

Precipitación con H_2S

Una forma de iniciar el análisis de los cationes que contiene una disolución es precipitarlos en forma de sulfuros, que son muy insolubles.

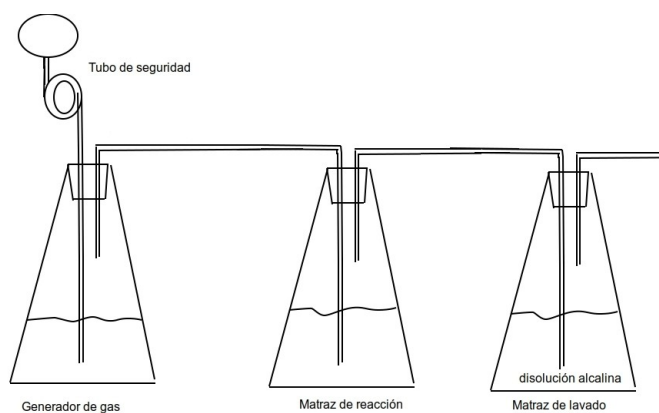
El principal inconveniente de esta forma de precipitarlos es que el sulfuro de hidrógeno utilizado (SH_2 , ácido sulfhídrico) tiene muy mal olor. Este mal olor es la principal defensa contra su segundo inconveniente: el sulfuro de hidrógeno es tóxico, pero a unas concentraciones muy superiores a las que aguantaría el olfato de cualquier humano.

PRECAUCIÓN: El trabajo con sulfuro de hidrógeno ha de hacerse con recogida del gas sobrante en disolución alcalina y en un laboratorio ventilado.

PRECAUCIÓN: La manipulación de HCl concentrado exige las medidas de seguridad adecuadas: quien manipule el ácido debe usar bata, guantes y gafas.

Material

- Tres matraces Erlenmeyer de 250 cm³
- Tres tapones bihoradados
- Un tubo de seguridad y llave de Mohr
- 5 tubos de vidrio acodados
- Manguera adecuada al diámetro del tubo de vidrio
- HCl concentrado
- Sales solubles de cadmio, cinc y cobre,
- Piedras de piritas (sulfuro de hierro).
- HCl concentrado
- NaOH 1 M



Procedimiento

Se debe hacer pasar una corriente de H_2S gaseoso a través de la disolución, generándolo en un recipiente y haciendo que burbujee a través de otro recipiente que contiene el catión que se quiere precipitar. A continuación, se recoge el exceso mediante un lavado del gas.

Generador de gas

Se monta un generador de gas que produzca el H_2S necesario para la reacción.

Para ello se cerrará un matraz Erlenmeyer con un tapón con dos orificios. Por uno de ellos se pasará un tubo de seguridad, a través del cual se alimentará de ácido el matraz. La forma de este tubo de seguridad impide que el gas salga por él, forzándolo a la otra salida. Por el otro orificio pasará un tubo acodado, por el que saldrá el SH_2 producido. En la parte de manguera de esta salida se pone una llave de Mohr para poder cortar el gas.



Matraz de reacción

El matraz de reacción consiste en otro matraz Erlenmeyer con tapón con dos orificios, ambos con tubos acodados. Uno de ellos se conecta mediante una manguera a la salida del generador de gases y debe quedar sumergido en la disolución de reacción. El otro queda abierto para la salida de los gases excedentes.



Montaje completo con disolución de cobre.

Matraz de lavado

Es un matraz idéntico al anterior, que puede ser sustituido por un frasco lavador ordinario.

En el matraz generador de gas se introducen trozos de pirita de entre 3 y 5 mm y agua hasta casi cubrirlos. No es necesario que las cantidades del generador de gases sean precisas.

Se preparan 100 cm³ de disolución 0,1 M de catión que se vayan a utilizar, introduciéndola en el matraz de reacción. Si se utiliza cadmio se obtendrá un precipitado amarillo brillante. El de cinc es blanco y el de cobre es negro.

Se pueden preparar tres matraces con las tres disoluciones y conectarlos sucesivamente al generador de gases para observar los tres precipitados.

Se preparan 250 cm³ de disolución 1 M de NaOH y se llena el matraz de lavado hasta dos tercios de su altura.

Se conecta el tubo de salida del generador de gas a la entrada del matraz de reacción, asegurándose de que este tubo de entrada esté sumergido. El tubo de salida del matraz de reacción se conecta al de entrada del matraz de lavado, asegurándose también de que queda sumergido en la disolución alcalina de este.

Se introduce el HCl por el tubo de seguridad para que empiece a producirse el H₂S y reaccione al entrar en contacto con la disolución del catión en el matraz de reacción.

El H₂S en exceso reaccionará en el matraz de lavado, formándose Na₂S.

El buen funcionamiento del matraz de lavado debe atenuar mucho el olor del sulfuro de hidrógeno. De lo contrario, se deben comprobar las conexiones de los tubos y se debe reducir el caudal de gas producido.

La reacción se continúa hasta que deje de producirse precipitado en el matraz de reacción.

Tras terminar la precipitación, se filtran los precipitados, se dejan secar al aire una noche y se introducen en el desecador hasta que su masa sea constante (puede tardar varios días).

Se pesa el precipitado obtenido una vez seco.

Cuestiones

- Al principio de la reacción, ¿cuál es el reactivo en defecto y cuál en exceso? ¿Y al final de la reacción?
- Escribe y ajusta las reacciones que han tenido lugar.
- Para uno de los cationes, calcula la masa de producto insoluble que tendría que haberse obtenido a partir de los 100 cm³ de disolución 0,1M que se introdujeron inicialmente en el matraz de disolución.
- Calcula el rendimiento de la reacción para ese catión.