



Análisis de cationes del cuarto grupo



Introducción

Cuando la solución proviene de una separación del grupo III que contiene solución en exceso de reactivos como las sales amoniacales y el ácido sulfhídrico es conveniente eliminarlos antes de proceder a la marcha del cuarto grupo.

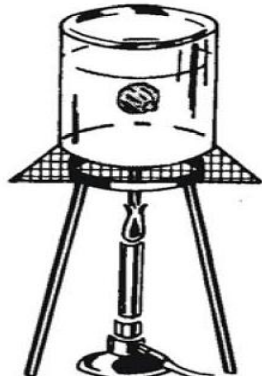
Cuando se sabe que en la solución se han eliminado por completo las sales amoniacales y el ácido sulfhídrico. Esta debe de estar completamente cristalina y además incolora.

Marcha analítica

Paso 1

ESI LA MUESTRA ES EL
CENTRIFUGADO DE LA
SEPARACIÓN DEL GRUPO III

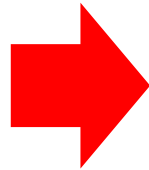
Evaporar hasta 0.5 ml



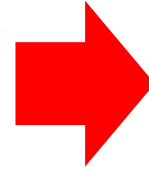
Centrifugar



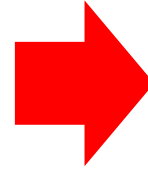
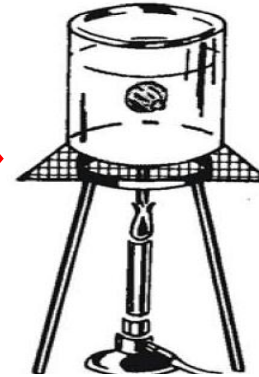
Para eliminar azufre si es
necesario



Pasar



Evaporar hasta sequedad

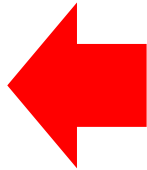


Dejar enfriar y después agregar

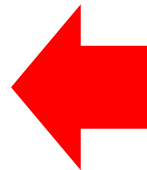
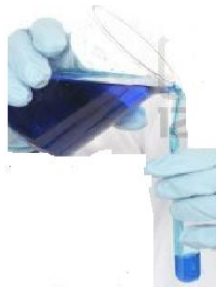
1 ml de HNO_3
concentrado



Enjuagar con 1 ml de agua y
añadir los lavados a la
solución anterior

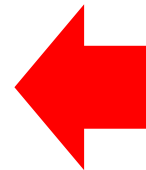


Pasar a un tubo de ensayo

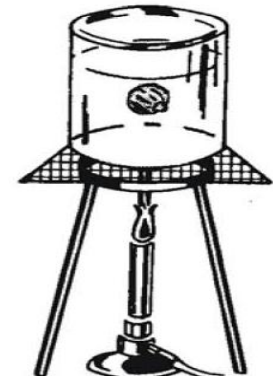


El residuo se disuelve con

Mezcla de 4 gotas de
 HCl 6 M + 16 gotas de
agua



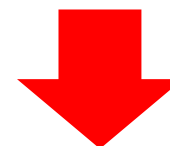
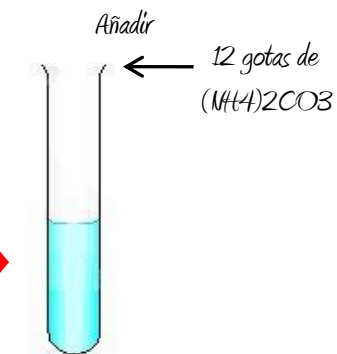
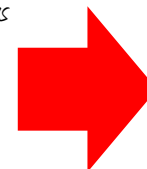
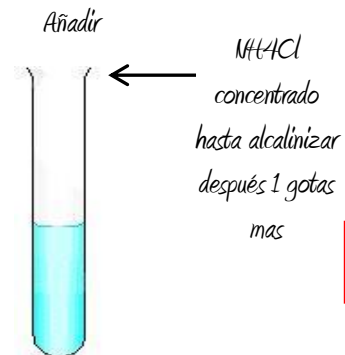
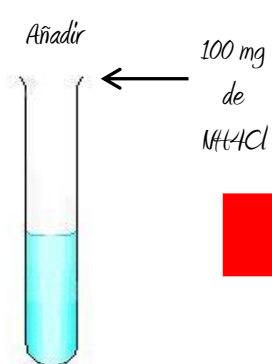
Evaporar y calcinar hasta que ya no se
desprendan humos blancos de NH_4NO_3



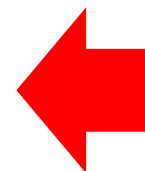


SI NO ES TRANSPARENTE

Centrifugar
→



Calentar de 3-5 minutos y agitar
continuamente



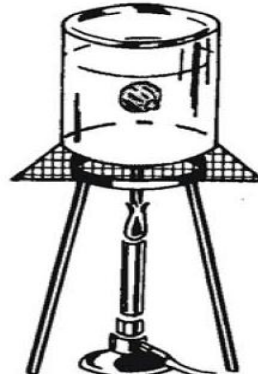
Guardar el centrifugado para analizar el grupo
I y el residuo para el grupo IV en el paso 3

Centrifugar
→

Paso 2

SI LA MUESTRA ORIGINAL CONTIENE SOLAMENTE IONES DEL GRUPO IV O DE LOS GRUPOS IV Y V, COMENZAR CON 1 mL DE ELLA. SI CONTIENE NH_4^+ (PRUEBA IV-1)

Agregar 1 ml de HNO_3 concentrado y después evaporar



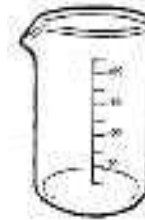
Calentar de 3-5 minutos y agitar constantemente.



Analizar grupo V en la solución y proceder a el paso 3 en la solución

Centrifugar

Agregar



1 ml de agua + 200 mg de NH_4Cl + 2 gotas de NH_4OH concentrado

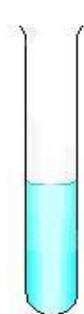
Agregar



12 gotas de $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$

Paso 3

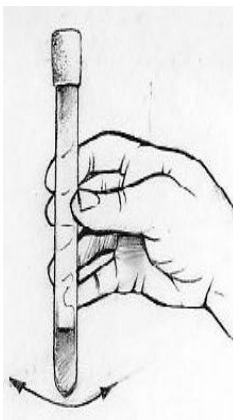
Lavar el residuo del paso 1 o 2 con



Mezcla de
8 gotas de agua + 2 gotas de
carbonato de amonio



Agitar

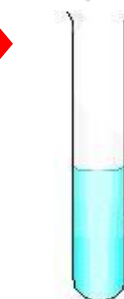


Centrifugar
Descartar el líquido del
lavado



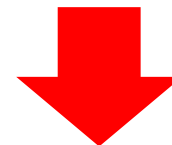
El residuo puede contener carbonato
de bario, estroncio y carbonato de
calcio

Añadir y después agitar



1 ml de agua
+ 3 gotas
de ácido
acético 6 M

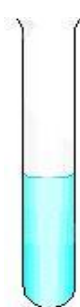
AÑADIR 1 GOTAS MAS SI EL SOLIDO NO SE
DISUELVE COMPLETAMENTE



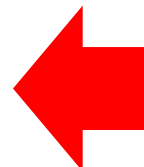
SI NO HAY PP AMARILLO LA SOLUCIÓN NO
CONTIENE BA+2 Y SE PROCEDE AL PASO 5
O SI SE FORMA UN PP AÑADIR MAS CROMATO
PARA ASEGURAR LA PP COMPLETA DE
CROMATO DE BARIO

Guardar el residuo para el paso 4 y
el centrifugado para el paso 5.

Centrifugar



Mas cromato



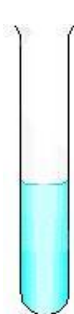
Añadir



1 gota de FF y luego
hidróxido de amonio
diluido hasta obtener un
color rojo entonces 1
gota de cromato de
potasio

Paso 4

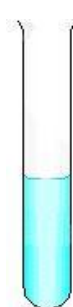
Disolver el residuo



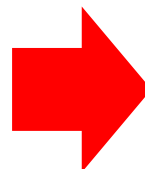
Mezcla de 4 gotas de HCl diluido + 16 gotas de agua



Agregar



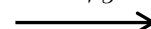
4 gotas de sulfato de amonio



Calentar por 5 minutos



Centrifugar



Lavar el pp con



Mezcla de 1 gota de ácido sulfúrico + 1 ml de agua

Hasta eliminar el color anaranjado de CrO_7^{2-}



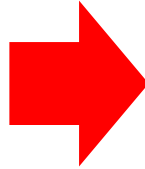
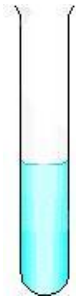
El pp blanco cristalino es sulfato de bario y confirma Ba^{2+} .
Que es insoluble en HCl caliente

Paso 5

El centrifugado del paso 3 contiene posiblemente Sr^{+2} y Ca^{+2}

Agregar

→ 5 gotas de NH_4OH diluido +
3 gotas de K_2CrO_4



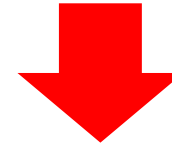
Calentar y agregar gradualmente 40 gotas de alcohol
etílico de 95%. Agitar continuamente



Enfriar el tubo sumergiéndolo en
agua fría agitando continuamente

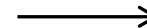


Agua



Un pp amarillo probablemente sea
 SrCrO_4

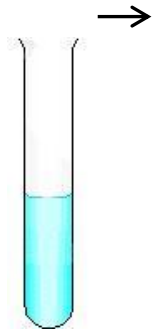
Centrifugar



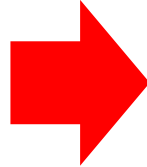
Usar pp en el paso 6 y el centrifugado
en el paso 7

Paso 6

Disolver el pp del paso 5



1 ml de agua



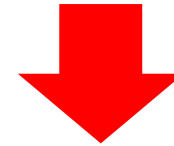
Calentar



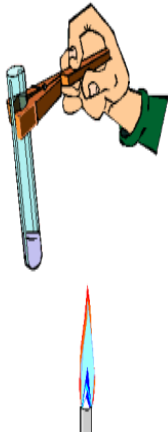
Agregar



10 gotas de sulfato de amonio



Probar a la flama

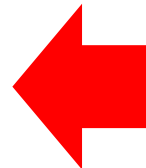


Una flama roja confirma la presencia de estroncio

El pp del paso 5 se puede disolver



HCl



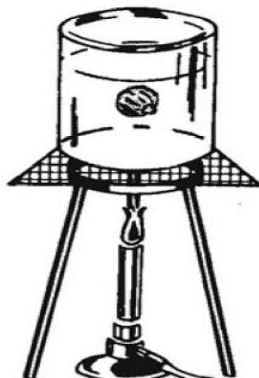
Un pp blanco fino cristalino es sulfato de estroncio. Si no se forma pp entonces el que se obtuvo en el paso 5 era K_2CrO_4 y el Sr^{+2} se reporta negativo

Paso 7

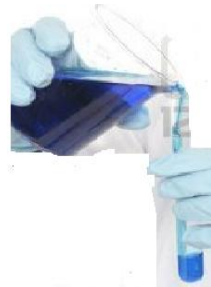
Pasar la solución del paso 6 a un vaso de 20 ml



Evaporar hasta un volumen de 0,5 ml con flama directa (si es alcohol se deja arder)



Dejar enfriar y luego pasar la solución a un tubo



Enjuagar

← 1,5 ml de agua



Calentar y agregar cuando la solución este caliente



Un pp blanco es CaC_2O_4 , puede comprobarse a la flama después de haberlo disuelto en HCl . La flama roja anaranjada confirma calcio.

10 gotas de $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ y luego seguir calentando de 8-12 minutos

Añadir



1 gota de FF y suficiente ácido acético 6 M para decolorar la solución entonces añadir 1 mas.

