

ANÁLISIS INORGÁNICO CUALITATIVO SISTEMÁTICO

EL ANÁLISIS DE MUESTRAS ES UN PROCEDIMIENTO DELICADO, RIGUROSO Y SISTEMÁTICO, QUE SE INICIA DESDE EL PRIMER MOMENTO EN QUE SE RECIBE LA MUESTRA Y HACEMOS LAS PRIMERAS OBSERVACIONES SUPERFICIALES DE LA MISMA. EL SIGUIENTE MATERIAL ES UNA MUESTRA DE DIFERENTES PRUEBAS PRELIMINARES QUE SUELEN APLICARSE A MATERIALES O SUSTANCIAS A LAS QUE SE LES QUIERE REALIZAR POSTERIORMENTE UN ANÁLISIS MÁS DETALLADO. (Material traducido y adaptado de Vogel's Textbook of Macro and Semimicro Qualitative Inorganic Analysis. 5ta Edición. Arthur Vogel. 1979. Longman Gruop Limited. EEUU)

El objetivo de un análisis cualitativo no sólo se limita a detectar los constituyentes de una mezcla dada; de igual importancia es conocer las cantidades relativas aproximadas de los componentes que la constituyen. Para este propósito se emplea normalmente 0.5 – 1g de muestra para el análisis; de manera que la magnitud relativa de los diferentes precipitados permitirá conocer aproximadamente las proporciones de los constituyentes presentes.

Cada análisis se divide en tres partes:

1. **Pruebas preliminares.** Incluyen las pruebas secas, evaluación de productos volátiles con solución de hidróxido de sodio (para amonio), y con ácido sulfúrico diluido y concentrado (para radicales ácidos o aniones).
2. **Pruebas preliminares para muestras sólidas no-metálicas.** (se muestran algunas)
 - i. *Apariencia.* Debe observarse cuidadosamente la apariencia de toda muestra; se usará para ello una lupa o microscopio de ser necesario. Se observará si es cristalina o amorfa, si es magnética o si posee alguna olor o color característico. Algunos de los compuestos coloreados comunes son:

Rojo: Pb_3O_4 , As_2S_2 , HgO , HgI_2 , HgS , Sb_2S_3 , CrO_3 , Cu_2O , $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$; los dicromatos son anaranjados, permanganatos son rojo-púrpura.
Rosado: sales hidratadas de manganeso y de cobalto.
Amarillo: CdS , As_2S_3 , SnS_2 , PbI_2 , HgO (precipitado), $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6].3\text{H}_2\text{O}$; cromatos; cloruro de hierro (III) y nitrato.
Verde: Cr_2O_3 , Hg_2I_2 , $\text{Cr}(\text{OH})_3$; sales de hierro (III).
Azul: sales anhidras de cobalto; sales hidratadas de cobre (II).
Marrón: PbO_2 , $\text{CdO}.\text{Fe}_3\text{O}_4$, Ag_3AsO_4 , SnS , Fe_2O_3 y $\text{Fe}(\text{OH})_3$

Negro: PbS , CuS , CuO , HgS , FeS , MnO_2 , Co_3O_4 , CoS , NiS , Ni_2O_3 , Ag_2S , C.

Cuando la muestra se disuelve, también es importante observar el color de la solución. Los siguientes colores son típicos de los iones (los cationes se encuentran usualmente hidratados) presentes en una solución diluida:

Azul: cobre(II)
Verde: níquel, hierro (II), cromo (III), manganatos
Amarillo: cromatos, hexacianoferratos (II), hierro(II)
Rojo-anaranjado: dicromatos
Violeta: permanganatos
Rosado: cobalto, manganeso(II)

La sustancia debería ser reducida a un polvo fino en un mortero adecuado antes de proceder a las siguientes pruebas.

- ii. *Calentamiento en un tubo de ensayo*
- iii. *Coloración de la llama.* Se coloca una pequeña cantidad en un vidrio de reloj, y se humedece con una poco de HCl. Se toma una pequeña cantidad de esta muestra con un alambre de platino y se introduce en la parte no luminosa de la llama.
- iv. *Acción del ácido sulfúrico diluido*
- v. *Acción del ácido sulfúrico concentrado*

3. **Pruebas preliminares en muestras metálicas.** Es más sencillo porque no se busca la presencia de aniones. La mayoría de las aleaciones contienen pequeñas cantidades de P, Si, C y S. Se granula la aleación, y se trata con ácido nítrico 1:1, se calienta suavemente hasta sequedad. Se pueden presentar los siguientes casos:

- i. *La aleación o metal se disuelve completamente*
- ii. *La aleación o metal no se disuelve completamente*
- iii. *La aleación o metal no se ve afectada*

4. **Pruebas preliminares en muestras líquidas (muestras en solución)**

- i. Observe el color, olor y cualquier propiedad física
- ii. Pruebe su reacción en un papel indicador
 - La solución es neutra: libre de ácidos, de bases, de sales ácidas o que dan reacciones alcalinas.
 - La solución es alcalina: puede ser debido a hidróxidos, carbonatos, boratos, silicatos, peróxidos de metales alcalinos
 - La solución es ácida: puede ser debido a ácidos libres, sales ácidas, sales que se hidrolizan.
- iii. Otros pasos

5. **Pruebas preliminares de sustancias insolubles.** Se considera una sustancia como insoluble a aquellas que no se disuelven en ácidos concentrados (clorhídrico o nítrico) o en agua regia. Se aplican métodos especiales, que depende de la naturaleza de la sustancia insoluble. Las sustancias insolubles más comunes en los análisis cualitativos son:

AgCl, AgBr, AgI, AgCN;

SrSO₄, BaSO₄, PbSO₄;

Al₂O₃, Cr₂O₃, Fe₂O₃, SnO₂, Sb₂O₄, TiO₄;

PbCrO₄, y ciertos minerales, como CaF₂, FeCr₂O₄.

Las sustancias insolubles deben ser sujetas a las pruebas que se enlistan siguiendo ese orden hasta que se logre su disolución:

- i. Tomar nota del color y la apariencia
- ii. Examinar el efecto del color
- iii. Calentar con carbonato de sodio sobre carbón
- iv. Calentar con ácido sulfúrico concentrado
- v. Calentar sobre un alambre de platino en la zona de reducción de la llama de un mechero Bunsen
- vi. Otras pruebas

6. **Disolución de la muestra.** Las pruebas descritas anteriormente nos dan información si la muestra es soluble en agua o en ácidos. Si no se cuenta con esta información se puede optar por una serie de pruebas de solubilidad de una cantidad de 5-10mg de la muestra en polvo, en el siguiente orden: (1) agua, (2) ácido clorhídrico diluido, (3) ácido clorhídrico concentrado, (4) ácido nítrico diluido, (5) ácido nítrico concentrado, (6) agua regia. La solubilidad se prueba primero en frío y luego en caliente.

7. **Examen del residuo insoluble**

8. **Separación de los cationes en grupos. Marcha Analítica de cationes**

9. **Separación y análisis de aniones en solución. Marcha Analítica de aniones**