

## SEPARACIÓN DE IDENTIFICACIÓN DE CATIONES EN MUESTRAS SÓLIDAS USANDO EL REACTIVO CARBONATO DE SODIO (MACS)

D.Bazán Gutiérrez, E. Becerra Vásquez, R.Lengua Calle

Departamento de Química Analítica, Facultad de Química e Ingeniería Química,  
Universidad Nacional Mayor de San Marcos.

**Resumen:** En este trabajo se ha evaluado la técnica alcalina, usando el carbonato de sodio como reactivo de separación e identificación de metales y no metales, en muestras sólidas como minerales, silicatos y arcillas, determinando elementos químicos más frecuentes en la Naturaleza.

**Palabras claves:** Separación de cationes, alcalimetría, minerales, silicatos, cationes, aniones.

**Abstract:** in this work we evaluate the technical alkaline, using the Reactive Carbonate-Soda adkacent so that we could make the separation and identification of Metals in solids specimens as minerals, silicates, etc. Determination the most frequents elements in the Nature.

**Key words:** Separation, Alkalimetry, Mineral, Silicates, Cathion, Anion.

### INTRODUCCIÓN

El análisis cualitativo implica realizar una serie de manipulaciones desde la disolución de la muestra problema, hasta llegar a la separación e identificación de iones: cationes y aniones, por medio de la aplicación de técnicas analíticas<sup>1-10</sup>.

En este trabajo se ha ensayado la separación de los iones, buscando técnicas que se realicen con rapidez y que involucre un consumo mínimo de reactivos químicos, siguiendo los parámetros de calidad en el desarrollo de los métodos.

El avance de esta técnica ha sido posible, gracias al conocimiento que se tiene, de las reacciones químicas de los elementos, que reaccionan en el medio acuoso alcalino, usando la separación con el reactivo carbonato de sodio, para las muestras metálicas y no metálicas, con el objetivo de realizar una nueva alternativa química, comparándola con las técnicas clásicas conocidas, como es la de la marcha analítica del Sulfuro de hidrógeno.

También se pone de manifiesto que, con este tratamiento alcalino pueden determinarse un grupo de cationes, los más frecuentes en la naturaleza, tanto metálicos como no metálicos, estos últimos son determinados como Aniones.

La técnica de separación e identificación, usando el reactivo carbonato de sodio, clasifica los cationes más frecuentes en seis grupos (del I al VI).

### PARTE EXPERIMENTAL

Los materiales son los mismos que se emplean en la escala del semimicroanálisis, como tubos de centrifuga, centrífuga, etc.

Se emplea aproximadamente 0.1000 gr de muestra sólida, esta es triturada y se pasa por malla número 200  $\mu\text{m}$ .

Cuando se trata una muestra en disolución, se toman aproximadamente 5 mL de la solución problema.

En cuanto a los Reactivos, se usan pocas cantidades: Ácidos minerales, reactivos para la identificación y solución de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  0,5M.

### Preparación de la muestra

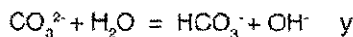
Una muestra problema sólida o un mineral debe ser solubilizada antes de hacer el tratamiento con el reactivo de separación: si la muestra no es soluble en ácidos hay que hacer una disgregación.

Las condiciones para poder realizar la marcha alcalina son: partir de una muestra problema en disolución, libre de materia orgánica (excepto acetatos y oxalatos) a fin de evitar las inferencias en la separación de los grupos analíticos, además la solución problema debe estar ácida. Una solución problema neutro o básico puede contener complejos de tiosulfatos, amoniacales, cianurados que arrastrarían muchos cationes al Grupo soluble.

Para acidificar la solución problema se emplea solución de  $\text{HNO}_3$  2 M, se controla la acidez para continuar con el tratamiento alcalino. Se toman 5 mL de la solución preparada, se añade el reactivo  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  0,5 M hasta reacción neutra, luego un exceso de 3 mL de la solución alcalina, se calienta a ebullición unos 10 minutos, si disminuye el volumen se reemplaza con la solución alcalina, se centrifuga, y se observa un precipitado formado por carbonatos básicos e hidróxidos. Estos precipitados contienen los grupos de cationes II al VI, y en la solución se encuentran los cationes que se determinan como aniones, o también están aquellos cationes que no precipitan con el carbonato de sodio, y corresponden al Grupo I.

### Acción del reactivo $\text{Na}_2\text{CO}_3$ (0,5 M)

La disolución acuosa del  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  0,5 M tiene reacción alcalina debido a que el anión  $\text{CO}_3^{2-}$  se comporta como base fuerte con respecto al agua, dando lugar a la formación de iones  $\text{OH}^-$ , según las siguientes reacciones químicas:



Al añadir  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  es como añadir una mezcla de carbonato e hidróxido, que al reaccionar con los metales dan hidróxidos poco solubles, precipitando en este medio. La disolución tiene un pH de 12, este medio es suficiente para que se disuelvan algunos hidróxidos anfóteros.

Los precipitados de los carbonatos son de color blanco, y los primeros en precipitar son los carbonatos básicos de los cationes Alcalino-térreos, comprenden también los carbonatos básicos de los elementos:  $\text{Zn(II)}$ ,  $\text{Pb(II)}$ ,  $\text{Cd(II)}$ .

Los Hidróxidos de  $\text{Al(III)}$ ,  $\text{Fe(III)}$ ,  $\text{Cr(III)}$ , son precipitados coloreados.

Carbonatos de  $\text{Sb(III)}$  y  $\text{(V)}$ ,  $\text{Sn(II)}$  y  $\text{(IV)}$ ,  $\text{Bi(III)}$ , son también carbonatos básicos de colores amarillentos en disolución.

El  $\text{Mn(II)}$  en frío da un carbonato blanco, que luego se oxida con el agua.

El Cobre da un carbonato verdoso en frío, por calentamiento cambia a  $\text{Cu}_2\text{O}$  de color rojizo.

La Plata da un carbonato blanco, que luego se oscurece por formación de óxido.

En cambio, si la muestra contiene  $\text{Fe(II)}$  da un carbonato color verdoso, que luego en el medio se oxida a  $\text{Fe(III)}$ .

El  $\text{Hg(II)}$  da una sal básica  $\text{HgCO}_3 \cdot 3\text{HgO}$ , que por ebullición pasa a óxido de color naranja, soluble en  $\text{HNO}_3$ .

### Clasificación de los cationes frecuentes (MACS)

En el esquema general de la marcha analítica de cationes se tienen:

Grupo I. Grupo soluble en el Carbonato de sodio:  $\text{Cr(VI)}$ ,  $\text{As(III)}$  y  $\text{(V)}$ ,  $\text{VO}_3^-$ ,  $\text{MoO}_4^-$ ,  $\text{K}$ . Además los aniones se encuentran en este grupo.

Grupo II. Formado por cationes insolubles por el reactivo:  $\text{HNO}_3$ . Éstos son  $\text{Sb(III)}$  y  $\text{(V)}$ ,  $\text{Sn(II)}$  y  $\text{(IV)}$ ,  $\text{Ti(II)}$ .

Grupo III. Cationes que precipitan como cloruros insolubles, usando el reactivo  $\text{HCl}$  2M. Éstos son:  $\text{Ag(I)}$ ,  $\text{Pb(II)}$ ,  $\text{Hg(I)}$ .

Grupo IV. Cationes alcalino térreos que se separan como sulfatos, usando el reactivo:  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ .

Grupo V. Formado por hidróxidos de metales trivalentes que se precipitan con la mezcla tampón de pH = 9,6. Ellos son: Bi (III), Fe (III), Al (III), Ti (IV), Cr (III).

Grupo VI. Cationes que por el exceso de amonio forman complejos amoniacales, comprende el grupo más abundante, ellos son: Cu (II), Cd (II), Zn (II), Ni (II), Co (II), Ca (II), Mg (II) y Hg (II).

### Muestra problema + $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 0.5M/ ebullición

Carbonatos, hidróxidos, sales básicas, elementos libres + $\text{HNO}_3$ + calor/ebullición	Solución: Grupo I (grupo soluble en $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 0,5 M)
Precipitado: Grupo II: $\text{Sb}_2\text{O}_3$ , $\text{Sn}_2\text{O}_4$	Solución Grupos: III al VI

### RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la disolución del reactivo de separación,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  0.5 M, se disocia en los iones:  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{HCO}_3^-$  y  $\text{OH}^-$ , los cuales dan origen a los precipitados respectivos.

La precipitación de los hidróxidos, carbonatos básicos y neutros se realizan, considerando dos aspectos muy importantes:

1. El carácter ácido de los cationes y
2. El PH de la precipitación.

En la tabla N.º 1 se tienen los Cationes agrupados de acuerdo al medio o pH.

### CONCLUSIONES

Los cationes estudiados, siguiendo la marcha alcalina del  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (MACS), presentan una secuencia en el análisis, primero se efectúa una separación de los cationes que se han mencionado en función de sus características metálicas vs. pH de precipitación, para luego continuar con la disolución de los grupos del (II al VI) por acción del reactivo  $\text{HNO}_3$ , siendo el Grupo II formado por cationes insolubles en medio nítrico.

Por medio de los reactivos de disolución, mencionados anteriormente, los cationes se clasifican en carbonatos solubles, óxidos, cloruros, sulfatos, hidróxidos y complejos amoniacales.

Con el tratamiento alcalino para cationes, se logra una buena separación de los iones, y con gran facilidad se procede a la identificación realizándose directamente en porciones independientes, sin haber interferencias.

Se considera que esta técnica de separación usando el  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , es simple en manejarla, si se compara con la conocida marcha del  $\text{H}_2\text{S}$ . Es aplicable para tratar problemas de muestras sólidas como en minerales.

Tabla N.º1  
Parámetros obtenidos

pH=2,8-6,0	pH=7,3-10,0	pH=8,0-9,2	pH=12,0
Cationes muy ácidos	Cationes básicos	Cationes de baja acidez	Cationes nobles
Precipitan como hidróxidos	Carbonatos básicos	Carbonatos neutros	Dan óxidos
Fe (III), Al (III)	Pb (II), Cu (II), Bi (III)	Ca (II), Ba(II), Sr (II),	Ag - Ag <sub>2</sub> O
Cr (III), Sn (II y IV)	Co (II), Cd (II), Zn (II)	Ni (II), Mn (II)	Hg (I) - HgO
			Mn (II) - Mn (IV)

## BIBLIOGRAFÍA

- [1] Arribas S., MJ. Álvarez. *Inst. Química Analítica*, 6,19, 1988. Madrid, España
- [2] Burriel F.F. Lucena, S. Arribas. *Química Analítica Cualitativa*. Ed. Paraninfo, Madrid 1979.
- [3] Burriel F. Hernández Méndez. *Química Analítica Cualitativa*. XV Ed. Madrid, 1992.
- [4] Berthold M.D., H. Huchutel, J. Chem. *Educator*, 50,1996, pp.340.
- [5] Burriel F., *et al.* *Química Analítica Cualitativa*. Ed. Paraninfo, Madrid, España, 2002.
- [6] Conde S., F. Arribas, J. Hernández. *Química Analítica Cualitativa*. Ed. Paraninfo, 1996.
- [7] Harvey E.D. *Química Analítica Moderna*. Ed. Mc Graw Hill S.A. 2002.
- [8] Silva M. Barboza J. *Equilibrio Iónico y sus Aplicaciones Analíticas*. Madrid 2002.
- [9] Rayver Canham, G.Q. *Inorganic Descriptive*. Ed. P. Hall, México, 2000.
- [10] Yañez, S. Drive, F. Villena Rueda. *Problemas de Química Analítica*, Ed. Síntesis, Madrid, 2003.