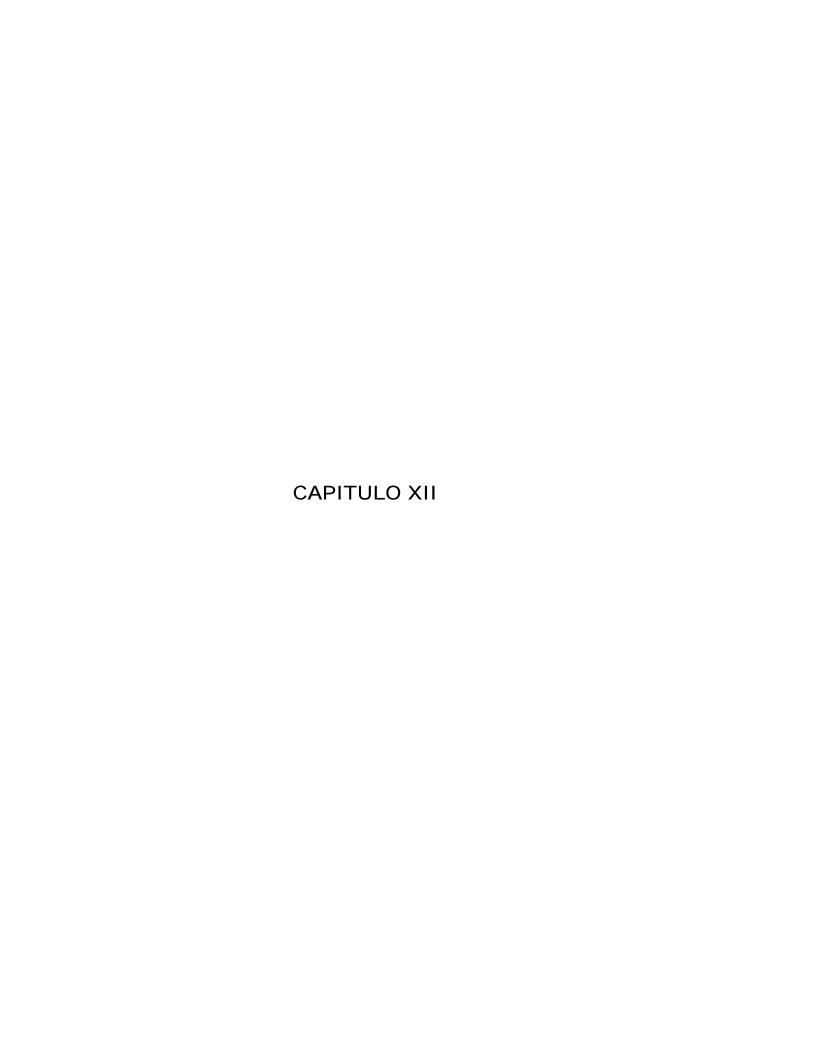
#### 11.0: DISCUSION DE RESULTADOS.

En él Capitulo 6.0, inciso 6.2 de este trabajo se describen generalidades, cristalografía, propiedades y ensayos de elementos por grupos de la tabla periódica. Dentro de estas generalidades se encuentran los datos de los pesos atómicos, los cuales; aparecen sin unidades, ya que los pesos atómicos de los elementos son relativos con el peso de un átomo de oxígeno, al cual, por convención se le asigno el peso de 16.0000 uma (Unidades de Masa Atómica); y por convención internacional en 1961, se cambió el estándar para el carbono con 12.0000 uma.\*

Por lo que las unidades para los pesos atómicos se asignan de acuerdo a las unidades de peso, medición y volumen que se requieran. Y para efectos de cálculos se emplean Kg, g, toneladas, kilos, etc.

Para la identificación de aniones y cationes en la parte experimental del trabajo, se utilizaron muestras en qué sé sabia de antemano cuantos y cuales aniones o cationes tenia cada una de ellas, estas fueron las mismas muestras que se utilizan en la asignatura de Química Analítica II; también se utilizo una muestra en la que se unieron todas las muestras utilizadas en el trabajo de la asignatura desde el grupo I, IIA, IIB, IIIA, IIIB al IV; dando resultados positivos en los dos tipos de muestras utilizadas y en algunos de los casos los resultados fueron más evidentes en la muestra que contenía todos los cationes y aniones unidos.

<sup>\*</sup> Tomado de: Choppin R. Gregory. 1978. Química. México, D. F. Publicaciones Cultural S.A. Paginas 65-66.



### 12.0: CONCLUSIONES

- La identificación de aniones y cationes, no sólo se puede llevar a cabo por la forma tradicional de separarlos por grupos, donde se separan y luego se identifican por la similitud de sus propiedades físicas y químicas.
- 2. La identificación de aniones y cationes por métodos directos no tradicionales, reduce en gran medida el esfuerzo y el tiempo que se requiere para identificarlos ya que en dichos análisis no se seguirá una marcha analítica tradicional.
- Los costos en reactivos, como el material empleado para identificar cationes y aniones, se ve reducido considerablemente empleando métodos a escala semimicro.
- En estas identificaciones, se emplean reactivos específicos para cada uno de los cationes y aniones.
- No se necesitan tratamientos previos de separación en las muestras que contienen los aniones o cationes.
- La cantidad de muestra requerida para estos análisis de identificación a escala semimicro son mínimas.

- 7. Los aniones y cationes se pueden identificar por medio de las diferentes coloraciones que estos presentan ante los reactivos específicos empleados para su identificación.
- 8. Los métodos de identificación recopilados en el presente trabajo son los mismos que se emplean desde los inicios del análisis químico cualitativo, los cuales son confiables y precisos para la identificación de iones.
- 9. Actualmente se cuenta con equipos modernos capaces de identificar sustancias, pero esto no debe dejar de lado el conocimiento y el uso de métodos más que probados y sencillos que nos proporcionen resultados confiables y seguros.



### 13.0: RECOMENDACIONES

- Se recomienda el uso de métodos directos para identificar los grupos de cationes y aniones, ya que no se necesitan de propiedades similares entre ellos para identificarlos.
- 2. El usar estos métodos directos de fácil aplicación, no debe impedir el hecho que la facultad como tal, en su afán de investigación se modernizará con la adquisición de equipos modernos en sus laboratorios.
- 3. Evaluar la implementación de estos análisis a escala semimicro, considerándose también que se reducirían además de costos en materiales y reactivos, los errores que se cometen al seguir una marcha analítica convencional.
- 4. Implementar los métodos de análisis a escala semimicro de forma directa, para disminuir el impacto en la contaminación ambiental que se produce durante el desarrollo de una marcha analítica convencional y después de finalizada la misma.
- 5. Capacitar al personal docente con estos métodos, a aquellas asignaturas en las cuales los análisis constituyen la parte fundamental de las mismas,

para así brindarle al estudiante y al docente, todas las herramientas de las cuales pueda valerse para una formación académica más integral.

6. Implementar diferentes alternativas de análisis que se realizaran en las prácticas de laboratorio de las diversas cátedras que se imparten durante el desarrollo de la carrera de Licenciatura en Química y Farmacia.

## **BIBLIOGRAFÍA**

- Angenault Jacques. 1998. Diccionario Enciclopédico de Química. México.
   Compañía Editorial Contineltal, S.A. de C.V.
- Aráneo A. 1972. Química Analítica Cualitativa. Bogotá, Colombia. Editorial Andes.
- Barra, E. 1923. Precis D'Analyse Chimique Quautative. Deuxieme Editión,
   París, Francia. Libraire J.B. Bailliere et Fils. Pag. 127.
- Buscarons Ubeda, Francisco. 1964. Análisis Inorgánico Cualitativo Sistemático (Semimicro). Cuarta Edición. Barcelona, España. Ediciones Grijalbo, S.A. Pag. 1-6, 41-46.
- Cabrera, Angel Prof. D. 1973. Historia Natural. Instituto Gallach de Librería y Ediciones Barcelona, España. Pag. 1-57.
- 6. Chang Raymond. 1994. Química General. 2ª Edición. Editorial McGraw-Hill/Interamericana de México, S.A. de C.V.

- 7. Dana Hurlbut. 1960. Manual de Mineralogía. Segunda Edición. México, Editorial Reverté, S.A.. Cap. 1-5; cap. 7.
- 8. Hall, William T. 1948. Química Analítica Análisis Cualitativo, Novena Edición, México D.F. Editorial Hispano-Americana.
- 9. Henglein Martín. 1963. Ensayos al Soplete. México 12, D.F. Unión tipográfica. Editorial Hispanoamericana.
- 10. Manual de Química Analítica I. 2002. Departamento de Análisis Químico e Industrial. Facultad de Química y Farmacia. Universidad de El Salvador.
- 11. Morató Climent M.D. 1987. Prácticas de Química General y Analítica. Departamento de Química. Escuela Técnica Superior de Ingenieros Agrónomos. Universidad Politécnica de Valencia.
- 12. Muños Campos, R. 1992. Guía para Trabajos de Investigación Universitaria. Tercera Edición. El Salvador. Editorial Artes Gráficos Impresos.

- Nordmann Joseph. 1986. Análisis Cualitativo y Química Inorgánica. 18ª
   Edición. Tlalpan N° 4620. México. Editorial Continental, S.A. de C.V. Cap.
   13-19.
- 14. Pauling Linus. 1984. The Architecture Of Molécules. W.H. Freeman and Company. San Francisco and London.
- 15. Riesenfeld Ernesto H. 1955. Tratado de Química Inorgánica. México D.F., Editora Nacional, S.A.
- 16. Skoog. West, Holler. 1997. Química Analítica. Sexta Edición. México, D.F. Editorial McGraw-Hill. Pag. 4-6.
- Sanderson K.T. 1964. Chemical Periodicity. 4<sup>a</sup> Edición. Reinhold
   Publishing Corporation, New York Chapmar & Hall, LTD, London.
- 18. Vogel Arthur. 1959. Química Analítica Cualitativa. 4ª Edición. Buenos Aires, Argentina. Editorial Kapelusz, S.A. Cap. I-IX.

## GLOSARIO1

Aleación: Del latín alligare, "unir" material metálico formado por dos o más

elementos como amalgama, bronce, latón.

Arañabilidad: Acción y efecto de arañar. Rayar con la uña.

**Blenda:** Sulfuro de zinc nativo y que se utiliza para extraer de ella elzinc.

Bunsen: Robert Wilhelm Bunsen, químico y físico alemán que inventó

diversos aparatos en particular el mechero de Bunsen utilizado

en muchas áreas.

Caleófila: Dícese del elemento químico que presenta afinidad por el

azufre.

Catalizador: Sustancia que aumenta la velocidad de una reacción y se

recupera sin alteraciones al final de la reacción, aunque se

altere temporalmente.

**Catálisis:** Aceleración de la velocidad de una reacción química mediante

un catalizador.

Combustión: Reacción química entre el oxígeno y un material oxidable,

acompañada de desprendimiento de energía y que

habitualmente se manifiesta por incandescencia o llama.

Complejo: En química inorgánica, estructura poliatómica constituida por

uno o más átomos metálicos (neutros o con carga) los cuales

están unidos por coordinación de aniones o de moléculas neutras.

**Conductividad:** (de conductancia, opuesto de resistencia), magnitud numérica (Sm<sup>-L</sup>) que describe la conductividad de un material.

Copelación: (del francés coupelle, "copa pequeña") separación de uno o más elementos a partir de una mezcla, por fusión en una atmósfera oxidante; en particular, manera en que se separa la plata del plomo.

**Exfoliación:** Es la división de los minerales en pequeñas partículas en forma de láminas o escamas.

**Electrólisis:** (de electro y – lisis). Descomposición de un electrolito con corriente eléctrica.

**Espato:** Cualquier mineral de estructura laminar.

**Fórmula:** Escritura simbólica para indicar la composición de un compuesto químico.

**Fundente:** Compuesto cuya finalidad es reducir el punto de fusión de la sustancia con la cual se mezcla.

**Fusible:** Que posee facilidad de fundirse.

Galena:

Mineral de sulfuro de plomo natural de color gris plúmbeo y brillo metálico que se explota para la obtención de plomo y para beneficiar la plata, el oro, etc.

Ganga:

En minería; materia inútil que acompaña a los minerales.

Gas noble: Cada uno de los gases de la última columna de la clasificación periódica de los elementos: Helio, Neón, Argón, Criptón, Xenón y Radón. Los gases nobles son cuerpos simples monoatómicos, los cuales se obtienen por destilación fraccionada del aire líquido.

Homogéneo: Se dice de compuestos cuyos elementos son de igual naturaleza.

**Heterogéneo:** Compuestos cuya naturaleza son diferentes

Infusible:

Que no posee capacidad para fundirse.

Inorgánico: La de los cuerpos simples y de los compuestos que no contienen carbono en sus moléculas.

Isómero:

Se dice de los compuestos que tienen la misma fórmula empírica y difieren en ciertas propiedades físicas o químicas relacionadas con la disposición relativa de los átomos que constituyen la molécula.

Isótopo:

Su nombre proviene de iso "igual", y del griego topos "lugar".

Núclido de un elemento que difiere de otro núclido del mismo

elemento por su número de masa. Poseen mismo número

atómico (Z) y diferente peso atómico (A).

Los isótopos tienen las mismas propiedades químicas, porque

el número de electrones (igual al número Z de protones del

núcleo) es el mismo.

Macroanálisis: (de macro y análisis). Análisis en el cual la cantidad de

muestra a analizar debe de ser de un gramo o más.

Mera:

Mineral metálico tal como se extrae del criadero y del que

puede obtenerse económicamente un metal.

Núclido:

(de Nude-) Especie atómica AX que indica a todos los átomos

que tienen un número atómico (número de protones), Z idéntico

y número de masa (número de nucleones) A idéntico.

Orgánico:

Es un adjetivo del latín orgánicus si hablamos de química

orgánica en el campo de la química que se dedica al estudio del

carbono y sus combinaciones con otros elementos.

Oxidante:

Entidad química (ión, molécula) que capta electrones.

Partícula:

Constituyente elemental y fundamental de los átomos.

Período: Conjunto de elementos que constituyen una línea horizontal de la tabla de clasificación periódica de los elementos. Un período comienza o termina con un gas noble.

Pulverizar: Reducción de un sólido a polvo.

**Reductor:** Entidad química (ión, moléculas, átomo) que libera electrones.

**Régulo:** Parte más pura de los minerales después de separadas las impurezas.

**Tostación:** Tratamiento a que se someten ciertas minas con objeto de enriquecerlas.

**Triturar:** Reducir un sólido a partículas pequeñas sin volverlas polvo.

Valencia: (apócope de equivalencia). Número de enlaces que pueden formar elementos.

Volátil: Dicho de un líquido: Que se transforma espontáneamente en vapor ó aceite.



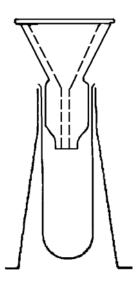


Figura N° 1: Aparato para identificar Bromuros. 18

# Usado para identificar Bromuros con reactivo de fucsina (o magenta).

La figura es un microtubo de ensayo en el cual se coloca un tubo de vidrio estrechado en ambos extremos que queda flojo, sin hacer cierre hermético. El extremo capilar inferior se llena hasta una altura de 1 mm con una solución del reactivo apropiado, si el gas liberado forma un compuesto coloreado con el reactivo, se le puede ver fácilmente en el capilar.

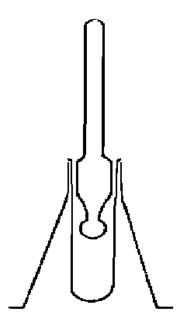


Figura N° 2: Aparato para identificación de Carbonatos. 18

Usado para la identificación de carbonatos con reactivo sodio-fenolftaleina.

La figura es un microtubo de ensayo de 1 ml de capacidad, cuyo cierre lo hace un pequeño tubo esmerilado con una esferita de vidrio soldada.

El reactivo y la solución o sólido en análisis, se colocan en el fondo del tubo; una gota del reactivo para determinar el gas se suspende de la esferita del tapón. En el tubo se desprende el gas, calentando suavemente si fuere necesario y es absorbido por el reactivo mantenido por la esferita.

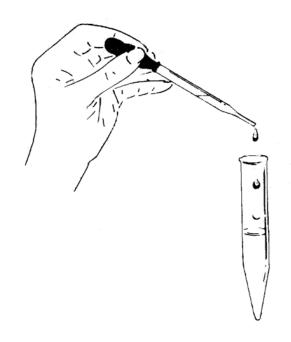


Figura N° 3: Reacción a la gota en tubo.²

La figura muestra como se realizan los semimicro análisis por la técnica de reacción a la gota en tubo.



Figura N° 4: Reacción "a la gota" en un vidrio pequeño de reloj<sup>4</sup>

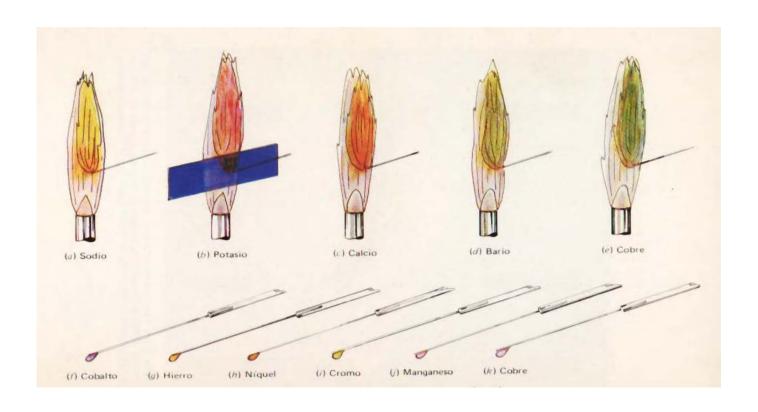


Figura N° 5: Ensayos a la llama y Ensayos a laPerla¹

### Instrucciones Generales de Laboratorio<sup>11</sup>

### a) Normas de seguridad:

El alumno que por primera vez entra en un laboratorio de Química, debe tomar una serie de precauciones para cuidar la seguridad de sus compañeros y la propia. Como norma general deben tenerse en cuenta las siguientes precauciones:

- No calentar nunca disolventes inflamables (éter, acetona, etanol, metanol, hexano, sulfuro de carbono, benceno, etc.) a la llama directa o cerca de ella. Para el calentamiento de estos y otros productos muy volátiles hay que emplear baños de agua u otro líquido adecuado o bien lámparas eléctricas especiales.
- Cualquier operación en la que se desprendan vapores tóxicos o inflamables, debe efectuarse obligatoriamente en vitrina.
- No mezclar nada cerca del rostro, ni aproximado a sitios donde puedan producirse proyecciones de productos.
- No colocar disolventes volátiles en vasos de precipitados, ni siquiera por poco tiempo.
- No llenar las pipetas succionado con la boca cuando se trate de líquidos molestos o venenosos.
- No usar material desportillado o con grietas; cambiarlo.
- Tomar precauciones cuando se manejen baños calientes.

- Hacer los montajes de cada práctica con el material adecuado. Evitar la utilización de bases inestables con libros, lápices, cajas de cerillas, etc.
- No calentar aparatos cerrados de ningún tipo.
- Cualquier variación que por cuenta propia se haga en un experimento,
   hay que consultarla al profesor, por razones de seguridad y aprovechamiento.
- Para percibir los olores no es preciso poner el rostro en la boca del recipiente. Basta acercarlo, pasando la mano por encima y mover los vapores o gases que se desprenden, con lo cual fácilmente llegan a la nariz.
- Los productos químicos no deben degustarse aunque tengan características atrayentes. La manera de reconocer los cuerpos es por medio de sus reacciones químicas. Sólo cuando se analizan alimentos o en casos excepcionales, y si se indica previamente, se justifica esta operación.
- En caso de incendio no hay que alarmarse. Los incendios se ahogan con trapos. Si el líquido se derrama por la mesa, no hay que echar agua sino arena, para tenerlo localizado. Cuando un incendio es de mucha envergadura, se apaga con una manta o mejor con un extintor. Si se inflama un recipiente, que se calentaba a la llama directa, se extingue apartando el mechero y cubriendo la boca del recipiente con una placa de vidrio u otro material, o con un trapo húmedo.

 Cuando tenga lugar una reacción tumultuosa es necesario tener a mano un recipiente conteniendo un disolvente adecuado (agua generalmente)
 para debilitar la reacción. También puede ser útil enfriar el matraz de reacción bajo el grifo.

### b) Normas de limpieza:

Las mesas y los aparatos han de estar siempre limpios y ordenados.

Después de cada operación hay que limpiar todos los utensilios empleados secándolos adecuadamente. El tiempo de limpieza también debe considerarse de la práctica.

Sobre las mesas no deben dejarse objetos calientes porque las deteriora; los utensilios de vidrio al entrar bruscamente en contacto con un medio frío, se exponen a roturas.

Los cuadernos y libros nunca deben estar sobre las mesas de laboratorio, porque a pesar de poner mucho cuidado, siempre caen sobre ellos líquidos o sólidos que los deterioran rápidamente.

En las pilas y vertederos no deben echarse cuerpos sólidos, a menos que sean pulverulentos y fácilmente arrastrables o solubles en agua. Aunque en las tuberías de plomo, los ácidos clorhídricos y sulfúrico, no hacen mella, el ácido nítrico las corroe enseguida. Por tanto este nunca debe echarse en las

pilas sin haberse neutralizado previamente. En general, aunque hoy las pilas y tuberías son de material cerámico, difícilmente atacable, siempre que se vierta algún reactivo, debe estar manando agua del grifo.

Todos los residuos sólidos que se obtengan como: filtros, productos sólidos, vidrios, etc. deben echarse a los basureros colocados al efecto, nunca a los vertederos.

### c) Reactivos:

Todos los reactivos necesarios para cada experimento están ordenados sobre las mesas de trabajo. Los reactivos, especialmente destinados a análisis, no se devuelven a sus frascos, una vez sacados de ellos; así se evita el peligro de que por cualquier descuido se vean deteriorados. En los otros reactivos no se necesita esta precaución, aunque se exige que siempre que se tome un reactivo, se vierta la cantidad necesaria en un recipiente bien limpio y de aquí se tome el necesario para operar. Por ejemplo, si queremos tomar 25 ml de Na0H 1M, verteremos en un vaso de precipitados un poco más de volumen necesario de reactivo; con una pipeta de 25 ml tomaremos el volumen requerido, el líquido restante no se devolverá al frasco original. Si no tenemos la seguridad de que todo el material estaba bien limpio se desechará el reactivo sobrante.

Cuando se derrame el ácido o base concentrados, no limpiarlos con un trapo, papel o esponja, porque se queman. Hay que echarles bicarbonato sódico a fin de neutralizarlos y después si se limpia el residuo con una esponja empapada en agua.



Figura N° 7: Placas de toque y vidrios de reloj.

En la figura aparecen de arriba hacia abajo: una placa de porcelana blanca, una placa de vidrio transparente y dos vidrio de reloj de 2.5 cm de diámetro; materiales sobre los cuales se realizan las identificaciones por el método de reacción a la gota.



Figura N° 8: Soplete de Cobre y Asa de Platino

En la figura aparecen un soplete de cobre y un asa de platino en punta redonda que se utilizan para realizar los ensayos de identificación mediante la coloración de la muestra a la llama del mechero Bunsen.



Figura N°9: Llama producida por soplete.

La fotografía ilustra la llama que se produce al colocar el pico del soplete a un tercio dentro de la llama del mechero Bunsen y soplando algo más fuerte en dirección paralela del pico del mechero; la punta externa de la llama producida es la que debe actuar sobre la sustancia.



Figura N° 10: Formación de la perla de Bórax.

La fotografía nos muestra la manera en que debe de formarse la perla de Bórax.