

TÉCNICAS DE ANÁLISIS DE ANIONES.

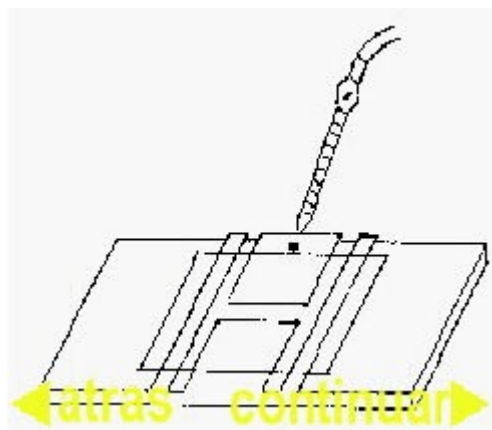
REACCIONES POR VIA HUMEDA.

En donde las diversas reacciones se realizan en medio líquido. Tienen aplicaciones solamente en análisis cualitativo aquellas reacciones que pueden ser apreciadas fácilmente por nuestro sentido, generalmente se conocen:

- a) Formación de precipitados
 $\text{AgNO}_3 + \text{NaCl} \rightleftharpoons \text{AgCl} + \text{NaNO}_3$
- b) Por la formación de complejos
 $\text{CuSO}_4 + 4 \text{NH}_3 \rightleftharpoons \text{Cu} [\text{NH}_3]_4^{+2} + \text{SO}_4^{-2}$
- c) Reacciones con desprendimiento del gas
 $\text{Na}_2\text{S} + 2\text{HCl} \rightleftharpoons 2\text{NaCl} + \text{H}_2\text{S}$
- d) Por el cambio de color y olor.

REACCIONES A LA GOTA.

Esta técnica ofrece identificar cationes y aniones mediante reacciones a la gota en la placa de toque.



El grupo de sustancias que al reaccionar proporcionan los productos a colores, se utilizan en los ensayos a la gota. Estos se efectúan sobre una placa de porcelana o de vidrio llamada placa de toque. La placa posee cavidades con capacidad entre 0.5 a 1 ml. El fondo puede ser negro o blanco, según las necesidades y los colores que se espere distinguir en las reacciones coloreadas. Las sustancias analizadas y los reactivos se gotean sobre la placa de toque con goteros o micropipetas.

REACCIONES SOBRE PAPEL REACTIVO.

Esta técnica analítica cualitativa ofrece identificar cationes y aniones mediante reacciones efectuadas sobre papel reactivo.



Los ensayos previos pueden ser efectuados también sobre papel. Comúnmente se usa papel reactivo para determinar la acidez o alcalinidad de las sustancias. Con este fin el papel se impregna con las sustancias adecuadas, como: tornasol, que presenta una mezcla decolorantes orgánicos naturales sensibles al cambio de pH. El papel reactivo puede ser impregnado con diversos reactivos, los cuales al hacer el contacto con sustancias en análisis, dan las coloraciones características, que permiten identificar la sustancia.

Para las reacciones sobre papel filtro debe utilizarse papel de buena calidad y de espesor doble para que las gotas no se extiendan demasiado; además, el papel no debe contener impurezas, por lo que se usan papeles especialmente tratados el whatmann núm. 542. Los papeles se cortan en rectángulos o en cuadros, se impregnan con el reactivo correspondiente, se dejan secar y luego se usan en el análisis. Algunos papeles reactivos tienen larga duración, otros con el tiempo pierden su sensibilidad y deben ser por lo tanto, usados inmediatamente después de ser preparados.

CALENTAMIENTO CON ACIDO SULFÚRICO.

El ácido sulfúrico es un reactivo muy útil en los ensayos previos, y se puede usar concentrado o diluido. Generalmente se ataca la muestra primero con ácido diluido y después con ácido concentrado. Muchas sales reaccionan desprendiendo gases característicos, los cuales se identifican por su olor, color o por reacciones específicas propias.

REACCIONES POR VIA SECA.

En donde las diversas reacciones químicas se realizan o se utilizan como fuente de energía el calor producido por una lámpara de alcohol o un mechero. Estas reacciones tienen principalmente aplicaciones en los llamados “ensayos preliminares” para reconocer la pureza de los precipitados y analizar los minerales.

Las reacciones más importantes de esta clase consisten en someter la sustancia a las pruebas de:

- a) Fusibilidad
- b) coloración de llama
- c) Volatilidad
- d) Comportamiento en medio oxidante y reductor.

ENSAYO A SOPLETE

Para este tipo de ensayo, se hace una cavidad pequeña con la punta de un cortaplumas, en un trozo apropiado de carbón de madera. Luego un poco de la sustancias en problema (polvo) se mezcla con carbón y carbonato de sodio anhidro en exceso, se coloca en la cavidad y se somete a la acción del dardo del soplete y se observan los siguientes fenómenos.

- a) la sustancia deflagra debido a que desprende con facilidad oxígeno al ser calentada.
(Nitratos, Cloratos, Boratos, Yodatos, etc.)
- b) la sustancia decrepita por rotura violenta de cristales que contienen agua de interposición.
(Cloruros, etc.)
- c) la sustancia puede formar glóbulos metálicos o una aureola cuando son aplicados al soplete.
- d) Las sustancias que contienen azufre, al fundirlas sobre el carbón con el carbonato, se transforma en sulfuros. (Si la masa obtenida se coloca sobre una moneda de plata y se humedece con una gota de agua se observa al cabo de unos minutos una mancha negra persistente de sulfuro de plata (reacción del Hepar)

COLORACIÓN A LA LLAMA.

En este tipo de ensayo los compuestos de ciertos materiales se volatilizan en la llama no luminosa de Bunsen, o mechero de alcohol y le imparten colores característicos. Como los cloruros se encuentran entre los compuestos más volátiles, entonces se aprovecha esta propiedad mezclando in-situ, ósea mezclando los compuestos en estudio con un poco de HCl antes de efectuar los ensayos.

Para la pureza de la llama se emplea un hilo de platino, engarzado en un trozo de varilla maciza de vidrio como soporte y se siguen los siguientes pasos:

1. Para el ensayo de coloración a la llama primero se prueba que el hilo de platino no dé ninguna coloración a la llama después de sumergirlo en HCl concentrado.
2. Se toma la sustancia problema humedecida con HCl y se introduce en la parte inferior de llama y se observan los colores característicos como:

Sodio = amarillo
Potasio = violeta
Calcio = anaranjado

Estroncio = rojo carmín

Bario = verde

En toda llama hay que considerar siempre primero su poder calorífico y luminoso, su poder oxidante y reductor.

El cono inferior A oscuro, esta formado por una zona brillante y reductora, de combustión incompleta, es la zona de reducción y de bajas temperaturas su zona central esta constituido por los gases sin arder.

El cono exterior B esta constituido por una zona incolora y de gran poder calorífico debido a que la combustión es completa, es una zona de oxidación. Se puede considerar seis zonas.

A Es la zona de realización de ensayos de coloración de la llama.

Zona de fusión

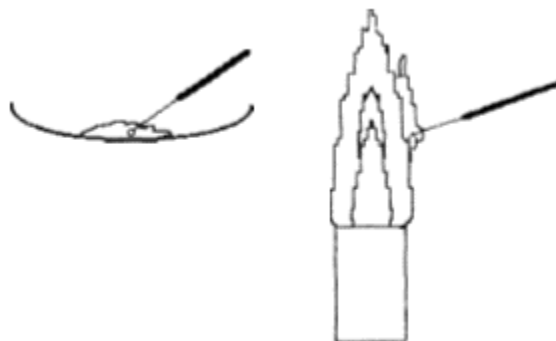
B Zona superior de oxidación

C Zona inferior de reducción

D Zona superior de reducción

E Zona inferior de oxidación

F la base de llama.



ENSAYOS POR EL CARBÓN.

Se emplean para estos ensayos la llama luminosa de bunsen. En la cavidad de un trozo de carbón se coloca la muestra pura o mezclada con algún fundente y se somete a la acción del dardo de un soplete que puede ser oxidante o/y reductora. La acción del dardo será el contacto con la llama de bunsen. Se puede observar algunos fenómenos de coloración en la llama luminosa de bunsen.

ENSAYOS A LA PERLA DE BORAX.

Para el reconocimiento de los cationes, mediante este método, primeramente, hace una perla de bórax en el anillo de un alambre de platino, introduciendo el alambre en el bórax hasta obtener una masa incolora y transparente. Se pone una pequeñísima porción de la muestra en contacto con la perla caliente y se la coloca en la parte oxidante inferior de la llama.

Marcha analítica de los aniones más comunes.

Los aniones más frecuentes en un laboratorio no se pueden separar de forma tan clara como los cationes. La mayor parte de las veces se van a identificar de forma directa, mientras que otros se van a separar en grandes grupos precipitando con cationes y, a partir de estos precipitados, se identifican esos aniones. Sin embargo, en laboratorio es bastante más difícil analizar los aniones presentes que los cationes.

Generalmente en el laboratorio la marcha analítica de aniones se hace primero eliminando todos los cationes existentes precipitando con NaOH o CO_3^{2-} . A continuación se hacen tres ensayos preliminares:

El primero es con H_2SO_4 concentrado. Reacciona con determinados aniones y produce gases que son fácilmente identificables. Los aniones que desprenden gases son: CO_3^{2-} (CO_2), SO_3^{2-} (SO_2), $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ (SO_3), S^{2-} (Cl_2S), CN^- (HCN) y NO_2^- (NO_2).

La segunda es una reacción para identificar aniones oxidantes. Se realiza con KI, que reacciona con los oxidantes. Ej. $\text{BrO}_3^- + 2\text{I}^- \rightarrow \text{BrO}_2^- + \text{I}_2$, el cual reacciona fácilmente con el [almidón](#) y da un color azul en la disolución. Son: CrO_4^{2-} , $\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-}$, NO_3^- , MnO_4^- , CrO_3 y IO_3^- .

La tercera es una reacción de aniones reductores. Se realiza la prueba con KMnO_4 . Si existen aniones reductores el KMnO_4 se decolora rápidamente. Son: $\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}$, $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, S^{2-} , SO_3^{2-} , AsO_3^{3-} , NO_2^- , I^- y SCN^- .

Primero separamos los aniones del Grupo I, que son aquéllos que precipitan con Ca^{2+} en un medio con [ácido acético](#). Los aniones que van a precipitar son: $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, F^- y PO_3^{3-} .

Los aniones del Grupo II son los que precipitan con Zn^{2+} en presencia de ácido acético. Son: S^{2-} , $\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}$ y $\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-}$.

Los aniones del Grupo III son los que precipitan con Mg^{2+} en presencia de NH_3 y un exceso de NH_4^+ . Son: PO_4^{3-} , AsO_3^{3-} , AsO_4^{3-} y SiO_3^{2-} .

Los aniones del Grupo IV son los que precipitan con Ba^{2+} en presencia de ácido acético. Son: SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ y CrO_4^{2-} .

Los aniones del Grupo V son los que precipitan con Ag^+ en medio fuertemente básico. Son: Cl^- , Br^- , I^- , CN^- y SCN^- .

Los restantes aniones no precipitan con ninguno de los cationes anteriores, por lo que se identifican en la muestra inicial. Los más frecuentes son: NO_2^- , NO_3^- , IO_3^- y BrO_3^- .