

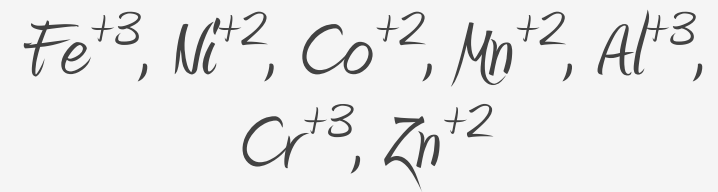


Hierro



Zinc

## *Análisis de cationes del tercer grupo*



# Introducción

A este grupo se le puede llamar el grupo del acero. Estos elementos de transición son caracterizados por sus cambios de valencias por los colores intensos en muchos de sus iones.

Todos los miembros de este tercer grupo tienen sulfuros (hidrosulfuros) demasiado solubles para poder ser precipitados por el  $\text{H}_2\text{S}$ , en medio ácido, por lo cual de ellos no precipitan en el grupo II.

*Marcha analítica sistemática*

# Paso 1

Si se sabe que la solución contiene solo metales del grupo III

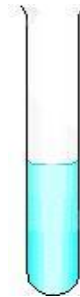


Diluir con 2 ml de agua

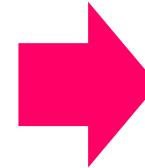
1 ml de muestra



Agregar



8 gotas de cloruro de amonio



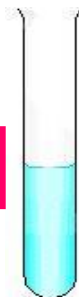
Calentar en baño de agua de 3-5 minutos



Calentar en baño de agua de 2-3 minutos y agitar continuamente



Agregar



8-10 gotas de  $(\text{NH}_4)_2\text{S}$  al 7%



Agitando continuamente



$\text{NH}_4\text{OH}$  15 M

Agregar gradualmente hasta que la solución sea alcalina hasta que produzca un color rojo con FF en un vidrio de reloj

Centrifugar

El líquido se descarta y el residuo se analiza en el paso 3.



## Paso 2

*Si la muestra es un problema general, el centrifugado de la parte 3 es la solución que debe usarse*



4 gotas de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  y después  $\text{NH}_4\text{OH}$  hasta que la solución sea alcalina

Agregar



2 gotas de sulfuro de amonio

hasta completar pp

Lavar el agitador de vidrio y las paredes del tubo con gotas de agua, depositando los lavados en un tubo de ensayo



Guardar centrifugado para analizar los grupo IV y V

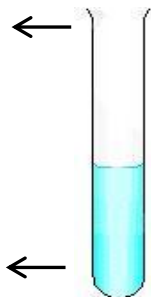
Centrifugar



Lavar el residuo con

Mezcla de 1 ml de agua y 4 gotas de cloruro de amonio

Residuo

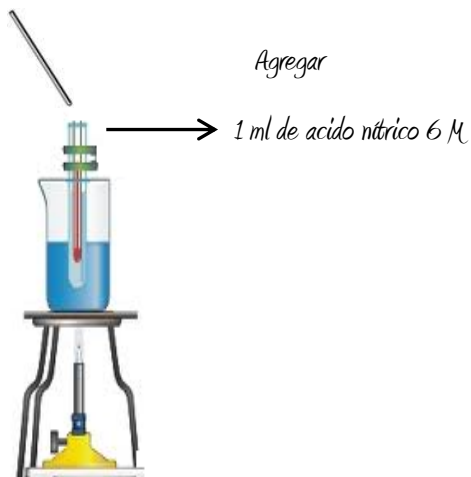


Centrifugar

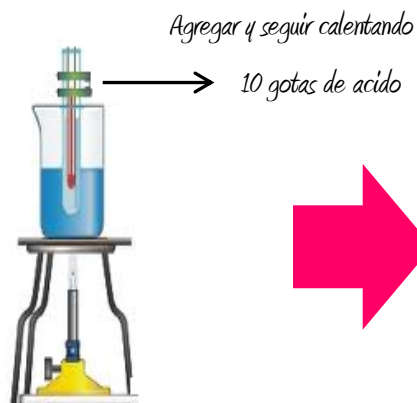
Tirar el líquido de lavado y el residuo se analiza en el paso 3.

## Paso 3

El residuo de 1 o 2 ser una mezcla de  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ ,  $\text{Cr}(\text{OH})_3$ ,  $\text{Al}(\text{OH})_3$ ,  $\text{CoS}$ ,  $\text{NiS}$ ,  $\text{FeS}$ ,  $\text{ZnS}$  y  $\text{MnS}$



Si el pp no se disuelve (puede quedar sin disolver un poco de azufre que generalmente forma una masa esponjosa que flota)



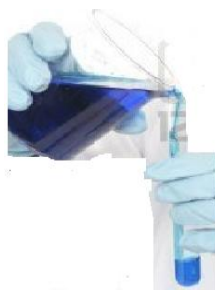
Eliminar el azufre y después pasar solución a un vaso de precipitado de 20 ml



Lavar el vaso con porciones de  $\frac{1}{2}$  ml



Pasar la solución a un tubo de ensayo



Evaporar cuidadosamente hasta que el volumen sea de 6-8 gotas



Enjuagar el tubo con un poco de agua



Calentar por varios minutos



Agregar



$\text{NaOH}$  6 M hasta alcalinizar y  
después 8 gotas mas



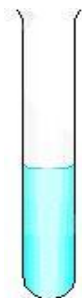
Agregar y después agitar



10-12 gotas de  $\text{H}_2\text{O}_2$  al  
3%



Lavar el residuo de 2-3 veces



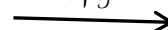
1 ml de  $\text{H}_2\text{O}$  cada vez que se  
lave



Poner el líquido en un vaso de 20 ml y  
guardarlo para el paso 5.



y después  
centrifugar



Calentar y mantener caliente el tubo de 4-5  
minutos mas



Combinando el 1er líquido de lavado con el  
centrifugado y descartando los demás.  
Analizar los residuos como se indica en el  
paso 4.

## Paso 4

El residuo de 3 es el grupo IIIA y puede contener en cualquier combinación de  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ ,  $\text{Ni}(\text{OH})_2$ ,  $\text{Co}(\text{OH})_3$  y  $\text{MnO}_2$

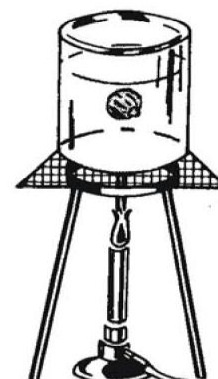
Pasar la mezcla a un vaso de 20 ml



Agregar

30-40 gotas de  $\text{HNO}_3$  6 N

Calentar cuidadosamente con flama pequeña

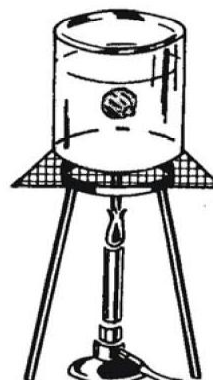


Dejar enfriar y después agregar

Hervir solución



SI EL RESIDUO NO SE HA DISUELTO EN UNOS MINUTOS, añadir un poco mas de  $\text{H}_2\text{O}_2$  y  $\text{HNO}_3$



Agregar

4-6 gotas de peróxido de hidrogeno al 3%

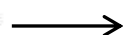


Dividir la solución en 4 tubos



## Tubo 1

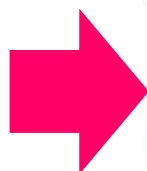
Agregar



3 gotas de solución de SCN

Un color rojo intenso (prueba III-1) indica que hay fierro.

Un color rojo claro indica trazas de fierro.



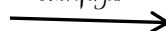
## Tubo 2

Si hay fierro pp completamente con



NH<sub>4</sub>OH 15 M

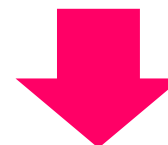
y después  
centrifugar



Neutralizar el centrifugado con



Acido acético  
6 M



## Tubo 3

Si hay fierro añadir



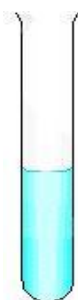
3 gotas de SCN



SI EN EL TUBO 1, no fue  
positiva la prueba de fierro  
neutralizar con

Acido acético y NH<sub>4</sub>OH

y proceder como antes con  
el reactivo orgánico  
seguido por una gota de  
NH<sub>4</sub>OH



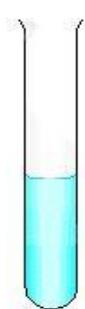
6 gotas de dimetilglioxima  
+ 1 gota de NH<sub>4</sub>OH

Un pp rojo brillante indica  
que hay níquel. Revisar prueba  
III-2



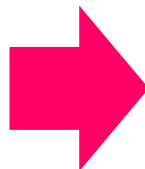


Decolorar como en la prueba III-3 con  $\text{H}_3\text{PO}_4$  y después añadir

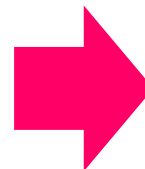


→ 1 gota de  $\text{SCn}$  + 5 gotas de acetona

Si esta se colorea de azul hay cobalto



SI EN EL TUBO 1 FUE NEGATIVA LA PRUEBA PARA FIERRO, SE OMINTE EL ÁCIDO FOSFORICO



Tubo 4

Añadir



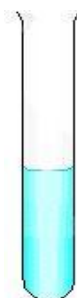
→ 3 gotas de ácido fosfórico concentrado + 3 gotas de  $\text{HNO}_3$  concentrado



Calentar por varios minutos



Añadir



→ Un poco de bismutato de sodio sólido

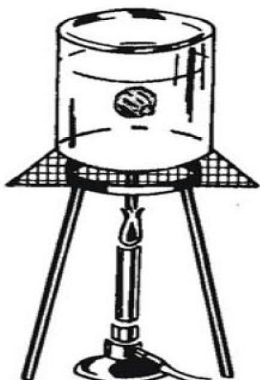


Un color rojo a púrpura indica manganeso (prueba IIIA)

## Paso 5

El centrifugado del paso 3 puede contener  
cualquier combinación de  $\text{Al}(\text{OH})_3$ ,  
 $\text{Zn}(\text{OH})_4$  y  $\text{CrO}_4$

Hervir durante 1 minuto



Añadir hasta acidificar



$\text{HNO}_3$  concentrado

Pasar a un tubo



Guardar el líquido para el paso 7  
y el residuo para el paso 6



Centrifugar



Un color amarillo indica  $\text{CrO}_4^{2-}$   
y un pp flocculento es  $\text{Al}(\text{OH})_3$

$\text{NH}_4\text{OH}$  concentrado

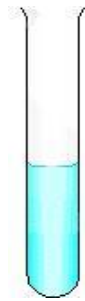
Para alcalinizar  
fuertemente

Añadir



## Paso 6

Lavar el residuo con



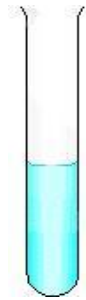
← 2 ml de agua caliente

← Residuo

Tirar los lavados



Redisolver



← Unas gotas de  
ácido acético 6 M

← Residuo



Agregar



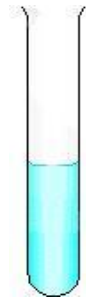
← 1 ml de agua + 4 gotas de  
aluminon



Calentar por varios minutos

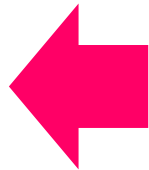


Cuando ya la solución este  
caliente agregar



← Unas gotas de  $\text{NH}_4\text{OH}$   
3 M

Hasta hacerla neutra o  
ligeramente alcalina



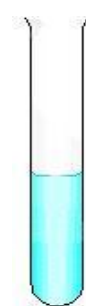
Un pp de color rojo confirma la  
presencia de aluminio como en la  
prueba III-4

## Paso 7

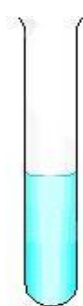
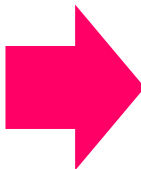
El centrifugado del paso 5 contiene  $\text{CrO}_4^{2-}$   
solamente si es amarillo.

Pero también puede contener  $\text{Zn}(\text{NH}_3)_4^{+2}$   
que es incolora.

SILA SOLUCION NO TIENE COLOR, neutralizarla con

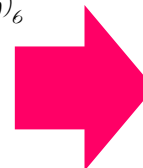


←  $\text{CH}_3\text{COOH}$  6 M, añadir 2  
gotas adicionales



Añadir

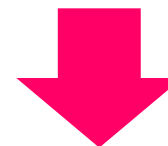
← 6 gotas de  
 $\text{K}_4\text{Fe}(\text{Cn})_6$



SI EL CENTRIFUGADO  
DEL PASO 5 ES  
AMARILLO, neutralizarlo con

← Gotas de  $\text{CH}_3\text{COOH}$  +  
unas gotas de  $\text{BaCl}_2$

Hasta que la pp de  $\text{BaCrO}_4$   
sea completa



Centrifugar  
→

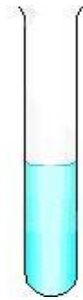
Hasta que el líquido sea  
incolore. Este líquido se usa en  
el paso 8.



El residuo amarillo demuestra  
la presencia de cromo en la  
muestra. Este elemento puede  
confirmarse empleando la  
prueba III-5

## Paso 8

Tratar



2 gotas de  
 $\text{CH}_3\text{COOH} + 6$   
gotas de  $\text{K}_4\text{Fe}(\text{Cn})_6$

Residuo blanco indica  
Zinc.

