



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

11

**Elaboración de Prácticas de Análisis Químico Cualitativo
para el Laboratorio de Ciencia Básica II**

T E S I S

Que para obtener el título de

Q U I M I C O

P R E S E N T A N:

MONICA LEON RODRIGUEZ

BEATRIZ SANDOVAL ZARAUZ

1 9 7 8



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

TESIS 1978

~~M. Z. 250~~ 246

ABR _____

BOHA _____

PROC _____

8 _____



JURADO:

Presidente: I.Q. Alberto Obregón Pérez

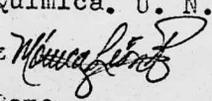
Vocal : Q. Irma Aguilera Ortiz

Secretario: Q. Sara Obregón Romo

1er Suplente: I.Q. Miguel García Guerrero

2do Suplente: I.Q. Ernesto Pérez Santana

Sitio donde se desarrollo el tema: Laboratorio Química Ex-
perimental Aplicada, Facultad de Química. U. N. A. M.

Sustentante: Mónica León Rodríguez 

Asesor del tema: Q. Sara Obregón Romo

JURADO:

Presidente: I.Q. Alberto Obregón Pérez

Vocal: Q. Irma Aguilera Ortiz

Secretario: Q. Sara Obregón Romo

1er Suplente: I.Q. Miguel García Guerrero

2do Suplente: I. Q. Ernesto Pérez Santana

Sitio donde se desarrollo el tema: Laboratorio Química Ex-
perimental Aplicada, Facultad de Química, U.N.A.M.

Sustentante: Beatriz Sandoval Zaráuz 

Asesor del tema: Q. Sara Obregón Romo

**Elaboración de Prácticas de Análisis Químico Cualitativo
para el Laboratorio de Ciencia Básica II**

I.- Introducción

II.- Objetivos

III.- Generalidades

IV.- Prácticas de Laboratorio

V.- Resultados y Conclusiones

VI.- Síntesis

VII.- Bibliografía

I. Introducción.-

A partir del año del año de 1974 en la Facultad de Química, se eliminaron los laboratorios de: Física Fisicoquímica, Análisis e Inorgánica, correspondientes al -- primero y segundo semestre comunes a todas las carreras, para dar paso a un nuevo y revolucionario sistema donde todos los laboratorios antes mencionados se fundieron para crear -- uno solo llamado: "Ciencia Básica".

Inicialmente dicho laboratorio tenía un programa anual que comprendía doce unidades, en las cuales se -- trataba de introducir al alumno a las experiencias básicas -- relacionadas con las materias teóricas cursadas por él en -- los dos primeros semestres de su carrera.

Posteriormente a principios de 1977 el laboratorio fué dividido en dos cursos semestrales: Ciencia Básica I y Ciencia Básica II (seriados con materias del tercer semestre); la primera cumpliendo con las prácticas correspondientes a materias cursadas en el primer semestre y la segunda, que corresponde al laboratorio en donde el alumno pone -- en práctica técnicas relacionadas al Análisis Químico Cualitativo Inorgánico.

Debido a los resultados que se han observado a través de la práctica docente dentro del laboratorio de -- Ciencia Básica II nos hemos interesado en elaborar prácticas diferentes a las que se efectúan actualmente en dicho laboratorio, para darle mayor versatilidad y tratar de obtener mejores resultados.

Las prácticas que se proponen están sujetas al tipo de laboratorios con que cuenta la Facultad, material disponible, así como de reactivos de fácil adquisición y bajo costo.

II.- Objetivos.

Los objetivos que se proponen alcanzar en este trabajo, son los siguientes:

- 1.- Que el alumno a través de estas prácticas aprenda a analizar sus muestras, identificando sus elementos valiéndose de testigos y utilizando también reacciones específicas.
- 2.- Que el alumno interprete y haga uso correcto de una marcha analítica, para adquirir criterio y no siga ciegamente instrucciones.
- 3.- Que la muestra a analizar sea tomada por el alumno para que aprenda técnicas de muestreo, factor importante en todo análisis químico; (esto será posible en el caso de un suelo). Dado que es difícil que el alumno tome directamente la muestra de un mineral y aleación metálica se considera conveniente entregarle su muestra en bruto, para que pueda observar sus características, que muchas veces son indicativas del mineral o aleación de que se trata.
- 4.- Que en una muestra de suelo, que representa para un principiante una mezcla compleja, aprenda a identificar por medio de métodos sencillos algunos de sus componentes.
- 5.- Que aprenda a concluir e interpretar los análisis por él efectuados.

III.- Generalidades.

Bases Teóricas para el Análisis Químico Cualitativo

La identificación de un elemento, una sal, una aleación, un mineral, un compuesto inorgánico cualquiera, una solución o una mezcla de varias sustancias es objeto del análisis químico cualitativo.

La identificación generalmente se lleva a cabo por medio de reacciones químicas conocidas que, bajo ciertas condiciones específicas pueden dar: coloraciones, precipitados, desprendimiento de gases, etc., lo cual permite su reconocimiento. A las sustancias conocidas por medio de las cuales se efectúan estas reacciones, se denominan reactivos.

Se cree conveniente que el alumno antes de iniciar cualquier análisis práctico tenga una idea clara de todos los conceptos sobre los cuales se basa el análisis químico - cualitativo.

Solución.-

Sistema homogéneo entre dos sustancias denominadas soluto y solvente. Se le llama soluto a la sustancia disuelta generalmente está en menor proporción y solvente al líquido en el cual esta disuelto el soluto.

Electrólitos.-

Se les denomina así a aquellas sustancias que en solución acuosa tienen la propiedad de conducir la corriente eléctrica disociándose en iones: ácidos, bases y sales.

No electrólitos.-

Substancias que en solución acuosa no conducen la corriente eléctrica: alcoholes y azúcares.

Iones.-

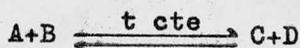
Los ácidos, sales y bases en solución acuosa, sufren

una disociación en partículas positivas y negativas las cuales reciben el nombre de cationes y aniones respectivamente, llamándoseles en general iones.

Ley de acción de masa.-

Esta ley postula que "la velocidad de una reacción a temperatura constante es proporcional al producto de las concentraciones de las sustancias reaccionantes" expresándose las concentraciones en moles por litro.

Aplicando esta ley a sistemas homogéneos en solución; para una reacción reversible las condiciones de equilibrio se pueden expresar matemáticamente de la siguiente manera:



Si la velocidad de reacción de A y B son proporcionales a sus concentraciones:

$$V_1 \propto [A] [B]$$

$$V_1 = K_1 [A] [B]$$

En donde K_1 es el coeficiente de la velocidad y A y B son las concentraciones de los reactivos A y B.

Siendo la velocidad de reacción de C y D también proporcional a sus concentraciones, tenemos:

$$V_2 \propto [C] [D]$$

$$V_2 = K_2 [C] [D]$$

En el equilibrio ambas reacciones son iguales siendo un equilibrio dinámico

$$V_1 = V_2 \dots\dots\dots(1)$$

$$\text{Si } V_1 = K_1 [A] [B] \quad \text{y}$$

$$V_2 = K_2 [C] [D]$$

Substituyendo en la ecuación (1)

$$K_1 [A] [B] = K_2 [C] [D]$$

Suponiendo que:

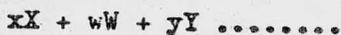
$$K = \frac{K_1}{K_2}$$

Por lo tanto:

$$K = \frac{[C] [D]}{[A] [B]}$$

En donde K es igual a la constante de equilibrio, que varía con la temperatura y la presión; pero para el análisis cualitativo estas variaciones son mínimas.

Generalizando si:



$$K = \frac{[X]^x [W]^w [Y]^y \dots\dots}{[A]^a [B]^b [C]^c \dots\dots}$$

Es decir, que cuando una reacción reversible alcanza el equilibrio va a ser igual al producto de la concentración de los productos, entre el producto de la concentración de los reactivos. En donde cada concentración es elevada a una potencia igual al número de moléculas con que figura en la ecuación.

Factor de actividad.-

En las disoluciones de electrólitos fuertes (aquellos que presentan un grado de disociación elevado), se presentan ciertas anomalías que hacen que la ley de acción de masas no sea aplicable en su forma ordinaria, excepto en que se consideren diluciones muy grandes. La anomalía más importante a efectos analíticos, es que K no permanece constante, sino que, aparentemente aumenta con la concentración.

Debye y Hückel, mediante el estudio principalmente, de las conductividades equivalentes de los electrólitos, interpretan estos fenómenos aceptando la hipótesis de que los electrólitos fuertes estén totalmente disociados. Esta gran disociación crea una fuerte concentración iónica, en que cada ión se encuentra rodeado de gran número de iones de carga opuesta, lo que origina acciones electrostáticas que determinan la inmovilidad de muchos iones y, en consecuencia una pérdida en la "actividad" de los mismos. Por eso, las conductividades equivalentes disminuyen paradójicamente al aumentar la concentración de las disoluciones.

En los electrólitos débiles o en soluciones muy diluidas de electrólitos fuertes, la densidad iónica es pequeña, y al ser grandes las distancias interiónicas, dejan de manifestarse las acciones electrostáticas entre iones de carga opuesta, no provocándose alguna disminución en la "actividad" iónica.

La concentración iónica que se expresa en la Ley de acción de masas no es la concentración real de "iones activos", sino la concentración máxima que se podría alcanzar a diluciones muy grandes. De aquí, que para aplicar la Ley de acción de masas a los electrólitos fuertes, o a los electrólitos débiles en soluciones acuosas concentradas de otras sales, sea necesario substituir el concepto de concentraciones molares iónicas clásicas, por el de concentración

efectiva y real, llamado por Lewis actividad, "a".

La actividad se expresa por el producto de la concentración molar por su número "f", llamado factor de actividad, menor que la unidad, y tanto mayor cuanto menor es la concentración iónica. A dilución infinita, $f=1$, y en este caso, se igualan las concentraciones iónicas y actividades.

Así pues, la Ley de acción de masas viene expresada, desde un punto de vista general, por la ecuación:

$$K = \frac{a_C a_D}{a_A a_B}$$

en la cual se expresan las actividades en moles por litro de todos los componentes de la reacción:



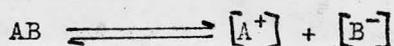
Producto de Solubilidad.-

La disolución de cualquier sal, es considerada un proceso físico. Una sustancia cristalina disuelta por un disolvente puede ser precipitada alterando la temperatura o evaporando parte del disolvente; el proceso de disolución implica eliminar iones de la red cristalina y la formación de una capa de solvatación (moleculas de disolvente alrededor de cada ión). Es un proceso pues, que consiste en la ruptura de enlaces químicos en la red del cristal y la formación de nuevos enlaces con el disolvente. este proceso es susceptible de alcanzar el equilibrio.

En el caso de la disolución de una sal, la constante de equilibrio K es llamada K_{ps} ó constante del producto de solubilidad. Este concepto es muy útil ya que es indicativo de que tan soluble es una substancia. Por ejemplo: Si se quisiera preparar una solución 0.1 M de $AgCl$, se necesitarían 14.3 g de $AgCl$ aforados a un litro de agua, pero si se consulta una tabla de K_{ps} a la temperatura que se trabaja por ej. $25^{\circ}C$, se observa que el K_{ps} del $AgCl$ es 1.2×10^{-10} expresándose en moles por litro, y la solubilidad de la sal nos indica que no será posible preparar dicha solución; por lo que se considera conveniente que el alumno se habitúe a interpretar y consultar dichas tablas.

Efecto del ión común.-

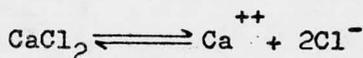
Si se tiene una sal en solución que se encuentra en equilibrio a una temperatura dada, se tiene:



$$K = \frac{[A^{+}] [B^{-}]}{[AB]}$$

Si se aumenta la concentración de un ión determinado, por el agregado de un compuesto que produce ese ión por disociación (el ión proviene así del compuesto ya en solución y del reactivo agregado, de aquí su nombre "ión común"), por lo que el equilibrio se altera y el sistema evoluciona para restablecer las condiciones de equilibrio. Por ej Si tenemos una solución de $CaCl_2$ en equilibrio y agregamos el ión común Cl^{-} , al adicionar HCl se observa una precipitación de $CaCl_2$ debido al efecto del ión común. Esto puede explicarse de la siguiente manera:

Si la reacción de disolución:

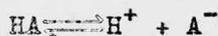


tiene un Kps determinado, al aumentar la concentración del ión Cl^- , el sistema tratará de restablecer el equilibrio para que la constante K sea la misma, guardando la proporción de productos y reactivos. Por lo que la concentración de CaCl_2 aumentará y esto se observa claramente por la precipitación de dicho compuesto.

Soluciones Reguladoras.-

Se denomina acción reguladora (buffer) a la propiedad que tienen algunas soluciones de mantener -- prácticamente constante su concentración de ión hidrógeno, -- aunque se agreguen pequeñas cantidades de ácido ó base. A estas soluciones que presentan dicha propiedad, se les denomina soluciones reguladoras; se dice que poseen acidéz o alcalinidad de reserva, ya que su pH no se altera al agregarles pequeñas cantidades de ácido o base.

Estas soluciones están formadas por la mezcla de un ácido o una base débil y una de sus sales. Considerando -- el equilibrio entre un ácido y una de sus sales, se observa:



si la constante de disociación en base a las actividades de los iones es igual a:

$$K_a = \frac{a_{\text{H}^+} \cdot a_{\text{A}^-}}{a_{\text{HA}}}$$

$$a_{\text{H}^+} = \frac{a_{\text{HA}}}{a_{\text{A}^-}} \cdot K_a$$

Si se substituyen las actividades por las con
centraciones se tiene:

$$[H^+] = \frac{[HA]}{[A^-]} \cdot K_a$$

Este equilibrio tiene lugar en la mezcla de un ácido HA y una de sus sales MA. Si la concentración del ácido es a y la de la sal es s por lo tanto la concentración del ácido será igual a: $[a] - [H^+]$. Como la solución es eléctricamente neutra $[A^-] = [s] + [H^+]$, ya que la sal está completamente disociada.

Substituyendo valores:

$$[H^+] = \frac{[a] - [H^+]}{[s] + [H^+]}$$

Por efecto del ión común cuando un ácido débil está en presencia de una de sus sales la disociación del ácido es mínima por lo tanto:

$$[H^+] = \frac{[a]}{[s]} \cdot K_a$$

$$[H^+] = \frac{[\text{ácido}]}{[\text{sal}]} \cdot K_a \quad \text{de donde}$$

$$pH = pK_a + \log \frac{[\text{sal}]}{[\text{ácido}]}$$

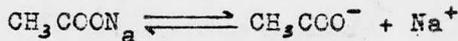
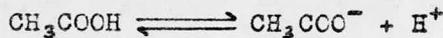
En el caso de una base débil y una de sus sales

$$[\text{OH}^-] = \frac{[\text{base}]}{[\text{sal}]} \cdot K_b$$

de donde:

$$\text{pOH} = \text{p}K_b + \log \frac{[\text{sal}]}{[\text{base}]}$$

Por lo anterior una solución reguladora no va riará su pH al ser agregadas pequeñas cantidades de base o ácido. Por ej. si se tiene ácido acético en presencia de una de sus sales, acetato de sodio :

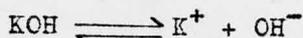


1) Si agregamos una pequeña cantidad de ácido clorhídrico; éste se disocia en H^+ y Cl^- , por lo que si la K_a del ácido acético en el equilibrio es igual:

$$K_c = \frac{[\text{CH}_3\text{COO}^-] [\text{H}^+]}{[\text{CH}_3\text{COOH}]}$$

Por efecto del ión común la concentración de $[\text{H}^+]$ aumenta y por tanto, para conservar el equilibrio la concentración del ácido deberá aumentar reaccionando el ión H^+ con el ión acetato para formar ácido acético no disociado, no alterándose así el pH de la solución.

2) Similarmente si agregamos una pequeña cantidad de una base:



Aumentando la concentración de OH^- , que se combinarán con los H^+ que provienen de la disociación del ácido acético para formar agua no ionizada, por lo que se altera el equilibrio y se disociará más ácido acético, para reemplazar los H^+ que reaccionaron con los OH^- de la base. Por lo tanto el pH de la solución tampoco variará en este caso.

$$K_c = \frac{[\text{CH}_3\text{COO}^-][\text{H}^+]}{[\text{CH}_3\text{COOH}]}$$

Oxidación y Reducción.-

Se conoce por oxidación el proceso por el cual un átomo o ión pierde uno o más electrones. Un agente oxidante es aquél que gana electrones y se reduce a un estado de valencia inferior.

La reducción es el proceso que consiste en la ganancia de uno o más electrones por átomos ó iones. Un agente reductor es correlativamente el que pierde electrones y se oxida a un estado de valencia superior.

Formas de expresar concentración.-

Debido a que en el análisis químico cualitativo, generalmente se utilizan soluciones es importante que el alumno se familiarice con las formas más comunes de preparar soluciones de concentración conocida.

Molaridad.-

Se denominan soluciones molares aquellas que con tienen un determinado número de moles de soluto por cada litro de disolución. Por ej: una solución 2 M será aquella que contiene dos moles de soluto por litro de disolución.

Normalidad.-

Se denominan soluciones normales aquellas que - contienen un determinado número de equivalentes de soluto - por cada litro de disolución.

Equivalente químico.-

Es el peso molecular dividido entre el número de hidrógenos sustituíbles o cambio de valencia. Por ejemplo: una solución 1N de ácido sulfúrico será aquella que contenga un peso equivalente en un litro de disolución; siendo el peso equivalente el peso molecular del ácido entre 2, ya que es el número de hidrógenos que se pueden substituir - en él; por lo que para preparar dicha solución se requieren 49 g de ácido sulfúrico.

Porcentaje en peso.-

Soluciones que contienen determinado - porcentaje de soluto en gramos por cada 100 ml de disolución. Por ejemplo: una solución de sosa al 15% será aquella que con tenga 15 g de NaOH por cada 100 ml de disolución.

Muestreo.-

Dentro del análisis químico, el muestreo, es una operación de gran importancia, ya que si no se realiza satisfactoriamente el análisis carece de valor; puesto que al efectuar cualquier análisis los resultados obtenidos deben corresponder a la composición real no solo del material empleado en el análisis sino de la cantidad total de donde fué tomado aquél. Es decir la muestra elegida para realizar el análisis debe representar fielmente la composición del conjunto.

Cualquier procedimiento de muestreo requiere una normalización y unificación de detalles y también de técnicas especiales dependiendo del material de que se trate, si es líquido, sólido o gas, en este caso se hablará únicamente de muestreo para sólidos.

El muestreo de sólidos se divide en tres operaciones:

- a) Recolección de la muestra en su forma bruta, tomando un gran número de porciones de manera sistemática y de diversos puntos para mezclarse.
- b) Reducción del tamaño de la muestra, si es necesario moliendo mecánicamente. Haciendo con la mezcla un cono, el cual se aplasta en el vértice hasta obtener una capa de poco espesor dividiéndose en cuatro partes aproximadamente iguales, se toman entonces dos cuartos opuestos y se mezclan formando con los cuartos seleccionados, otra pila cónica mas pequeña y nuevamente se repite esta operación llamada "cuarteo", hasta obtener una muestra de tamaño conveniente (200-300 g), que será llevada al laboratorio para su análisis, dicha muestra posee alta probabilidad de contener los diferentes tamaños de partículas del material, en la proporción en la cual ellos se encuentran en la totalidad del material; por lo que es llamada : "muestra representativa", ya que presenta las propiedades del material de donde proviene.

c) Preparación de la muestra para el análisis químico. En el laboratorio se efectúa nuevamente la operación de cuarteo - hasta obtener una muestra final de 25-100 g y por lo general la muestra se pulveriza para asegurar su homogeneidad, lo que facilitará pesarla con exactitud y disolverla con mayor facilidad.

El análisis químico de la muestra, se puede - llevar a cabo refiriéndolo a muestra seca en el caso de que la muestra haya sido sometida a un secado previo a una temperatura determinada ó a muestra húmeda en el caso de que se utilice la muestra original para efectuar el análisis, determinando posteriormente la humedad por pérdida de peso por secado.

Una vez obtenida la muestra representativa, - debe guardarse en recipientes cerrados y etiquetados para evitar cualquier contaminación y posibles confusiones con otras muestras.

Técnicas de análisis.-

Como ya se mencionó anteriormente, en el análisis químico cualitativo la identificación de los iones se lleva a cabo mediante reacciones específicas que bajo determinadas condiciones, presentan comportamientos ya caracterizados, lo que permite el fácil reconocimiento de dichos iones.

Para efectuar tales identificaciones se han utilizado diversas técnicas, que de acuerdo a las cantidades de substancias empleadas en las reacciones de identificación se han dividido en macro y microanálisis, siendo el macroanálisis el más comunmente usado. Sin embargo la técnica del microanálisis presenta varias ventajas sobre el macroanálisis. Entre las cuales se pueden mencionar las siguientes:

En general las técnicas micro son más rápidas y de igual precisión que las macrotécnicas; el método micro

es de manipulación más fácil, se utilizan pequeñas cantidades de reactivos, lo que hace que el microanálisis desde el punto de vista económico sea mejor.

Sin embargo para mejores resultados se considera conveniente hacer uso de ambos métodos, combinándolos de tal manera que el análisis se inicie por el método macroanalítico y después de las separaciones sistemáticas comunes, efectuar posteriormente la identificación de los iones, la técnica micro sea usada, ya que comunmente se lleva a cabo por medio de reacciones a la gota ó en microtubos.

IV.-Identificación de Cationes y Aniones
en Sustancias puras

Objetivos.-

El alumno efectuará reacciones de identificación para cationes y aniones, en sustancias conocidas puras, con el fin de familiarizarse con dichas reacciones para posteriores aplicaciones en el análisis químico cualitativo.

Debido a las ventajas que presenta el microanálisis, todas las reacciones específicas que se realizarán, se llevarán a cabo por medio de ensayos a la gote y en micro tubo; así como ensayos por vía seca.

Material

microtubos o tubos de ensayo
gradilla
mechero
tripié ó soporte con anillo
tela de asbesto
placa de porcelana ó vidrio
frascos goteros (aproximadamente 20 ml)
micropipetas
alambre de platino ó nicromel
espátula
papel filtro cualitativo
papel pH
embudos de filtración rápida
vasos de precipitado (250 ó 500 ml)
agitador
tubo de vidrio
frascos esmerilados (preferentemente oscuros 250 ml)

El análisis químico cualitativo puede ser dividido en tres etapas:

- a) Observación de las propiedades físicas de la sustancia a analizar, tales como: color, olor, si es cristalina o amorfa si presenta magnetismo, etc, etc.
- b) Ensayos por vía seca con la sustancia a analizar, tales como: ensayos a la llama, a la perla de bórax y calentamiento en tubo cerrado con ácido sulfúrico diluido, etc.
- c) Ensayos por vía húmeda; los cuales serán mencionados conforme se vayan a efectuar las reacciones de identificación de cationes y aniones, llevándose a cabo con técnicas de microanálisis.

Ensayos por vía seca

Ensayos a la flama.-

En una varilla de vidrio se inserta un alambre de platino ó nicromel (5 cms), formando con el extremo libre un pequeño anillo, que servirá para tomar la muestra sólida, la cual ha sido humedecida con una gota de HCl, y se lleva a la flama no luminosa de un micromechero.

Debido a la propiedad que poseen ciertos cationes de impartir a la flama coloraciones específicas, ésta técnica permite su identificación en sustancias desconocidas

Nota.-

Se recomienda limpiar perfectamente el alambre con HCl y quemarlo antes y después de cada ensayo, hasta la desaparición de cualquier coloración en la flama, para evitar interferencias.

Coloración de la llama	Ión metálico
amarillo oro persistente	Na
violeta a través de vidrio de Co	K \leftarrow R
rojo ladrillo	Ca
rojo carmesí	Sr
verde amarillento	Ba
verde	Cu
azul pálido	Pb, As, Sb, Bi.

Ensayo a la perla de bórax.-

Con el alambre de platino o nicromel usado anteriormente, se toma una pequeña cantidad de bórax y se calienta a la flama hasta que la masa sea incolora y transparente, se toma con esta perla una pequeña cantidad de substancia y se lleva nuevamente a la llama externa u oxidante ó a la llama reductora, observando la coloración - que toma la perla de bórax se puede deducir de que catión se trata.

llama oxidante		ión metálico
caliente	frío	
verde	azul	Cu
amarillo-rojiza	amarillo	Fe
verde	verde	Cr
violeta	violeta	Mn
azul	azul	Co
-	pardo rojiza	Ni

llama reductora		ión metálico
caliente	frío	
incolora	incolora u opaca	Cu
verde	verde	Fe
verde	verde	Cr
incolora	incolora	Mn
azul	azul	Co
-	gris o negra opaca	Ni

Acción del ácido sulfúrico diluido.-

Ciertos aniones al reaccionar con el ácido sulfúrico diluido, calentando suavemente presentan reacciones típicas que permiten su identificación.

En un tubo de ensayo se colocan de 0.5-1 g de la substancia a analizar con 1-2 ml de ácido sulfúrico diluido, en caso de que la substancia no presente ninguna reacción en frío se calienta suavemente.

- 1.- Si se observa que se desprende con efervescencia un gas incoloro e inodoro que enturbia el agua de cal, se trata de CO_2 , que proviene de carbonatos.
- 2.- Si se observa el desprendimiento de un gas verde amarillento con olor sofocante característico que enrojece y decolora el papel tornasol; se trata de Cl_2 que proviene de hipoclorito.
- 3.- Si se desprenden vapores nitrosos que se reconocen por el olor y color pardo-rojizo característicos, se trata de la presencia de nitritos y/o nitratos.
- 4.- Si se desprende un gas incoloro, con olor sofocante que torna verde el papel filtro humedecido en dicromato de potasio en solución acidificada, se trata de SO_2 que indica la presencia de sulfitos, sulfatos ó tiosulfatos.

- 5.- Si se observa el desprendimiento de un gas incoloro con olor a huevos podridos, que ennegrece el papel filtro humedecido con solución de acetato de plomo, indica la presencia de sulfuros.
- 6.- Si se libera un gas incoloro, que reaviva la combustión de una astilla encendida se trata de oxígeno que viene de peróxidos de metales alcalinos y alcalino-térreos.
- 7.- Si se libera un olor característico a vinagre, se trata del ión acetato.

Ensayos por vía húmeda

Para efectuar los ensayos por vía húmeda, como primer paso el alumno probará la solubilidad de la substancia a analizar, colocando en tubos de ensayo de la misma capacidad, cantidades idénticas tanto de la substancia (aproximadamente 15-25 mg) como de los disolventes (± 1 ml). - Probando su solubilidad en: agua, HCl diluido, HCl concentrado, HNO₃ diluido, HNO₃ concentrado, H₂SO₄ diluido y concentrado, agua regia (3HCl + 1 HNO₃) todos ellos en frío y caliente.

Tomando en cuenta que si la substancia problema se disuelve en agua no será necesario probar la solubilidad con los demás disolventes; si la substancia a analizar se solubiliza en un ácido concentrado, se debe diluir la solución y evaporar el exceso de ácido para que la acidez no interfiera más adelante en el análisis.

Una vez disuelta la muestra el alumno procederá a efectuar las diversas reacciones específicas de identificación para cationes y aniones.

Identificación de $Pb^{+} K^{+} NO_3^{-}$

Reactivos

nitrato de plomo

nitrato de potasio

ácido sulfúrico (1:1)

ácido clorhídrico (1:1)

sol. cloruro de bario 10%

sol. yoduro de potasio 5%

solución de ditizona 0.1% (en tetracloruro de carbono)

pirita

solución de nitrato de plata 0.5% (alcohólica)

ácido acético (1:1)

sol. cobaltinitrito de sodio 5%

bisulfato de potasio sólido

sulfato ferroso sólido

carbón vegetal

carbonato de sodio sólido

cloruro estanoso sólido

sol. sosa 10%

a) Observación de las propiedades físicas de la sal

color

olor

si es cristalina o amorfa

si presenta magnetismo

solubilidad

b) Ensayo a la flama

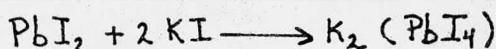
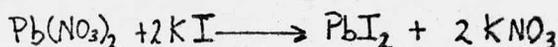
c) Ensayo al soplete.--

Se coloca una pequeña porción de la sal de plomo sobre carbón en presencia de carbonato de sodio y se calienta con un soplete de boca, se obtiene un régulo metáli-

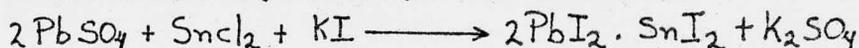
co de plomo de color blanco que pinta el papel como si fuera un lápiz y rodeado de incrustaciones de monóxido de plomo de color amarillo.

d) Ensayos por vía húmeda

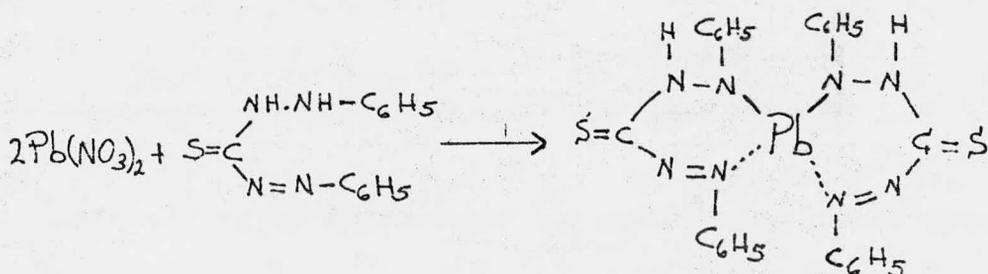
1.- Se coloca una gota de la solución de plomo sobre una placa de toque y se le agregan unas cuantas gotas de solución de yoduro de potasio, observándose la formación de un precipitado amarillo huevo, moderadamente soluble en caliente. Esta reacción puede efectuarse también en microtubo.



2.- En un microtubo se colocan unas gotas de la solución de plomo y dos gotas de H_2SO_4 (1:1), para asegurar toda la conversión a sulfato de plomo; se agrega una gota de BaCl_2 para neutralizar el exceso de acidéz y una gota del reactivo preparado disolviendo un cristal de cloruro estanoso en una gota de HCl_c y añadiendo cinco gotas de solución de KI; se produce una coloración rojo anaranjado intensa.



3.- En una placa de toque se coloca una gota de la solución en análisis, se agrega una gota de sosa diluída y una gota de ditizona; el reactivo que es de color verde adquiere una coloración roja.



4.- En un tubo de ensayo se colocan unos ml de la solución de plomo acidificada con HCl, y se hace pasar ácido sulfhídrico se forma un precipitado negro de sulfuro de plomo.



Identificación de Potasio

a) Observación de las propiedades físicas de la sal
color

olor

crystalina ó amorfa

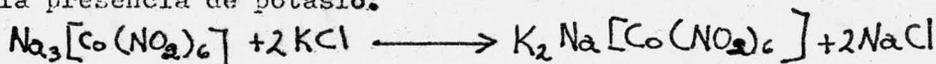
magnetismo

solubilidad

b) Ensayo a la flama

c) Ensayos por vía húmeda

1.- Sobre una placa de toque se coloca una gota de la solución en análisis acidulada con ácido acético y se agrega una pequeña cantidad de cobaltinitrito de sodio pulverizado, la aparición de un precipitado o enturbiamiento amarillo confirma la presencia de potasio.



Identificación de Nitratos

a) Acción del ácido sulfúrico diluido.

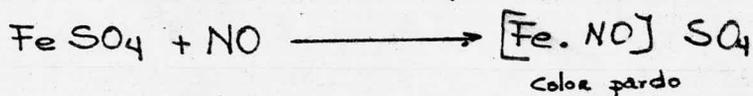
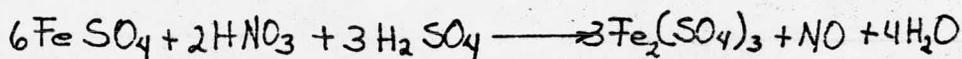
b) Ensayo por vía seca.-

en un tubo de ensayo se colocan unos mg de la sal sólida con una parte igual de bisulfato de potasio, al calentar esta mezcla se desprenden humos rojos de olor penetrante que indican la presencia de nitratos.

c) Ensayos por vía húmeda

1.- Se coloca sobre una placa de toque un cristal pequeño de

sulfato ferroso; se agregan dos gotas de la solución en análisis y una gota de H_2SO_4 (1:1), la formación de un anillo pardo alrededor del cristal de sulfato ferroso confirma la presencia de nitratos.



Identificación de $\text{Cu}^+ \text{Ca}^+ \text{SO}_4^-$

Reactivos

sulfato de cobre

sulfato de calcio

sol. sosa 10%

solución hidróxido de amonio (1:2)

sol acetato de zinc 1%

mercuritiocianato de amonio (9g de tiocianato de amonio 8g

cloruro mercúrico en 100 ml de agua)

sol oxalato de amonio 15%

ácido sulfúrico (1:1)

ácido clorhídrico (1:1)

ácido sulfúrico concentrado

solución acética de fenilglicina 0.5%

solución de trietanolamina 20% en agua

solución de cloruro de bario 10%

solución de nitrato de plata 0.5% alcohólica

carbón vegetal

bórax

pirita

1 clavo de fierro libre de óxidos

Identificación de Cobre

a) Observación de las propiedades físicas de la sal

color olor

si es cristalina o amorfa

si presenta magnetismo

solubilidad

b) Ensayos por vía seca

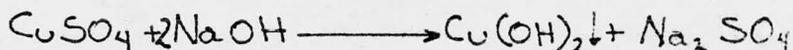
1.- Ensayo a la flama

2.- Ensayo a la perla de bórax

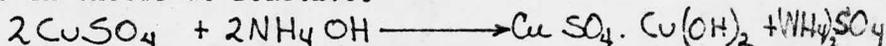
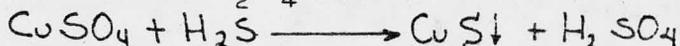
3.- Ensayo al soplete sobre carbón con carbonato alcalino se obtiene cobre metálico sin óxido visible.

c) Ensayos por vía húmeda

1.- Se colocan sobre una placa de toque una gota de la solución de cobre y se agregan unas gotas de sosa, se produce un precipitado azul de hidróxido cúprico, insoluble en exceso de reactivo.



2.- Al colocar sobre una placa de toque 2 gotas de la solución, y agregar 1 gota de hidróxido de amonio, se precipita el hidróxido de una sal básica que es de color azul celeste, soluble en exceso de reactivo.

3.- En un tubo de ensayo conteniendo algunos ml de la solución de cobre acidificada con HCl, se hace pasar ácido sulfhídrico, se obtiene un precipitado negro de sulfuro cúprico, el cual es insoluble en H_2SO_4 diluido en caliente.

4.- Tomar una gota de la solución de cobre y ponerla en una placa de toque, se agrega una gota de solución de acetato de zinc y una gota de mercuritiocianato de amonio, el mercuritiocianato de zinc que es blanco se torna de color violeta en presencia de cobre.

En esta reacción interfieren el cobalto y el níquel pues dan precipitados verdes o azules correspondientes a los respectivos mercuritiocianatos.

5.- Al sumergir un clavo limpio de óxido de fierro en una solución de sal cúprica, se obtiene un depósito rojo de cobre sobre el clavo de fierro.



6.- Colocar en una placa de toque 1-2 gotas de la solución de cobre, agregar unas gotas de solución de trietanolamina al 20%, se observará la aparición de una coloración azul.

7.- Colocar en una placa de toque una gota de la solución en análisis y agregar dos gotas de la solución acética de fenil glicina, la aparición de una coloración verde brillante indica la presencia de cobre.

Identificación de Calcio

a) Identificación de las propiedades físicas de la sal

color

olor

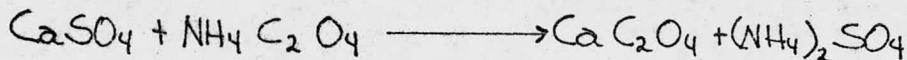
solubilidad

crystalina o amorfa

b) Ensayo a la flama

c) Ensayos por vía húmeda

1.- En un microtubo se ponen unas gotas de la sal en solución acuosa y agregar unas gotas de solución de oxalato de amonio se produce un precipitado blanco de oxalato de calcio.

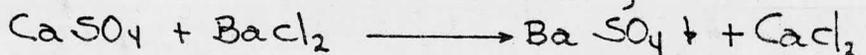


Identificación de Sulfatos

a) Acción del ácido sulfúrico diluído.

b) Ensayos por vía húmeda

1.- En un microtubo colocar unas gotas de la sal en solución acidificando ligeramente con HCl diluído, agregar 2 gotas de solución de cloruro de bario; se produce un precipitado blanco de sulfato de bario insoluble en HCl y HNO₃ diluídos.



2.- En un microtubo colocar unas gotas de la sal en solución agregando 2 ó 3 gotas de solución de nitrato de plata 0.5% se producirá la precipitación del sulfato de plata blanco.



Identificación de Fe^+ Ni^+ Cl^-

Reactivos

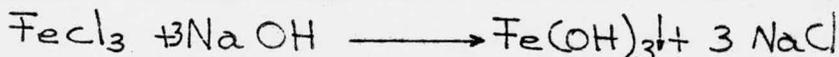
cloruro férrico en solución 10%
 cloruro de níquel en sol. 10%
 solución de hidróxido de sodio 10%
 solución de hidróxido de amonio (1:2)
 ácido sulfúrico concentrado
 ferrocianuro de potasio solución 10%
 tiocianato de amonio solución 10%
 bórax
 solución de dimetil glioxima 1% (alcohólica)
 ácido clorhídrico (1:1)
 dicromato de potasio sólido
 solución difenilcarbazida 1% en solución
 dióxido de manganeso
 papel tornasol
 solución nitrato de plata 0.5% (alcohólica)
 papel yoduro de potasio- almidón
 solución de trietanol amina 20%

Identificación de Hierro

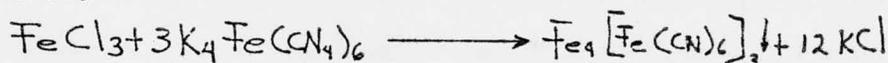
- a) Observación de las propiedades físicas de la sal
- color
 - olor
 - si es cristalina o amorfa
 - si presenta magnetismo
 - solubilidad
- b) Ensayo por vía seca
- 1.- Ensayo a la perla de bórax.

c) Reacciones por vía húmeda

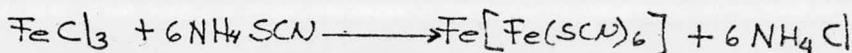
1.- En un microtubo poner algunas gotas de la sal en solución agregar dos gotas de hidróxido de sodio, la formación de un precipitado de color pardo rojizo confirma la presencia de fierro,



2.- Colocar en una placa de toque dos gotas de la solución, agregar una gota de ferrocianuro de potasio; se produce un precipitado de color azul (de prusia) de ferrocianuro férrico, Para evitar la interferencia de cobre cobalto y níquel se separan éstos agregando hidróxido de amonio ó carbonato de amonio.



3.- Se coloca una gota de la solución y se le agregan unas gotas de tiocianato de amonio en solución 1%, apareciendo una coloración rojo sangre.



4.- En un microtubo colocar dos gotas de la solución y agregar solución de trietanol amina al 20 %; se produce un precipitado de apariencia similar al hidróxido férrico.

Identificación de Niquel

a) observación de las propiedades físicas de la sal
color

olor

si es cristalina o amorfa

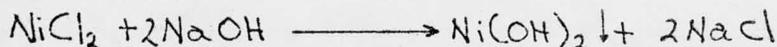
si presenta magnetismo

solubilidad

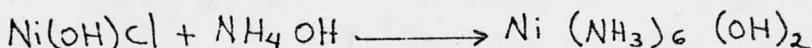
b) Ensayo a la perla de bórax

c) Reacciones por vía húmeda

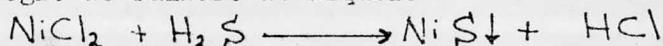
1.- En una placa de toque colocar dos gotas de la solución, agregar dos gotas de hidróxido de sodio, se produce un precipitado verde de hidróxido de níquel insoluble en exceso de reactivo.



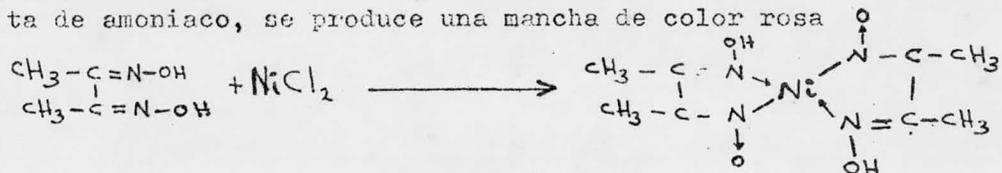
2.- Sobre una placa de toque colocar 1 ó 2 gotas de la solución y agregar algunas gotas de hidróxido de amonio, se produce un precipitado verde de la sal básica soluble en exceso de reactivo.



3.- En un tubo de ensayo, con la sal en solución neutra, se hace pasar ácido sulfhídrico a través de ella, se obtiene un precipitado negro de sulfuro de níquel.



4.- Se coloca una gota de la solución sobre un papel filtro se añade una gota de dimetilglioxima 1%, y se añade una gota de amoníaco, se produce una mancha de color rosa



Identificación de Cloruros

a) acción del ácido sulfúrico diluido

b) Ensayo por vía húmeda.-

se coloca una gota de la solución en análisis y se agrega una gota de solución de AgNO_3 0.5%

Nota.-Usar agua redestilada y no hacer la disolución en HCl



Identificación de Mn^{+} Zn^{+} Al^{+}

Reactivos

sulfato de manganeso
 cloruro de zinc
 cloruro de aluminio
 solución de sulfuro de sodio 10%
 persulfato de amonio o potasio sólido
 solución de nitrato de plata 0.5% alcohólica
 solución de aluminón en acetato de amonio 1%
 bismutato de sodio sólido
 ácido nítrico concentrado
 ácido clorhídrico concentrado
 carbón vegetal
 solución de acetato de cobalto 10%
 solución de mercuritiocianato de amonio (9 g de tiocianato de amonio + 8 g de cloruro mercuríco por cada 100 ml de agua)
 fluoruro de sodio sólido
 ácido acético
 solución de ditizona 0.1% en cloroformo o tetracloruro de C.
 solución de sosa 10 %
 pirita
 solución de alizarina saturada
 solución de hidróxido de amonio (1:2)
 cristales de cloruro de amonio
 solución de nitrato de cobalto 10%
 solución de ferrocianuro de potasio
 solución de trietanolamina al 20% en agua

Identificación de Manganeso.

a) observación de las propiedades físicas de la sal
 color, olor, solubilidad, etc.

b) Ensayo a la flama

c) Reacciones por vía húmeda

1.- En un microtubo se colocan 1 ó 2 gotas de la sal en solución agregar unas gotas de sulfuro de sodio, se forma un precipitado de color rosa (carne), de sulfuro de manganeso, - cuando el precipitado se expone al aire, se oxida tomando un color pardo.



2.- Se ponen unas gotas de la sal en solución en un microtubo y se agrega una gota de ácido sulfúrico concentrado y una gota de solución alcohólica de nitrato de plata, agitar y agregar unos mg de persulfato de amonio sólido, se calienta suavemente y aparece un color característico del ácido permangánico, color púrpura.

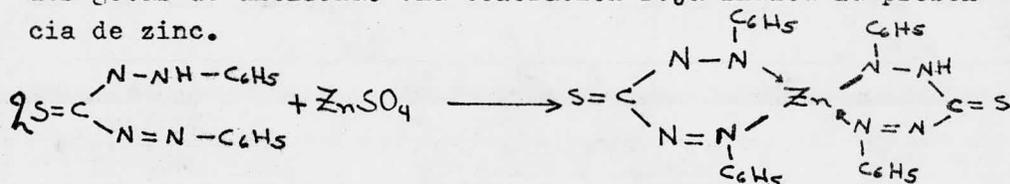


3.- En un microtubo se colocan unas gotas de la solución y se agregan unas gotas de ácido nítrico concentrado y luego - un poco de bismutato de sodio sólido, aparece un color púrpura del ácido permangánico. Si la coloración no se distingue por ser muy oscura la solución, debe diluirse con agua hasta su aparición.



Nota.- El ácido permangánico se descompone en presencia de cloruros, por lo que no deben estar presentes.

3.- Se colocan dos gotas de la solución en análisis aciduladas con ácido acético, sobre una placa de toque y se agregan dos gotas de ditizona. Una coloración roja indica la presencia de zinc.



4.- En un microtubo colocar unas gotas de la solución y agregar unas gotas de trietanolamina en solución acuosa; la formación de un precipitado de color blanco confirma la presencia de zinc.

5.- En un microtubo colocar unas gotas de la solución en análisis, agregar solución de sulfuro de sodio, un precipitado blanco indica zinc.



Identificación de Aluminio

a) Observación de la sal
color

olor

si es cristalina o amorfa

si presenta magnetismo

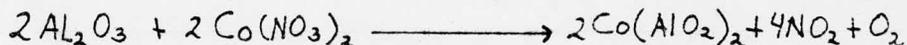
solubilidad

b) Ensayo por vía seca

En una barra de carbón se colocan unos mg de la sal y tres partes de carbonato de sodio se funden mediante un soplete de boca y se agrega una gota de nitrato de cobalto, la aparición de un color azul indica la presencia de aluminio.

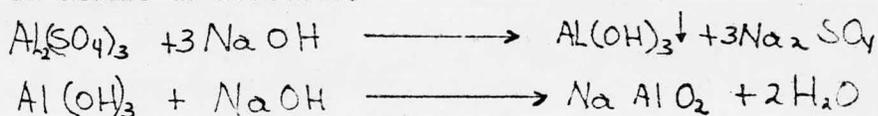
Este ensayo puede efectuarse también con la -

solución en análisis, humedeciendo un papel filtro y después calcinándolo en un crisol, al agregar la solución de nitrato de cobalto, las cenizas adquieren una coloración azul.



c) Ensayos por vía húmeda

1.- En un tubo de ensayo colocar una pequeña porción de la solución de aluminio y agregar unas gotas de hidróxido de sodio, se forma un precipitado blanco gelatinoso, que es soluble en exceso de reactivo.



2.- Se empapa un papel filtro con solución de alizarina y se deja secar, se agregan unas gotas de la solución ácida en análisis y se pasa por vapores de amoníaco hasta aparición de un color violáceo, se seca el papel a cien grados centígrados si la mancha violácea se torna de color rojo, se confirma la presencia de aluminio.

3.- En una placa de toque se colocan dos gotas de la solución en análisis y se le agregan dos gotas de la solución de aluminón, un precipitado rojo indica la presencia de aluminio.

4.- Colocar en un microtubo dos o tres gotas de la solución agregar dos gotas de la solución acuosa de trietanolamina; - un precipitado blanco gelatinoso, parecido al hidróxido de aluminio, constata la existencia de aluminio.

Identificación de $\text{CO}_3^{=}$ $\text{S}^{=}$ $\text{SiO}_3^{=}$

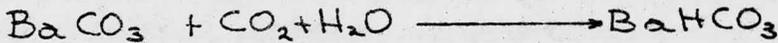
Reactivos

- solución cloruro de bario 10%
- agua oxigenada 20 volúmenes
- solución de fenoftaleína 0.5%
- solución de carbonato de sodio 0.1N
- ácido sulfúrico 2N
- ácido clorhídrico diluido (1:5)
- ácido acético glacial
- carbonato de sodio sólido
- solución de nitroprusiato de sodio 1%
- solución de bencidina (0.05 g de bencidina en 10 ml de ácido acético glacial en 100 ml de agua).
- solución de molibdato de amonio (5g de molibdato en 100 ml de agua y vertiendo ésta solución en 35 ml de ácido nítrico 1;1)
- solución de nitrato de plata 0.5%
- carbón
- solución de hidróxido de amonio 1;2

Identificación de Carbonatos

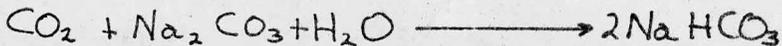
a) Ensayos por vía seca

- 1.- Acción del ácido sulfúrico diluido
- 2.- En un tubo de ensayo se coloca una pequeña cantidad de la substancia sólida y se le agregan dos o tres ml de HCl diluido, se desprende CO_2 que se identifica porque enturbia el agua de hidróxido de calcio ó cloruro de bario. En presencia de un exceso de CO_2 el precipitado desaparece por la formación del bicarbonato soluble.



b) Ensayo por vía húmeda

1.- Se colocan unas gotas de la solución en análisis en un tubo de ensayo con un tubo de desprendimiento y se agregan dos gotas de agua oxigenada y dos gotas de ácido sulfúrico 2N, el CO_2 desprendido y burbujeado sobre una solución de carbonato de sodio con fenolftaleína, decolora el color rosa del indicador.

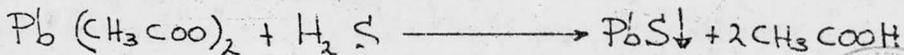


El agua oxigenada tiene la función de oxidar los sulfuros, tiosulfuros y sulfitos en caso de que estén presentes y evitar su interferencia.

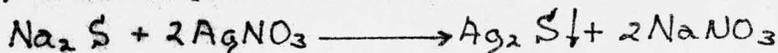
Identificación de Sulfuros

a) Ensayos por vía seca

1.- En un tubo de ensayo se coloca una pequeña porción de la sustancia sólida y se le agregan unos ml de HCl ó H_2SO_4 diluidos, el desprendimiento de H_2S gas, que se reconoce por su olor característico y que ennegrece el papel filtro humedecido con solución de acetato de plomo, indica la presencia de sulfuros.

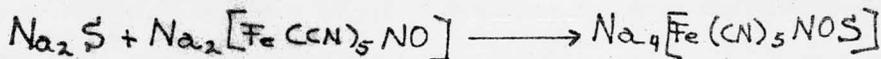


2.- En una pequeña barra de carbón se hace una concavidad y se colocan una porción de la muestra sólida con tres partes de carbonato de sodio sólido, se funden con un soplete de boca y la masa resultante de la fusión se le agregan unas gotas de solución de nitrato de plata, una mancha parda ó negra de Ag_2S , indica la presencia de sulfuros.



b) Ensayo por vía húmeda

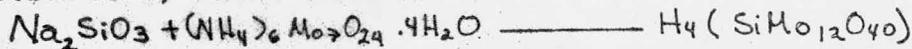
1.- Sobre una placa de toque se mezclan una gota de la solución alcalina en análisis con una gota de solución de nitroprusiato de sodio al 1%, la aparición de una coloración violeta indica la presencia de sulfuros.



Identificación de Silicatos

a) Ensayos por vía húmeda

1.- Sobre un papel filtro se coloca una gota de la solución a analizar y una gota de molibdato de amonio, se calienta suavemente y se le agrega una gota de bencidina; el papel humedecido se somete a vapores de amoniaco y se produce una coloración azul, debido a los silicatos.



2.- En una placa de toque se ponen dos gotas de la solución en análisis y se añaden unas gotas de la solución de nitrato de plata 0.5 % alcohólica, se obtiene un precipitado amarillillo de Ag_2SiO_3 .



Separación e Identificación de Mezclas de Sustancias Puras

Para fines de análisis químico cualitativo - los iones metálicos más comunes se han dividido tradicionalmente en cinco grupos que se caracterizan por el hecho de que cada grupo de cationes puede ser precipitado por un reactivo específico en determinadas condiciones. Así, se han elaborado diferentes esquemas denominados "marchas analíticas", de las cuales el químico analista puede valerse para la separación e identificación de cationes y aniones.

Todas estas marchas analíticas, están fundamentadas básicamente en la separación de los iones de manera sistemática y lo más completamente posible; identificando dichos iones por medio de reacciones químicas adecuadas.

La separación de los iones se lleva a cabo a un pH específico y un reactivo adecuado para cada grupo, el cual reacciona formando nuevos compuestos cuyos Kps, generalmente son bajos, por lo que se forman precipitados, pudiéndose así separar unos grupos de otros. Una vez separados se procede a la identificación individual de los iones.

Objetivos.-

El alumno separará e identificará los componentes de una mezcla conocida, utilizando la marcha analítica con el fin de que se familiarice con ella y no siga las instrucciones de la misma ciegamente, sino que él, sabiendo los componentes de la mezcla se trace un camino lógico y racional para llegar a la separación e identificación de los componentes de la misma.

Es conveniente como primer paso, observar las características físicas de la mezcla; efectuar las pruebas - por vía seca para identificar algunos iones. Probar solubilidad de la mezcla y una vez que haya encontrado el solvente - adecuado, proceda, haciendo uso de la marcha analítica a su separación y posteriormente a su identificación, valiéndose para ello de las reacciones previamente ensayadas por el alumno en sus prácticas de identificación de sustancias puras.

Material de Apoyo.-

Se recomienda que antes de efectuar ésta práctica, el maestro proporcione a los alumnos problemas teóricos de separación de cationes, haciendo uso de la marcha analítica para que el alumno se familiarice con este tipo de separaciones. Por ejemplo: si se tuviera una mezcla formada por nitrato de plomo, sulfato de aluminio, cloruro férrico - y cloruro de manganeso. ¿Cuál sería el procedimiento a seguir para la separación de cada uno de los componentes?.

La separación se haría de la siguiente manera: inicialmente se investigará a que grupo pertenece cada uno de los cationes de estas sales, en este caso tendríamos que el plomo pertenece al primer grupo, el aluminio y el fierro pertenecen al grupo IIIA y el manganeso al IIIB.

Consultando una marcha analítica se ve que el procedimiento lógico a seguir sería: teniendo la mezcla ya - en solución se agrega ácido clorhídrico diluido para precipitar el plomo, como se sabe que es el único catión del primer grupo se filtra y se disuelve en ácido nítrico diluido para efectuar las reacciones de confirmación.

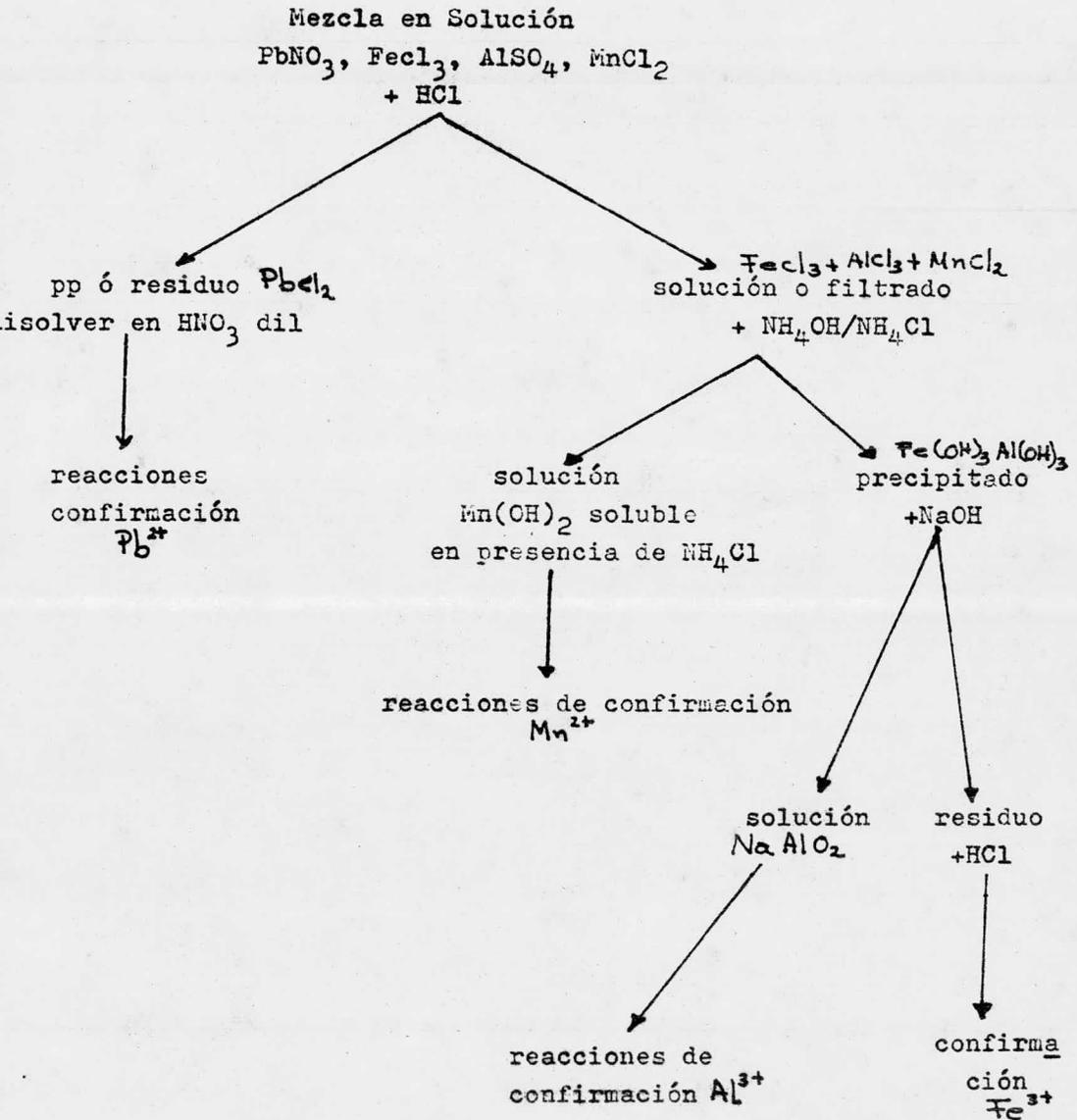
Se observa que no hay cationes del grupo II, ni A ni B y por lo tanto no es necesario agregar H_2S reactivo específico para precipitar los cationes de dicho grupo -- por lo que se procede a la separación de los cationes restantes, para ello la solución se basifica con hidróxido de amoníaco.

nio y cloruro de amonio que provocarán la precipitación de los cationes del grupo IIIA que en este caso específico son fierro y aluminio, se filtra y se guarda el filtrado; en el precipitado se encuentran el hidróxido férrico y el hidróxido de aluminio los cuales serán lavados con solución de cloruro de amonio (1%) en caliente para evitar la precipitación del manganeso, el cual queda en la solución. El precipitado se coloca en una cápsula de porcelana y se le agrega solución de hidróxido de sodio para separar el fierro que permanece como hidróxido férrico y el aluminio formará el aluminato correspondiente el cuál es soluble, por lo tanto por simple filtración se separarán. En la marcha se menciona agregar $\text{NaOH}/\text{NaNO}_2$, que serviría para oxidar el cromo de 3^+ a 6^+ y al fierro de 2^+ a 3^+ , como es obvio, es este caso no es necesario.

Una vez separado el fierro del aluminio se procede a efectuar las reacciones de identificación o confirmación.

La solución se sabe que contiene el manganeso por lo que se ensayan en ella las reacciones específicas de identificación, tomando en cuenta que debe eliminarse el ión cloruro para evitar su interferencia en las reacciones para comprobar la presencia de manganeso.

Esquema a Seguir



Suelos su Origen y Formación

El suelo o superficie de la Tierra es un conglomerado complejo, que consiste de todo tipo de rocas descompuestas conteniendo la totalidad de minerales que existen en la Tierra. Sin embargo la composición de los suelos no es homogénea. La descomposición de las rocas se produce por la acción simultánea de fuerzas que se pueden agrupar en: mecánicas, como la acción del agua, cambios de temperatura, acción del viento, hielo, etc. Y en fuerzas químicas como son las reacciones entre unas sustancias y otras. La acción combinada de estos dos tipos de fuerzas origina un rompimiento progresivo dando origen a la formación de nuevas sustancias. La arcilla por ejemplo, uno de los componentes más importantes en un suelo fértil, se produce a través de procesos químicos complejos. Durante esta serie de reacciones, ciertos minerales tales como el magnesio, calcio, potasio, hierro, etc., son liberados de las rocas lo que nos indica la importancia de estas fuerzas de descomposición.

Rocas formadoras de suelos y su clasificación

La mayoría de rocas primitivas de la litósfera o corteza terrestre están formadas por agregados o combinaciones de diversos minerales casi siempre en forma cristalina, es decir son masas rocosas en donde se hallan combinadas muchas sustancias químicas cuya forma y composición son diferentes.

Conforme a su origen las rocas pueden dividirse en tres grupos que son:

a) Rocas ígneas.- Este tipo de rocas debe su condición y origen al hecho de haber estado sometidas en alguna época geológica a temperaturas muy elevadas lo cual, las redujo a una condición regularmente fluida y al enfriarse se solidificaron en cuerpos masivos más o menos cristalinos.

b).- Rocas sedimentarias.- Consisten en partículas de rocas ígneas descompuestas o de residuos de animales o vegetales depositados por el agua; estas partículas unidas por coherencia o sedimentación con otras substancias minerales que se encuentran en solución tales como sílice, carbonato de calcio y ciertos compuestos de hierro.

c).- Rocas metamórficas.- Estas rocas se originaron a partir de rocas ígneas o depósitos sedimentarios profundamente enterrados que bajo la influencia del calor y una presión elevada, sufrieron una fusión.

Diferencias entre la composición de rocas y suelos

Existen grandes diferencias de composición entre suelo superficial promedio y las rocas que le dieron origen

Las rocas sólidas están constituidas por un 60 por ciento de sílice y el 40 por ciento restante, lo forman un conjunto de diversas substancias. En el suelo superficial, las condiciones son diferentes, y la sílice, que es el producto final de la intemperización, en los suelos minerales constituye un 85 por ciento del total; los demás componentes, como la materia orgánica, no llegan al 15 por ciento.

Los suelos poseen cantidades notables de sílice pura en forma de: grava, arena ó como componente de diversos minerales.

En regiones desérticas, donde los procesos de intemperización son casi completos el suelo consiste casi enteramente de sílice, pues los demás elementos se han perdido en mayor o menor grado y se han depositado en capas aisladas ó acarreados por las corrientes subterráneas hasta los océanos.

De acuerdo con su contenido de materia orgánica los suelos pueden ser divididos en: minerales y orgánicos; en general se dice que un suelo es orgánico cuando su contenido

do en dicha materia es del 20 por ciento, ó más.

En la naturaleza, la materia orgánica llamada también "humus", proviene de vegetales y somas de animales muertos. Esta materia orgánica muerta se ve sujeta a una descomposición continua, de donde resultan algunas sustancias tales como: carbohidratos, ligninas, proteínas, grasas, etc. de donde se deduce que la composición de la materia orgáni - ca es muy compleja. La falta de una composición química uniforme definida está indicada por la gran variedad de materia les orgánicos de los cuales se origina.

Se deduce que la presencia del humus es de vital importancia para la vida vegetal y animal ya que sabemos que las plantas superiores así como los animales y el hombre, no pueden vivir a base de mezcla mineral ya descrita.

Constituyentes minerales esenciales para la vida vegetal

Hasta ahora se han identificado 64 elementos químicos en tejidos de plantas vivas, pero sólo ha sido posi - ble asignar una función útil a 25 de ellos. Esto no quiere - decir que los restantes carezcan de importancia; la función de algunos de estos elementos, que se consideran nutrimentos ha sido descubierta hasta hace poco; con ello se puede pen - sar que con el tiempo se llegue a descubrir la función de ca - da uno de ellos.

Los 14 elementos que se mencionan a continua - ción se consideran importantes para las plantas ya que los - absorben en cantidades relativamente grandes, siendo hasta - ahora los más estudiados: carbono, oxígeno, hidrógeno, nitró - geno, fósforo, potasio, azufre, calcio, magnesio, hierro, si - licio, aluminio, cloro y sodio.

También necesarios para el buen crecimiento de las plantas, aún cuando son absorbidos en cantidades mucho - menores llamados por este hecho: microelementos, elementos - menores u oligoelementos. Entre ellos se pueden mencionar: -

cobre, manganeso, zinc, molibdeno y cobalto. No se les puede mencionar en orden de importancia con respecto a la función que cada uno desempeña directa ó indirectamente en la nutrición vegetal ya que tales funciones no han sido estudiadas completamente, sólo se sabe que cuando existen carencias de ellos, se presentan transtornos en el desarrollo de las plantas.

En general los elementos menores ó microelementos presentan las siguientes características básicas:

- a) Son nutrientes directos para la vida y crecimiento de las plantas.
- b) Pueden substituir parcialmente a otros elementos.
- c) Ayudan a la formación de enzimas y vitaminas.
- d) Algunos son antídotos contra efectos tóxicos.
- e) Varios elementos pueden modificar a otros mediante oxidaciones y reducciones.
- f) Pueden afectar el desarrollo de microorganismos.

Se sabe también que su importancia no guarda relación ninguna con la proporción tan pequeña en que son -- requeridos por las plantas para la satisfacción de sus necesidades, sin embargo las deficiencias de los elementos menores producen transtornos en la vida de las plantas y afecta las cosechas. Los síntomas de deficiencia de elementos menores pueden ser visibles en las partes externas del vegetal, pero en algunos casos no hay síntomas ó se encuentran mezclados con otros por lo que sólo pueden ser diagnosticados por el análisis del suelo, la planta ó de ambas cosas. Otro de -- los transtornos se presenta cuando el microelemento se en -- encuentra en el suelo pero en forma no aprovechable para la -- planta.

Como resultado de varios experimentos, va -- riando la acidéz del suelo se ha observado, que en general -- al aumentar ésta, se hacen aprovechables los elementos menores con excepción del molibdeno. Por el contrario, si en un suelo se encuentran microelementos en cantidades tóxicas, -

puede corregirse este defecto agregando cal.

El hecho de que no se haya adelantado en el estudio de los microelementos y que por lo tanto no se haya generalizado su empleo no obstante su importancia para aumentar el rendimiento de las cosechas, se debe a que su aprovechamiento en los suelos es muy complejo y la interacción entre ellos mismos es muy difícil de interpretar. Por ejemplo un cultivo puede carecer de manganeso y se puede corregir la deficiencia con su adición, sin embargo puede ser que la adición de manganeso y zinc simultáneamente, aún cuando no haya síntomas de que falta éste último, haga rendir considerablemente la cosecha.

Una característica que quizá sea la más importante para que el uso de los microelementos no se haya generalizado es la de que, casi todos los microelementos son tóxicos al ser agregados en cantidades mayores a las requeridas por los cultivos.

Muestreo de Suelos

Como ya se dijo, el muestreo es una tarea muy importante de la que depende el valor de cualquier análisis, por lo que para el análisis de suelos se requiere de una técnica especial de muestreo.

En todos los casos, debe realizarse una inspección previa del campo a muestrear para posteriormente dibujar un diagrama donde se señalen las diferentes zonas del terreno. Sobre este diagrama se traza un plan del número de muestras a tomar, la forma de tomarlas y el orden del muestreo; teniendo en cuenta que debe recogerse una muestra distinta por cada porción de terreno con características definidas y que debe tomarse como mínimo una muestra por cada dos hectáreas.

A continuación se numeran las bolsas en las que se guardarán las muestras y se inicia la recolección; las muestras deben ser tomadas a una profundidad de 0-20 cms. Para recolectar dichas muestras existen varios métodos entre los cuales se encuentran los siguientes:

- a) Uno de los métodos consiste en recolectar la tierra por medio de una barrena que se introduce a una profundidad de 20 cms, la cual al jalarse hacia arriba trae consigo una porción del terreno, que se coloca dentro de la bolsa de recolección.
- b) Otro método hace uso de un tubo cilíndrico que termina en punta y que después de ser introducido por rotación sobre su eje permite extraer una porción de suelo.
- c) El tercer método y más sencillo es el uso de una pala, por medio de la cual se cava un hoyo en forma de "V" de unos 20 cms, y se corta una rebanada de uno de los lados y la parte central de la rebanada se guarda en la bolsa recolectora, despreciándose los bordes.

Cualquiera que sea el método se repite la misma operación por lo menos 10 veces hasta completar una muestra de aproximadamente dos kilos. La muestra total debe tomarse recorriendo la parcela a muestrear en zig-zag.

Es conveniente mencionar que antes de proceder al análisis químico de la muestra, se efectúe la operación de cuarteo y una vez obtenida la muestra destinada al laboratorio se separen las piedras, se rompan los agregados por pulverización haciendo uso de un mortero ó rodillo y se tamice la muestra para facilitar la disolución.

Los granos cuyo tamaño excede de 2 mm de diámetro no se consideran en los análisis químicos de los suelos. Las otras partículas de acuerdo a su tamaño se dividen en:

arena.- partículas de suelo cuyo diámetro está comprendido entre 2-0.02 mm.

limo.- partículas de diámetro comprendido entre 0.2-0.002 mm
arcillas.- aquellas cuyo diámetro es menor de 0.002 mm.

En este caso la palabra arcilla significa sólo un conjunto de partículas de suelo de tamaño determinado sin considerar su naturaleza química. Incluye por tanto partículas de suelo que no pertenecen al grupo mineral de arcillas.

Se dice que un suelo es: arenoso, limoso ó -- arcilloso dependiendo de la fracción de partículas que predomine en él designándose así su textura, Existen también combinaciones de estas fracciones.

Una manera sencilla y aproximada para darse una idea de la textura de un suelo consiste en tomar una pequeña porción de él, humedecerla y amasarla con los dedos, si se forma una masa consistente y plástica se tratará de un suelo arcilloso, si al tacto es grasa y deja manchas en los dedos se trata de un suelo limoso y si no se logra formar con él una masa homogénea y presenta un chirrido típico al frotarse se puede decir que se trata de un suelo arenoso.

Identificación de algunos elementos en Suelos

Objetivos.-

a) El alumno muestreará un suelo, para efectuar sus determinaciones.

b) El alumno identificará algunos cationes y aniones en su muestra usando las reacciones específicas ya por él experimentadas en sus prácticas anteriores.

c) El alumno podrá concluir cuales reacciones tienen mayor sensibilidad y proporcionan mejores resultados para la identificación de los iones en un suelo.

Material

placa de toque de porcelana

tubos de ensayo y microtubos

gradilla

mechero

trípí

tela de asbesto

embudos de filtración rápida

papel filtro

papel pH

espátula

goteros

micropipetas

vasos de precipitado de 100 ó 250 ml

mortero ó rodillo

Reactivos.-

se utilizarán los mismos reactivos usados en las prácticas anteriores, dependiendo del ión a identificar.

Procedimiento

1.- Muestrear el suelo. Puede emplearse cualquiera de los métodos antes descritos. Cuartear hasta obtener una muestra conveniente, separar las piedras, pulverizar y tamizar.

Efectuar el cuarteo hasta obtener la muestra de laboratorio aproximadamente 100 g.

2.- Observación de las propiedades físicas de la muestra, tales como: color, determinación de textura, (limoso, arenoso, arcilloso) probar solubilidad (agua, ácidos diluidos, ácidos concentrados, en frío y en caliente).

3.- Ensayos por vía seca

a) Acción del ácido sulfúrico diluido.

b) Ensayo a la flama

c) Probar las reacciones de cationes y aniones que puedan efectuarse directamente de la muestra sólida, tales como ensayos al carbón, etc.

4.- Ensayos por vía húmeda

Se toman dos ó tres gramos de la muestra de tierra finamente pulverizada y se trata con el disolvente más adecuado, se calienta a sequedad y se agrega agua; filtrar y con la solución cristalina se procede a efectuar las reacciones de identificación por vía húmeda anteriormente descritas. Con el residuo insoluble se efectúan los ensayos para investigar silicatos.

Se recomienda iniciar el análisis de cationes con la identificación del fierro.

Sobre una placa de toque se coloca una gota - de la solución a analizar y se agrega una gota de ferrocianuro de potasio, la aparición de la coloración azul característica, indica la presencia de fierro. En caso de que ésta reacción resulte positiva, reconfirmar la presencia de este ión, haciendo uso de las restantes reacciones específicas para - fierro, efectuadas con anterioridad.

Si el ión fierro se encuentra presente en la muestra, se aconseja enmascararlo con fluoruro de sodio para evitar su interferencia en las identificaciones restantes. - Para ello se toman unos ml de la solución muestra, se añade fluoruro de sodio sólido y se agita continuamente hasta decoloración parcial, se deja sedimentar y se decanta o se filtra. La solución clara servirá para efectuar los ensayos restantes de los diferentes cationes .

Una vez quitada la interferencia del fierro, se procede a efectuar las reacciones ya citadas. Se considera conveniente preparar soluciones testigo para poder hacer comparaciones en cada una de las determinaciones que se efectúen.

**Identificación de los elementos más comunes
en Aleaciones**

Por definición una aleación es la liga de dos metales ó más por medio de la fusión. Por ejemplo los latones tienen como principales componentes: cobre y zinc, el bronce contiene en mayor proporción cobre y estaño. La ausencia casi total de elementos electronegativos, que se reduce generalmente a: azufre, carbón, fósforo y silicio; hace que el análisis de una aleación se simplifique ya que muchas veces no es necesaria la investigación de los aniones, y que en muchos casos basten unos ensayos directos para resolver el problema.

Como se sabe en una aleación predomina un elemento. Por ejemplo en los aceros el fierro, en los bronce el cobre, y así sucesivamente. Por lo que se cree conveniente efectuar la separación del principal elemento, para evitar que perturbe ó interfiera en las reacciones de identificación de los demás cationes.

Objetivos.-

a) El alumno identificará los principales elementos que constituyen una aleación.

b) El alumno una vez identificados los cationes, concluirá de que tipo de aleación se trata. Por ejemplo si es un bronce, un latón, etc, etc.

Material

placa de toque de porcelana
tubos de ensayo y microtubos
vasos de precipitado de 100 ó 250 ml
embudos de filtración rápida
gradilla
mechero
tripié
tela de asbesto
espátula
goteros
micropipetas
papel filtro
papel pH
agitador de vidrio

Reactivos.-

Los indicados en las prácticas anteriores necesarios para efectuar las reacciones de identificación ya mencionadas.

Procedimiento

- 1.- Observar las características físicas de la aleación.
- 2.- Probar solubilidad. Generalmente las aleaciones se disuelven en ácido nítrico; de preferencia usar ácidos diluidos.
- 3.- Disolución de la muestra. Tomar de 0.25-0.5 g de muestra en limaduras finas, limpias y sin grasa; añadir 3-5 ml de ácido de preferencia diluido, calentar procurando no llegar a sequedad, pues se forman sales básicas muy difíciles de disolver. Al residuo agregar una vez frío 5-10 ml de agua (con pre

caución!, se calienta suavemente y se filtra cualquier residuo insoluble.

4.- Una vez disuelta la muestra se efectúan las reacciones específicas a la gota ó microtubo.

5.- Una vez determinado el elemento en mayor proporción se elimina, para que como ya se mencionó, evitar posteriores interferencias.

En el caso de que el principal elemento fuera el fierro, se puede eliminar su interferencia agregando fluro de sodio sólido a la solución. Otro método consiste en evaporar casi a sequedad la solución y enfriar, añadir un ml de ácido clorhídrico concentrado, se agita y se coloca en un tubo de ensayo con tapón, en donde se agrega un volumen igual de éter, se agita y se deja separar las dos capas, se extrae la capa etérea que lleva consigo al fierro. La solución acuosa se calienta para eliminar las trazas de éter en baño maría se diluye con agua y esta solución se utiliza para identificar a los demás elementos.

En el caso de que el principal elemento sea el cobre, una vez identificado se puede eliminar con sulfito de sodio y ferrocianuro de potasio, se decanta o se filtra la solución y se prosigue a identificar los restantes elementos.

Se considera de utilidad que el alumno pueda concluir de que aleación se trata la muestra que examinó, mediante la consulta de una lista de aleaciones repartidas por el maestro y por comparación visual con muestras patrón.

Minerales

Son compuestos químicos inorgánicos de estructura molecular o sistema de cristalización y propiedades físicas bien definidas.

Las menas son concentraciones naturales de minerales metalíferos, que contienen a los elementos metálicos en pureza y cantidad suficiente para garantizar su explotación, algunas veces los depósitos de menas contienen a los elementos en estado metálico, pero es más común encontrarlos en forma de compuestos tales como: sulfuros, carbonatos, sulfatos, ó silicatos.

Los depósitos pueden contener más de un metal ó más de un compuesto de un metal, además pueden existir minerales como cuarzo ó caliza de ningún valor llamados: "gangas".

Entre las propiedades físicas de los minerales como ya se dijo, son definidas para cada uno de ellos, - tenemos aquellas que dependen de la cohesión y de la elasticidad, de la luz, del calor, de la electricidad y magnetismo. A continuación se dará la definición de algunas de ellas.

Crucero.-

Es la tendencia de un mineral cristalizado a romperse en ciertas direcciones definidas, produciendo superficies más ó menos lisas.

Dureza.-

Se emplea para definir la resistencia de la superficie a la abrasión. Se determina por la facilidad o dificultad comparativas con las que un mineral raya a otro.

Fractura.-

Se emplea este termino, para definir la forma ó clase de superficie obtenida al romper en una dirección, distinta al crucero en los minerales cristalizados y en cualquier

en los minerales macizos.

Tenacidad.-

De acuerdo a su tenacidad los minerales se han dividido en: quebradizos, cuando se separan partes del mineral en forma de polvo ó granos cuando se trata de cortarlo; sectil, cuando pueden cortarse pedazos del mineral con una cuchilla sin que se pulverice; maleable, cuando puede cortarse a tajadas y éstas pueden ser aplanadas con un martillo; -- flexible, cuando un mineral se dobla sin romperse y queda doblado al quitar la fuerza que lo deformó.

Peso específico.-

Relación de su densidad a la del agua a 4⁰C, comparando la relación de peso con un cierto volúmen del mineral al de un volúmen igual de agua.

Transparencia.-

Depende de la cantidad de luz transmitida por el mineral se clasifican en:

Transparentes; cuando el contorno de un objeto visto a través del mineral se distingue claramente.

Subtransparente; cuando se observa el objeto pero no los contornos de él.

Translúcido; cuando únicamente transmiten la luz pero no se perciben los objetos.

Subtranslúcido; cuando transmiten la luz solamente a través de las aristas.

Opaco; cuando no transmite la luz.

Magnetismo.-

En un campo magnético fuerte, todos los minerales así como las otras substancias, se ven afectadas por la fuerza magnética. De acuerdo a su comportamiento los minerales se dividen en: paramagnéticos cuando son atraídos y diamagnéticas cuando son repelidos.

Identificación de los principales elementos en un Mineral

Objetivos.-

El alumno, determinará los principales elementos en un mineral, mediante el uso de las reacciones de identificación tanto de cationes como de aniones, efectuadas en las prácticas anteriores. Mediante el uso de éstas llegará a la conclusión del mineral de que se trata.

Es importante que al alumno se le de la muestra de mineral en su forma bruta para que pueda observar sus propiedades físicas. Posteriormente efectuará la molienda para que finamente pulverizado pueda disolverlo con mayor facilidad y prosiga con su análisis.

Material

El mismo utilizado en las prácticas anteriores

Reactivos

Los mismos usados con anterioridad

Procedimiento

- 1.- Observación de las propiedades físicas de la muestra.
- 2.- Ensayos por vía seca:
 - a) Acción del ácido sulfúrico
 - b) Ensayos al carbón
 - c) Prueba de solubilidad

3.- Ensayos por vía húmeda.-

Se toman de 0.2-0.5 g de la muestra finamente pulverizada, se disuelven en el disolvente adecuado, se calienta hasta sequedad y se diluye con agua a aproximadamente 15-20 ml, se filtra y en el residuo insoluble se investigan los silicatos.

Con la solución acuosa se efectúan los ensayos ya mencionados. Se recomienda iniciar el análisis de cationes con el fierro, para que en el caso de que sea necesario, se enmascare como ya se ha dicho. Todas las reacciones se efectuarán con sus respectivos testigos de sales puras -- para confirmar cuando una reacción es positiva.

Se considera de utilidad que el alumno pueda concluir de que mineral se trata la muestra que examinó, consultando una lista de las muestras que se repartieron así como por comparación visual con un banco de minerales.

V.- Resultados y Conclusiones

Para la realización de este trabajo se seleccionó como método de análisis químico cualitativo, una combinación de macro y micro-análisis. Debido a que el principiante no tiene experiencia en el laboratorio se creyó conveniente que, operaciones tales como: disolución de las muestras, separación de residuos insolubles por filtración etc. etc. - en las cuales se pierde parte de la muestra, se hiciera con técnicas macroanalíticas. Y para la parte de reacciones de identificación se escogió la técnica micro, ya que se considera muy práctica y de fácil ejecución para un principiante; teniendo la ventaja del uso de pequeñas cantidades de reactivos específicos.

Aunque algunos de los reactivos tienen un costo elevado en el mercado, como son usados en mínimas cantidades se piensa que esto no gravará los análisis.

Debido a la difícil adquisición de ciertos reactivos orgánicos específicos como ditizona y ácido ditioglicólico, se efectuó su síntesis para comprobar la eficacia en los materiales utilizados. Estas síntesis fueron llevadas a cabo en el laboratorio de Química Experimental Aplicada de la Facultad. También fué usado el reactivo Fenilglicina, sintetizado por un alumno de dicho laboratorio.

Teniendo en cuenta todo esto, se considera que sería de gran utilidad que, reactivos como los mencionados, podrían ser proporcionados por el laboratorio de Química Experimental Aplicada, colaborando así con el mejor funcionamiento y economía de laboratorios como el de Ciencia Básica en la Facultad; tomando en cuenta que los alumnos de Q.E.A., están capacitados para efectuar dichas síntesis y el laboratorio mismo cuenta con las sustancias necesarias para

su obtención, se podría dar así a las síntesis preparadas - por los alumnos una utilidad inmediata.

Las reacciones que se emplearon son conocidas y fueron seleccionadas entre aquellas que se consideran de gran sensibilidad y generalmente coloridas, de fácil ejecución por métodos microanalíticos; con el fin de determinar cuales de ellas resultaban idóneas para todos los materiales usados. Las reacciones específicas de identificación o comprobación ya sea en microtubos ó placas de toque, son usadas también en las marchas analíticas.

Aquí se propone que el uso de las mencionadas marchas analíticas sea hecho, ya no como tradicionalmente se efectúa en la enseñanza del análisis cualitativo en la Facultad, es decir dando al alumno una mezcla "problema" para que él siga ciegamente las instrucciones de tales marchas, como ocurre en muchos casos, sino por el contrario, que las mezclas a analizar sean conocidas por los discípulos para que mediante la marcha analítica encuentre como ya se dijo, el camino adecuado para su separación e identificación y aprenda así a resolver problemas de interferencias, trabajar con medios adecuados de acidez, etc, etc.

Todas las reacciones seleccionadas, se ensayaron simultáneamente en substancias puras que servirían posteriormente como testigos en las diferentes muestras de suelos alecciones y minerales, para comparar resultados.

A continuación se pueden observar los resultados obtenidos con las diferentes reacciones y materiales de análisis.

Suelos

Para la determinación de iones en suelos las reacciones fueron ensayadas en 8 diferentes muestras de suelos, muestreadas mediante la técnica de la pala. Se cuartearon y se pulverizaron finamente hasta obtener una muestra de laboratorio de aproximadamente 100 g. En ellas se observaron sus características físicas, se probó su solubilidad y se hicieron las pruebas por vía seca, la acción del ácido sulfúrico diluido, ensayos a la llama, etc. Una vez encontrado el disolvente adecuado a cada una de ellas, se procedió a su disolución y análisis.

En el presente trabajo se hizo la disolución de las muestras en ácido nítrico (1:1), con el fin de oxidar algunos iones que se encontraran en un estado de valencia inferior, como por ejemplo la oxidación del fierro de 2^+ a 3^+ , debido a que las reacciones seleccionadas eran únicamente -- para fierro 3^+ .

La mayoría de las reacciones por vía seca tales como los ensayos al carbón, no dieron buenos resultados ya que los iones se encuentran en pequeñas proporciones.

Es importante mencionar que todos estos ensayos se efectuaron directamente de las muestras disueltas sin efectuar separaciones sistemáticas, únicamente se tuvo cuidado de eliminar al fierro con fluoruro de sodio sólido, debido a que es un gran interferente y se encontraba en la mayoría de las muestras. Es importante hacer notar que la identificación de los silicatos se efectuó en los residuos remanentes de las disoluciones de las muestras.

En el caso específico de las tierras no todas las reacciones dieron buenos resultados, pero bastaba con que una de ellas diera resultados positivos para que comparada con un testigo, se tomara como prueba concluyente.



Todos los ensayos realizados, pueden también ser utilizados para efectuar prácticas de campo, ya que como se puede observar dan buenos resultados directamente de los materiales sin necesidad de hacer separaciones sistemáticas en un sencillo análisis cualitativo.

A continuación se muestran los resultados de los ensayos efectuados en estas muestras.

Suelos
Propiedades Físicas y ensayos por vía seca

	t ₁	t ₂	t ₃	t ₄	t ₅	t ₆	t ₇	t ₈
Color	gris claro	rojiza	parda	rojo amarillenta	café clara	café obsc.	gris obsc.	gris clara
Textura	arenosa	arcillosa	arcillosa	arcillosa	arcillosa	limosa	arenosa	arenosa
Solubilidad								
H ₂ SO ₄ c.	(s)	(s)	(s)	(s)	(s)	(s)	(s)	(s)
HNO ₃ c.	(s)	(s)	(s)	(s)	(s)	(s)	(s)	(s)
HCl	(i)	(+ s)	(+ s)	(mod. s)	(mod. s)	(mod. s)	(i)	(i)
Acción del H ₂ SO ₄ dil.								
CO ₃ ⁻	+	-	+	-	+	+	-	+
NO ₃ ⁻	-	-	+	+	-	+	+	-
Cl ⁻	-	+	-	-	-	+	-	+
O ₂	+	+	+	+	+	+	+	+
Ensayo a la flama								
Na ⁺	+	+	+	+	+	+	+	+
K ⁺	-	-	+	+	+	-	+	-
Ca ⁺⁺	-	+	+	+	+	+	-	-

Suelos
Ensayos por Vía húmeda

	t ₁	t ₂	t ₃	t ₄	t ₅	t ₆	t ₇	t ₈
Pb⁺⁺								
a) Ditizona	+	+	+	-	+	+	+	-
b) KI	+	+	+	-	+	+	+	-
c) KI/ SnCl ₂	+	+	+	-	+	+	+	-
d) H ₂ S	-	-	-	-	-	-	-	-

Esta última reacción no es útil, ya que existen grandes interferencias de los cationes restantes presentes

K⁺

a) Ensayo a la flama	-	-	+	+	+	-	+	-
b) Cobaltinitrito de sodio	-	-	+	+	+	-	+	-

NO₃⁻

a) Sulfato ferroso	-	-	+	+	-	+	+	-
--------------------	---	---	---	---	---	---	---	---

Cu⁺⁺

a) Mercuritiocianato NH ₄ /acetato Zn	-	-	+	-	+	+	+	-
b) Trietanol amina	-	-	+	-	+	+	+	-
c) Fenilglicina	-	-	+	-	+	+	+	-
d) Ac. tioglicólico-	-	-	+	-	+	+	+	-

	t ₁	t ₂	t ₃	t ₄	t ₅	t ₆	t ₇	t ₈
Fe⁺⁺⁺								
a) K ₄ Fe(CN ₆)	+	-	+	+	+	+	+	+
b) NH ₄ SCN	+	-	+	+	+	+	+	+
Ni⁺⁺								
a) Dimetil glioxima	+	-	+	-	-	+	+	+
Cl⁻								
a) AgNO ₃	-	+	-	+	-	+	-	+
Mn⁺⁺								
a) AgNO ₃ /(NH ₄) ₂ S ₂ O ₈	+	-	+	-	-	+	+	+
b) NaBiO ₃	+	-	+	-	-	+	+	+
SO₄⁻								
a) BaCl ₂	-	-	+	+	-	-	-	-
b) Vía seca								
Ca⁺⁺								
a) ensayo a la flama	-	+	+	+	+	+	-	-

Aleaciones

Se analizaron siete diferentes aleaciones, investigándose en ellas únicamente cationes, todas fueron disueltas en ácido nítrico (1:1), no se llevaron a sequedad para evitar la formación de sales insolubles. Se encontró que todas las reacciones seleccionadas dieron buenos resultados para cada caso en particular. Se tuvo la precaución de enmascarar el cobre y al fierro cuando fué necesario es decir, cuando estos elementos por su gran abundancia en la muestra disturbaban las reacciones restantes.

En todos los casos conociendo la composición de estas aleaciones se pudo confirmarlas, haciendo uso de las reacciones ya mencionadas, obteniéndose excelentes resultados. En estos casos también se usaron soluciones testigos.

Minerales

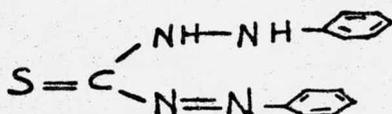
Las reacciones seleccionadas se aplicaron a los minerales que comunmente se utilizan en el laboratorio de Ciencia Básica II, tales como: esfalerita ó blenda ZnS , hematita Fe_2O_3 , pirolusita MnO_2 , galena PbS , Beuxita Al_2O_3 , malaquita $CuCO_3$.

En este caso debido a que el alumno no sabrá de que mineral se trata su muestra y que existen muchas interferencias, se recomienda el uso de la marcha analítica para la separación de los iones. Sin embargo los ensayos también fueron aplicados directamente sobre los minerales dándonos muy buenos resultados.

Los ensayos de la acción del H_2SO_4 diluido, al carbón, a la perla de bórax son de gran utilidad para el reconocimiento de iones en los minerales. Los ensayos a la -

flama deben efectuarse con la muestra ya disuelta, ya que si se utiliza directamente el material, se contamina el alambre de platino y es difícil limpiarlo para posteriores ensayos. El alambre de platino puede ser substituído por un alambre - de nicromel dando los mismos resultados.

VI.- Síntesis de Ditizona ó Difenil Tiocarbazona



Sólido negro azul

P M 256.32

p.f. 156-163°C

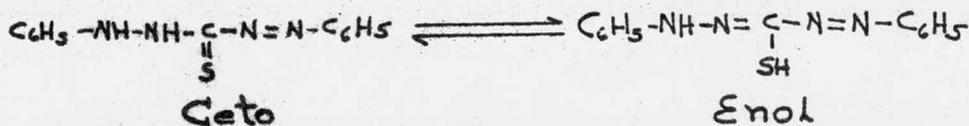
$\text{C}_{13}\text{H}_{12}\text{S N}_4$

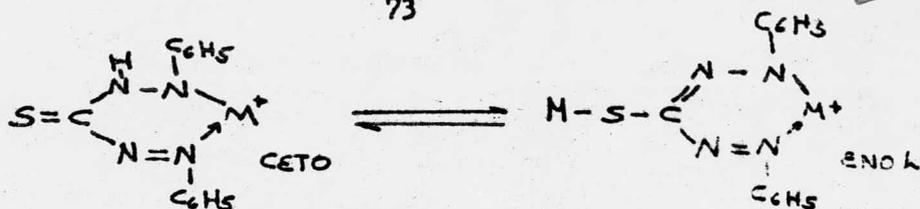
Reactivo específico para la determinación de algunos metales como: plomo y zinc. Con una sensibilidad hasta de 0.8 ppm. En solución alcalina color rojo naranja y en solución ácida color azul.

La ditizona es un sólido violeta-negro, el cual se disuelve en la mayoría de los solventes orgánicos - en mayor ó menor grado. Soluble rápidamente en cloroformo y un poco menos en CCl_4 , ambos líquidos usados en soluciones de ditizona para propósitos analíticos.

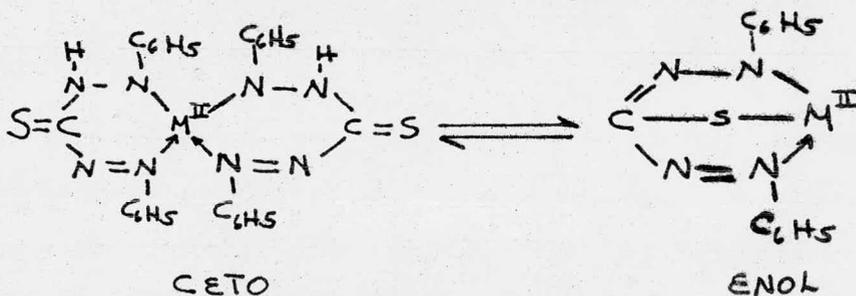
Cuando una solución de ditizona es agitada - con una solución acuosa de una sal de un metal pesado tales como: Pb. Co, Zn, Cd, Hg y Ag, se forma una sal compleja la cual es usualmente soluble en el líquido orgánico impartiendo coloraciones que van del rango de violeta a amarillo - pasando por el rojo dependiendo del metal presente. Estos complejos llamados "ditizonatos" son más solubles en cloroformo y tetracloruro de carbono que en soluciones acuosas.

La ditizona así como los distintos ditizonatos existen en dos formas tautómeras, la ceto y la enol:





En la forma Ceto el átomo de hidrógeno del -- grupo imido de la Ditizona es reemplazada por el metal y en la forma Enol, el átomo de hidrógeno del grupo sulfidrilo es también reemplazado. Consecuentemente la forma Enol contiene dos veces más de metal que la correspondiente forma Ceto, - por lo que para los ditizonatos de metales bivalentes se requieren dos moléculas de forma Ceto por cada metal.



Debido a que la Ditizona reacciona indistintamente con todos los cationes antes mencionados, controlando las condiciones de reacción, las interferencias con varios metales pueden ser eliminadas y se puede hacer muchas pruebas para determinar iones individuales.

En general los métodos prácticos empleados para improvisar la selectividad de la Ditizona son:

- 1) Regulación del pH de la solución a ser extraída
- 2) Adición de reactivos formadores de complejos para remover metales interferentes
- 3) Oxidación o reducción de metales que interfieren

Varios metales reaccionan con Ditizona y lo hacen a diferentes valores óptimos de pH de la solución acuosa por lo que es posible efectuar separaciones de varios metales por extracción con soluciones de cloroformo de Ditizona a valores de pH cuidadosamente controlados de la solución acuosa.

Fischer y Fischer usaron una solución verde - filtrada de 0.01 g de Ditzona en 250 ml de CCl_4 y reportaron que los iones que dan colores característicos pueden ser divididos dentro de grupos dependiendo del carácter de la solución acuosa de prueba, esos grupos son:

- I) En ácidos minerales diluidos: Cu, Ag, Pd.
- II) En soluciones de ácido acético: Zn, Co, Ni, Cd y Sn.
- III) En soluciones de Sosa: Ag, Hg, Cu, Co, Ni Cd y Zn
- IV) En soluciones ligeramente alcalinas conteniendo cianuro: Sn, Bi y Pb.
- V) En soluciones fuertemente alcalinas conteniendo tartratos: Co, Ni y Cd.

Material

matraz de tres bocas de un litro
 agitador mecánico
 condensador
 embudo de adición
 termómetro
 baño de hielo
 vasos de precipitado 500 ml

Reactivos

fenil hidrazina destilada
 sulfuro de carbono
 éter etílico ordinario
 etanol absoluto
 solución de hidróxido de potasio alcoholica
 ácido sulfúrico 1N
 hidróxido sodio solución 5%

Procedimiento

En un matraz de tres bocas de un lt, se fija un agitador mecánico, condensador y embudo de adición, En el matraz se colocan 12 ml (1.3 moles) de fenil hidrazina pura redestilada en 60 ml de éter, se adicionan por el embudo 52 ml de sulfuro de carbono con agitación vigorosa en el transcurso de 30' es una reacción muy exotérmica por lo que se debe controlar la temperatura con agua-hielo, la mezcla se sigue agitando durante 30' más. Se forma un precipitado amarillento el cual se filtra con succión y se lava con 50 ml de éter; se extiende sobre papel filtro para evaporar el éter. Difenil Tiocarbazida.-

La sal arriba obtenida, se transfiere a un vaso de un litro y se agita continuamente con varilla de vidrio en un baño de agua 96-98°C, sin que exceda de esta temperatura pues el producto se descompone; después de 15'- el material se suaviza y nos da una pasta amarilla espumosa que desprende H₂S, cuando cesa el desprendimiento, se enfría el vaso con hielo y se le agregan 150 ml de etanol absoluto. La mezcla se calienta hasta que se forma un precipitado granulado; después de que la mezcla permanece una hora a temperatura ambiente el precipitado se filtra en büchner y se lava con etanol absoluto hasta que el precipitado sea blanco. Ditizona.-

Al precipitado blanco obtenido se le adiciona una solución de KOH alcohólica, colocados en un matraz de fondo plano de un litro y se pone a reflujar en baño de agua durante 5'; la solución se filtra por gravedad.

Al filtrado se le adiciona ácido sulfúrico 1N con agitación continua hasta acidez al rojo congo, se forma un precipitado negro que se filtra con succión y se lava con 50 ml de agua fría.

La carbazona cruda se disuelve en 500 ml de

NaOH al 5 % y se filtra con succión; el filtrado se enfría - en baño de hielo y se acidifica con ácido sulfúrico hasta pH de tres, el precipitado formado se filtra con succión y se lava transfiriéndolo a un vaso de 2 lts, conteniendo litro y - medio de agua fría se agita vigorosamente la mezcla y se filtra. "ste proceso de lavado se repite hasta que no haya trazas de sulfatos en las aguas de lavado (se probó con solución de $BaCl_2$). El sólido se seca a $40^{\circ}C$, la Ditzona se descompone a una temperatura entre $165-169^{\circ}C$.

Síntesis del Acido Tiodiglicólico

Sólido cristalino soluble en agua y alcohol.

Reactivo específico para determinar presencia de cobre.

P.M. 150.15

p.f. 129°C

$C_4H_6O_4S$

S CH_2COOH

CH_2COOH

Material

vasos de precipitado de 250 ml.

kitasato

büchner

papel filtro

espátula

agitador

Reactivos

hidróxido de sodio sólido

carbonato de sodio sólido

pirita

ácido clorhídrico diluido (1:4)

ácido sulfúrico concentrado

ácido monocloro-acético

Procedimiento

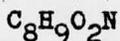
Disolver 4.5 g de NaOH en suficiente agua para preparar 100 ml de solución; saturar la mitad de ésta solución con sulfuro de hidrógeno, poner ésta solución simultáneamente con la otra mitad en una solución de cloro acetato de sodio, la cual se prepara añadiendo 14.5 g de carbonato de sodio en 100 ml de agua y calentando esta solución a 35°C agregarle 9.5 g de ácido monocloro-acético, reposar por tres horas la solución y mezclar cuidadosamente con 11 g de ácido sulfúrico concentrado, ya que es una reacción muy exotérmica. Filtrar la solución y dejar reposar 6 horas el filtrado, se forma un precipitado el cual se filtra con succión y se recristaliza de agua caliente.

El ácido tioglicólico da un precipitado violeta obscuro con soluciones de cobre de: $S(CH_2COO)_2$ Cu

Síntesis de Fenilglicina



Acido anilinoacético



P.M. 151.16

p.f. 127-128°C

Sólido cristalino, moderadamente soluble en agua y ligeramente soluble en éter. Se usa para detectar cobre.

Preparación

Neutralizar exactamente 19 g de ácido cloroacético en frío con 100 ml de solución de NaOH 2N, agregar 18.6 g de anilina, y hervir por un corto tiempo bajo reflujo hasta que la anilina sea disuelta. Como la mezcla se enfría la fenilglicina se separa como un aceite, el cual cristaliza pronto. En friar la mezcla por algún tiempo en hielo, filtrar con succión y lavar con un poco de agua de hielo fría.

Las soluciones de sales de cobre reaccionan con la fenilglicina para dar una coloración verde intensa. Por medio de esta reacción es posible determinar la presencia de cobre en un medio acético en presencia de otros metales.

VII.- Bibliografía

Bear Firman E.

Chemistry of the Soil

Reinhold Publishing Corporation

New York

1968

Black, C. A. and Col.

Methods of Soils Analysis

American Society of Agronomie

Winsconsin

1965

Burriel Fernando et Al.

Química Analítica Cualitativa

Editorial Paraninfo

Madrid, España

1952

Buscarons Francisco

Analisis Inorgánico Cualitativo

Editorial Grijalbo

Barcelona, España

1964

Chapman, H. D. and Pratt, P. F.

Methods of Analysis for Soils, Plants and Waters

University of California

1965

Dana S. Edward and Ford, E. William
Tratado de Mineralogía
Compañía Continental S. A.
2a. edición
México D. F.
1971

Hesse, P. R.
Soil Chemical Analysis
John Murray
Londres
1971

Hoffmann-Jander
Análisis Cualitativo
UTEHA
México
1963

Jackson, R. L.
Análisis Químico de los Suelos
Ediciones Omega
Barcelona, España
1964

Levinson, A.
Introduction to Exploration Geochemistry
University of Canada
Toronto

Macias Villada Mario

Edafología o Ciencia del Suelo

Boletín de la Sociedad Mexicana de Geografía Y Estadística

Tomo LXXI, Nos. 1-3 (153-196)

México

1951

Primo Yufera Eduardo

Suelos y Fertilizantes

Editorial Alhambra

Madrid

1973

Vidal Claudio

Elementos secundarios y Microelementos

Boletín de Guanos y Fertilizantes

Nos. 5 (1955) 14 (1958) 21 (1959)

México

Vogel, Arthur I.

Química Analítica Cualitativa

Editorial Kapelusz

5a edición

Buenos Aires

1969

Weining, Arthur J. and Schoder P. Williams

Technical Methods of Ore Analysis for Chemists and Colleges

11a. Edition

John Wiley and Sons, Inc.

New York

1948

Welcher, Frank J.

Organic Analytical Reagents

Volumen III

De Van Nostrand Company Inc.

New York

1947