

Análisis de cationes del segundo grupo



Arsénico



Bismuto

Subgrupo IIA:

Pb^{+2} , Hg^{+2} , Cu^{+2} , Bi^{+3} , Cd^{+2}

Subgrupo IIB:

As^{+3} , Sn^{+2} , Sn^{+4} , Sb^{+3}

Introducción

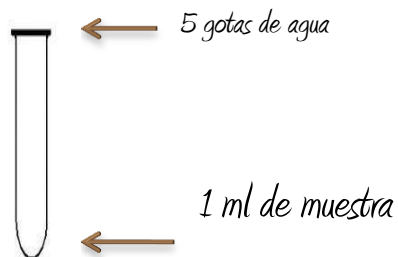
El segundo grupo tiene como reactivo precipitante el H_2S en un medio moderadamente ácido ($pH=3$) para verificar la precipitación del grupo II es necesario tener en cuenta algunos factores como son:

- a) La acidez (concentración de iones hidrógeno),
- b) La ionización del ácido H_2S ,
- c) Las constantes del producto de solubilidad de los sulfuros del II y III grupos,
- d) El efecto del ion común en el equilibrio H_2S ,
- e) La formación de sales básicas.

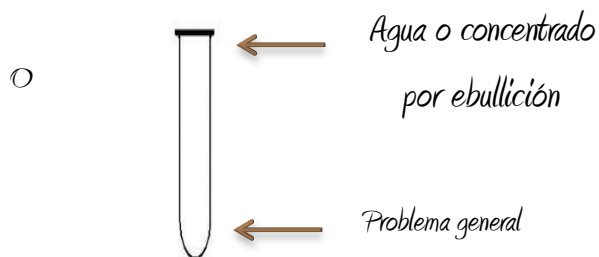
Marcha Analítica Sistemática

Paso 1

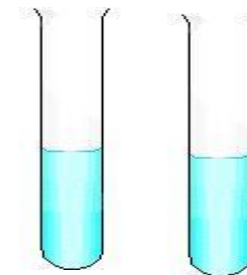
SI SOLO CONTIENE METALES DEL GRUPO II



SI ES UN PROBLEMA GENERAL AJUSTAR VOLUMEN DEL
CENTRIFUGADO DEL PRIMER GRUPO DE 2 mL



Probablemente son ácidos

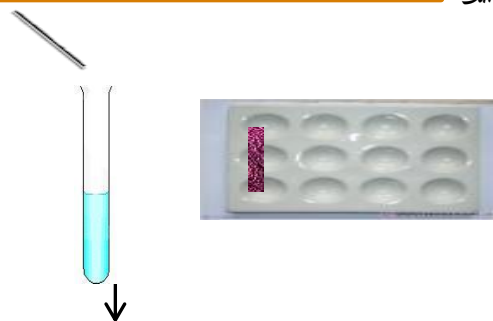
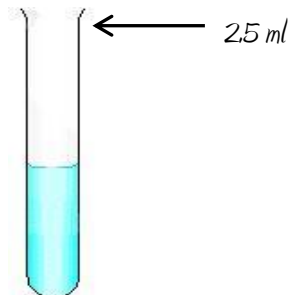


Ajustar ptt a 0,7-0,5 ($0,2-0,3 \text{ M.H}^+$) Óptimo para
lograr la pp de sulfuro de grupo II

NOTA: EL PAPEL NO DEBE DE METERSE
DIRECTAMENTE

Sin que pp los del grupo III, si la solución es ácida, conviene neutralizarlos
primero.

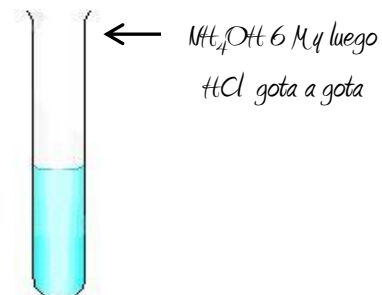
Volumen aproximado



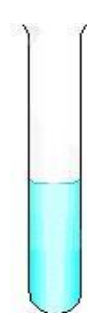
Esto se hace así: humedeciéndolo con la
solución y comparando el color
producido por una solución de 1 gota de
HCl 6 m y 1 ml de agua

Verificando el ptt cada vez con
papel violeta de metilo

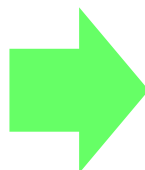
Agregar



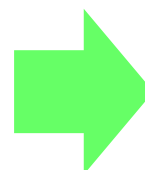
Paso 2



← 1 ml de tioacetamida al 8% o saturar solución con H_2S a temperatura ambiente



Calentar en baño de agua durante 7 minutos aproximadamente,



1 ml de agua y 12 gotas de tioacetamida ←



Calentar en baño de agua
2-3 minutos

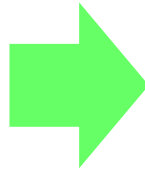
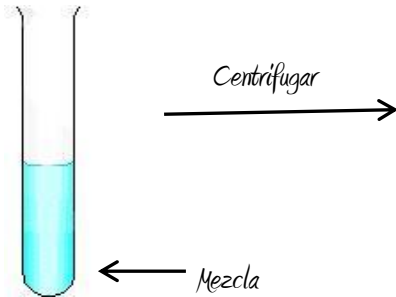


Los sulfuros del grupo II deben tener pp completamente y encontrarse coagulados en una forma de masa esponjosa

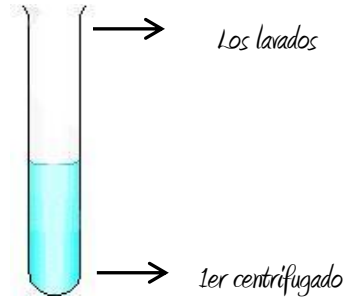


Paso 3

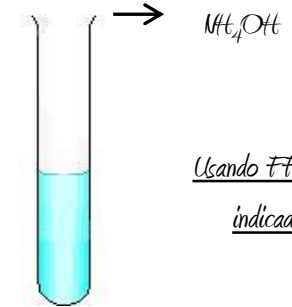
Guardar centrifugado si contiene iones de los grupos III y IV. Para analizarlos después de centrifugar



Si se sabe que la muestra solo contiene iones de los grupos II, ambos líquidos se descartan.



Alcalinizar con:



Usando FF como indicador

Agitar



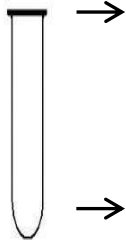
Guardar

Para continuar con análisis de grupo II



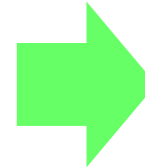
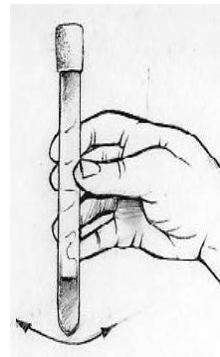
Paso 4

Agregar



Mezcla de 2 ml de agua, 1 gota de tioacetamida y 12 gotas de KOH 6 N

Residuo de 3



Agitando de vez en cuando

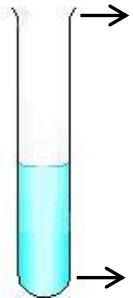
3 minutos



Lavar el residuo

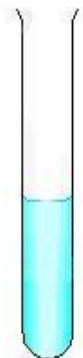
Puede contener cualquiera de todos los siguientes iones IIB: HgS_2^{-2} , AsS_3^{-3} , SnS_2^{-2} , $\text{Sb}(\text{OH})_4$, $\text{Sn}(\text{OH})_6$, AsO^{-2} , etc.

Así como OH^{-2} , HS^{-} , Ac^{-} , S_2^{-2} y NH_4OH



Lavados

Centrifugado

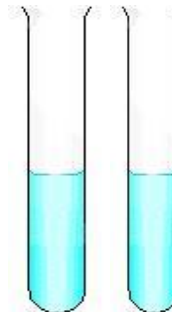


Lavar con 10 gotas de agua dos veces

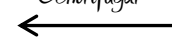
Residuo



Guardar residuo y centrifugado

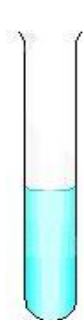


Centrifugar



Poner solución en un tubo con una etiqueta IIB y conservar para procedimiento 2.

Paso 5



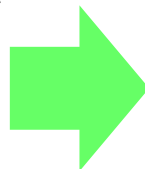
1 ml de agua y 1 ml de

HNO_3 6 M

Puede contener cualquiera de los iones IIA en forma de sulfuros HgS , PbS , Bi_2S_3 , CuS y CdS



Residuo de 4



Calentar durante 3 minutos y agitar continuamente

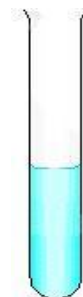


Si el residuo es negro se trata de HgS y si es blanco es probablemente 2HgS , $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$

Centrifugar si el residuo es esponjoso y flora, es S y puede tirarse,



Estos residuos se mezclan



HgS que se obtenga en el centrifugado IIB

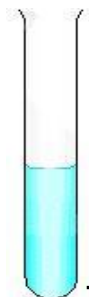


Residuos

Analizar según se indica en 13
También puede haber S finamente dividido de color blanco

Paso 6

Puede contener Pb^{+2} , Bi^{+3} , Cu^{+2} y Cd^{+2}



Centrifugado de la solución nítrica

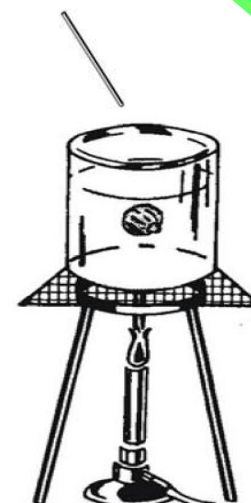
Pasar a un vaso de precipitado de 50 ml



Añadir 6 gotas de ácido sulfúrico concentrado



Agitar cuidadosamente



Evaporar cuidadosamente en la campana

Hasta que desprendan vapores blancos y solo queden unas gotas líquidas y algunas cristales

Dejar enfriar a temperatura ambiente



Agregar lentamente y con cuidado 1.5 ml de agua agitando para evitar salpicaduras





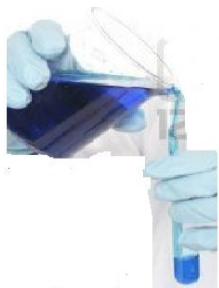
Si queda



Pp blanco y cristalino

Probablemente contenga sulfato de Pb^{+2} se confirma en el siguiente paso

Paso 7



Lavando el
vaso con 10
gotas de agua

Centrifugar



Pipeta sacar
líquido
sobrenadante

Para analizar en los demás
iones IIA como se indica en
el paso 8

Lavar y tirar
lavados



5-6 gotas
de agua

Residuo

Agregar



15 gotas de acetato
de amonio

Residuo

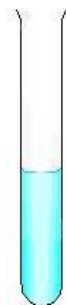
Calentar por varios
minutos



Después de algunos
minutos el residuo
debe haberse disuelto

Centrifugar

Si queda algún residuo
y probar en
centrifugado



Agregar gotas de
cromato de
potasio

Un pp amarillo es cromato
de plomo y confirma la
presencia de Pb^{+2}

Paso 8

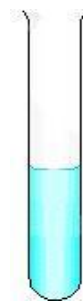
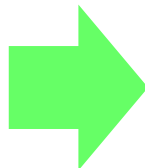
El líquido sobrenadante puede contener



Agitando

Agregar NH_4OH 15M hasta que la
solución este alcalina

Se nota por el olor a amoníaco y
por medio de papel tornasol. Luego
añadir 1 gota más.

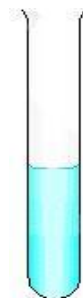


Adquiere un color



Azul intenso se debe al Cu
 $(\text{NH}_3)_4$

y si hay



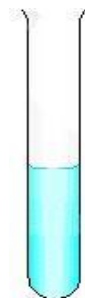
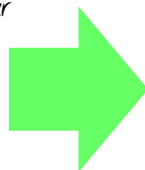
Pp blanco es
 $\text{Bi}(\text{OH})_3$

Paso 9

En otro tubo



Mezclar 2 gotas de SnCl_4^{-2} con 4 gotas de NaOH 6 M y agitar

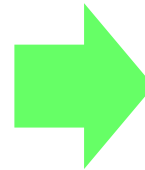


Añadir esta solución

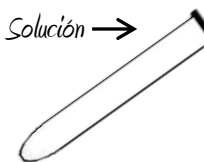
Se disuelve formando estanito $\text{Sn}(\text{OH})_4^{-2}$



Pp inicial de $\text{Sn}(\text{OH})_2$



Solución →



Añadir esta solución

Residuo del 8 →



Es Bi metálico prueba la presencia de este metal en la solución original

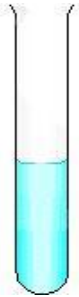


PP negro

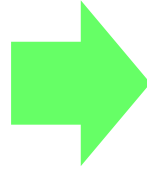


Paso 10

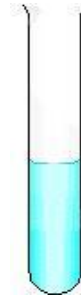
Contiene Cu la solución es azul



Centrifugado de 8



Si no se puede proceder directamente a la prueba del cadmio



Añadir 6-8 gotas de tioacetamida
y 6-8 gotas de agua



Calentar en baño de agua
5-10 minutos



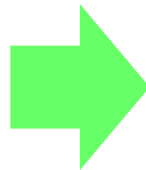
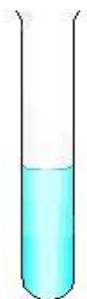
Si se forma pp amarillo el grupo II
que es insoluble en KOH 6 M

PROCEDIMIENTO 11B

Paso 11

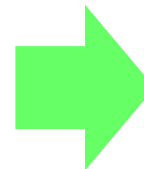
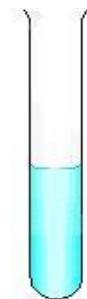
1 gota de anaranjado de metilo y suficiente HCl 6
M para obtener un color anaranjado ($\text{pH}=4$)

Solución alcalina y lavados de 4



Agregar

3 gotas de tioacetamida



Calentar en baño de agua de
5-8 minutos. Agitando
continuamente auxiliándose de
una varilla.



Centrifugar

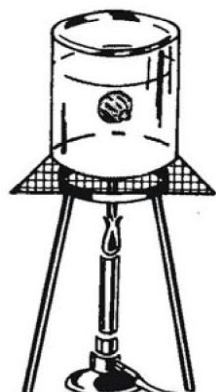
y descartar centrifugado conservar residuo
para 12



SI NO SE FORMA RESIDUO
DEFINIDO, SI NO QUE
SOLO SE YUELVE
LECHOSA, SE DEBE A
QUE HAY MUY PEQUEÑAS
CANTIDADES DE IONES
IIB. En este caso:



Agregar
10 gotas de HNO_3 diluido



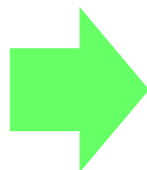
Se evapora



Se disuelve en HCl diluido →



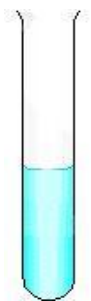
Residuo →



*Se reparte en varios tubos y se
analizan según los experimentos 11-4,
11-5, 11-6 y 11-7*

Paso 12

Puede contener HgS , As_2S_3 , Sb_2S_3 , SnS_2
y S . El color debe de dar al estudiante
indicaciones de los metales presentes



Residuo de 11

Tratar

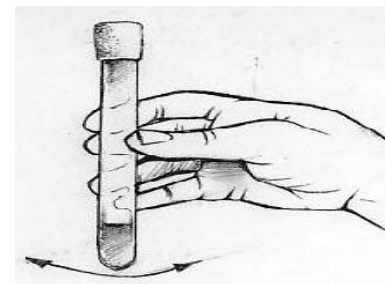


1 ml de HCl 6 M



Sólido

Agitar



Calentar en baño de agua de 3-5 minutos y después
centrifugar



Lavar con 1 ml de agua



Se descarta el lavado



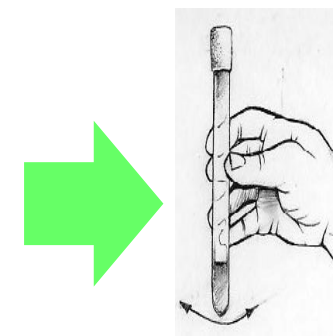
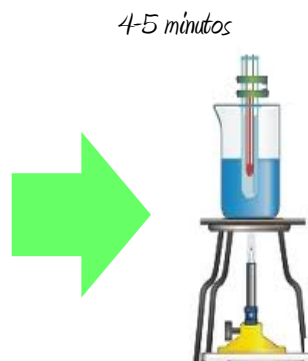
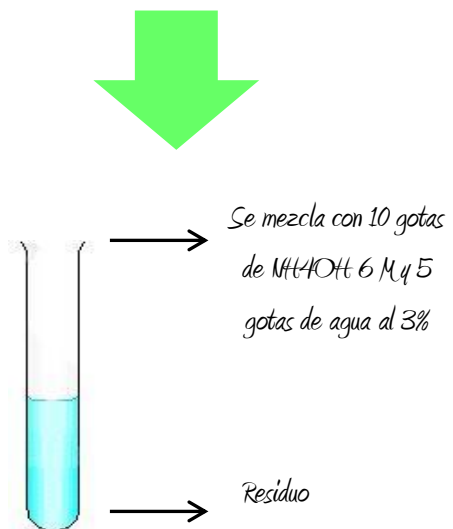
Mezcla HgS , As_2S_3 , S



El residuo puede contener sulfuro mercuríco
negro, sulfuro arsenioso amarillo y azufre

El centrifugado puede contener $SbCl_4$ y
pasarlo a otro tubo y probarlo de acuerdo
a 15.

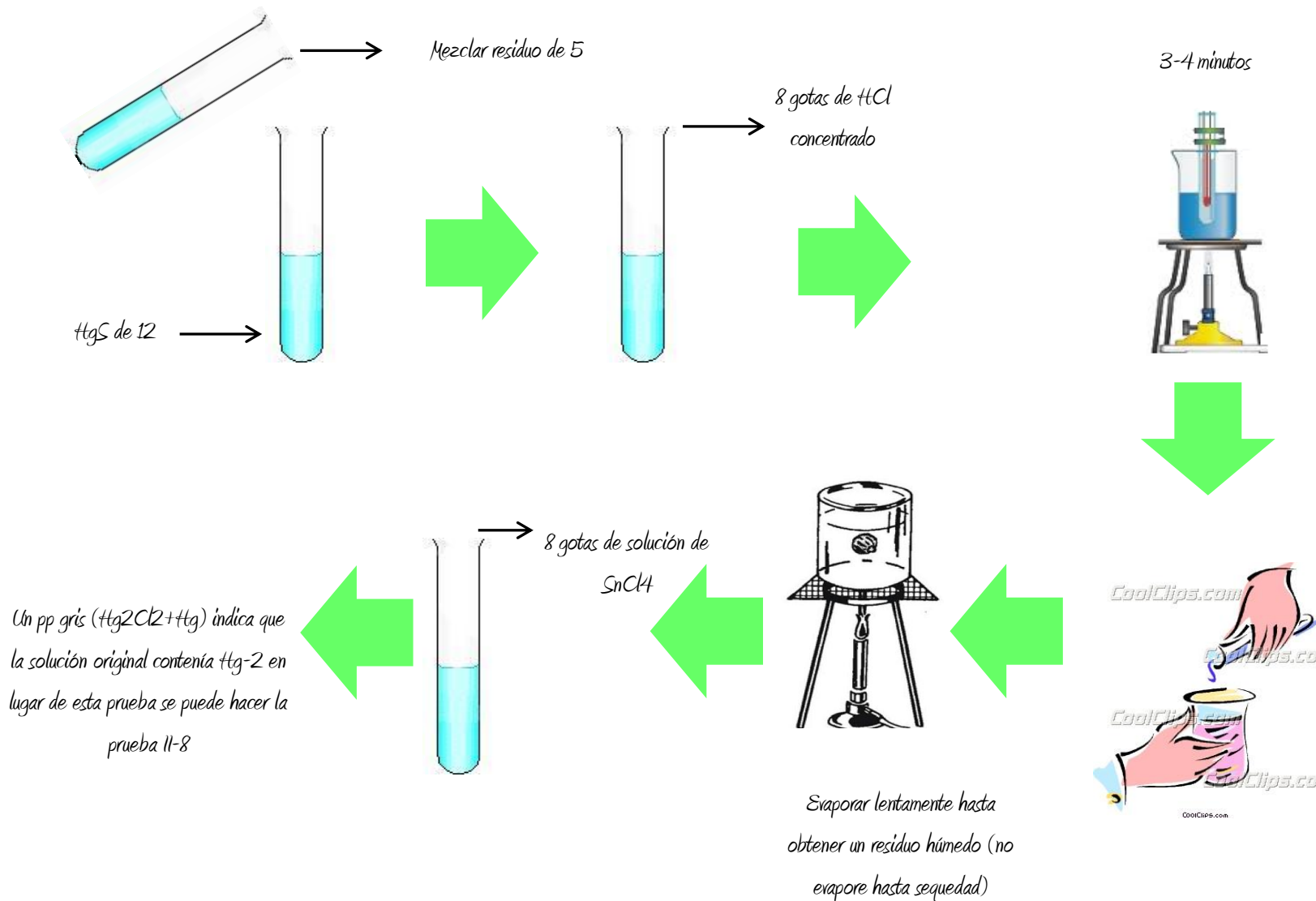




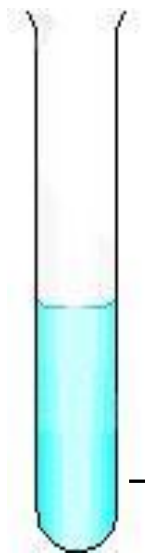
Centrifugar.

Si el residuo es negro es HgS , el centrifugado puede contener AsO_4 . Conservar el residuo para 13 y el centrifugado para 14.

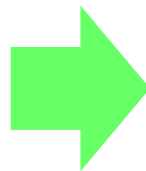
Paso 13



Paso 14



6 gotas de mezcla
magnésiana



Un pp blanco y cristalino
($\text{NH}_4\text{MgAsO}_4$) indica arsénico



Centrifugado de 12
puede contener AsO_4

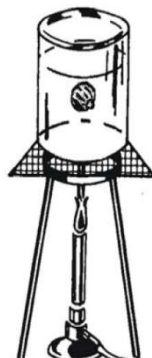
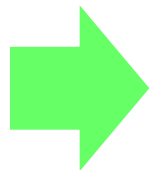
La confirmación se puede hacer por medio de las
pruebas 11-4 y 11-5, las cuales también pueden hacerse
en la solución original.

(Si hay Sb, hay que usar la prueba 11-5, porque
interfiere con la 11-4)

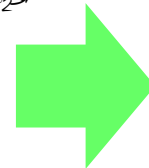
Paso 15

Puede contener el cloro-complejo soluble
de Sb y Sn.

Centrifugado de 12 →



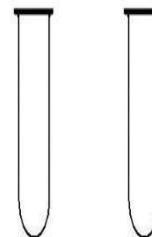
Se hierve cuidadosamente por unos
cuantos minutos para hidrolizar restos
de tioacetamida y eliminar H_2S .



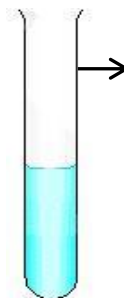
La solución se diluye a un
volumen total de unos 2 ml



Se reparte en dos tubos y se
investiga como sigue.

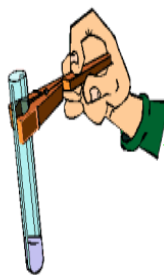


Limaduras de
fierro, 2 gotas de
 HCl concentrado.



Tubo 1

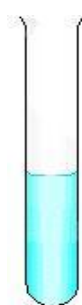
Calentar



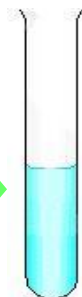
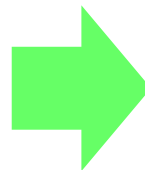
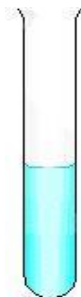
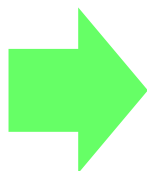
El Fe reduce Sn^{IV} a Sn^{II}
y Sb^{V} a Sb^{III} este último
pp en forma de partículas
de color negro.



A una porción de la solución



1-3 gotas de HgCl_2



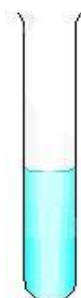
Diluir 3 ml de agua



Solución



Varios minutos

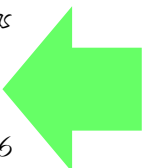


4-5 gotas de
tioacetamida

Un pp anaranjado (Sb_2S_3)
indica antimonio



Si se encontró estaño hacer las
dos pruebas siguientes:

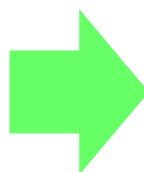
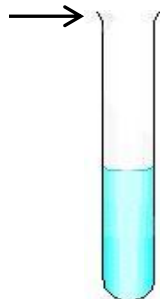


a) La prueba 11-9 con 11-6



Prueba b

10 gotas de $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ y 4 gotas de
tioacetamida



El oxalato forma complejo con Sn^{II} y solamente el Sb_2S_3 pp en
ausencia de As, el antimonio puede confirmarse por medio de la
prueba 11-4 directamente en la solución problema.

