



UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ

INSTITUTO DE CIÊNCIAS EXATAS
DEPARTAMENTO DE FÍSICA E QUÍMICA



APOSTILA DE QUÍMICA ANALÍTICA QUALITATIVA
Análise de Ânions

Docentes:

Márcia Matiko Kondo

Milady Renata Apolinário da Silva

Sandro José de Andrade



2012

Conteúdo

1	PRINCÍPIO DA ANÁLISE DE ÂNIONS	1
2	TESTES PRÉVIOS PARA ÂNIONS	2
2.1	Solubilidade da amostra	2
2.2	pH da solução aquosa da amostra	2
2.3	Tratamento com ácido sulfúrico concentrado	2
2.4	Tratamento de uma solução aquosa da amostra com nitrato de prata .	4
2.5	Tratamento de uma solução aquosa da amostra com cloreto de bário.	6
3	TESTES ESPECÍFICOS PARA A IDENTIFICAÇÃO DE ÂNIONS	8
3.1	Provas diretas	8
3.2	Extrato com soda	8
3.3	Reações para íons cloreto (Cl^-)	10
3.3.1	Reação com H_2SO_4 concentrado	10
3.3.2	Reação com íons prata (Ag^+)	10
3.4	Reações para íons sulfato (SO_4^{2-})	12
3.4.1	Reação com íons bário (Ba^{2+})	12
3.5	REAÇÕES PARA ÍONS NITRATO (NO_3^-)	13
3.5.1	Reação com H_2SO_4 concentrado	13
3.5.2	Reação com sulfato ferroso (FeSO_4)	13
3.5.3	Reação com zinco metálico em meio alcalino	15
3.6	REAÇÕES PARA ÍONS CARBONATO (CO_3^{2-})	15

1 PRINCÍPIO DA ANÁLISE DE ÂNIONS

Na análise de ânions os íons não são subdivididos em grupos como no caso dos cátions.

Na prática a amostra que vai ser analisada é submetida a uma série de “testes prévios” com o objetivo de eliminar alguns ânions com base:

- na cor da amostra,
- na solubilidade em água,
- no valor do pH dessa solução,
- em reações com certos compostos específicos como AgNO_3 e BaCl_2 e
- ainda nos resultados da própria análise de cátions.

Por exemplo, se for confirmada a presença de íons Pb^{2+} pela análise dos cátions e notar-se que a amostra é solúvel em água, então o íon SO_4^{2-} não estará presente.

As informações obtidas por estes testes muitas vezes são suficientes para confirmar ou eliminar a presença de vários ânions e em seguida realizar os testes específicos para aqueles que não foram eliminados definitivamente.

À medida que aumenta o número de espécies (cátions e ânions) na amostra, maior será a probabilidade da existência de pares de íons que formarão sais insolúveis e será menos provável de que o sólido seja solúvel em água ou até mesmo em ácidos. Por exemplo, o cátion Ag^+ e os ânions Cl^- , Br^- , I^- e S^{2-} nunca serão encontrados juntos numa solução ácida. Também os íons Pb^{2+} e Ba^{2+} não podem coexistir com SO_4^{2-} numa solução ácida, mas numa solução alcalina, onde o chumbo se encontra na forma de íon HPbO_2^- , o SO_4^{2-} pode coexistir.

Ainda que numa solução alcalina a maioria dos ânions possam coexistir, a acidulação causará a perda de alguns íons, como por exemplo, o S^{2-} e o CO_3^{2-} que são removido produzindo H_2S e CO_2 , respectivamente.

2 TESTES PRÉVIOS PARA ÂNIONS

Como já discutido anteriormente os testes prévios servirão para dar indicações a respeito da presença ou da ausência de certos ânions na amostra. Entretanto, a presença ou ausências destes ânions devem ser confirmados pelos testes específicos de cada ânion descritos mais adiante.

2.1 Solubilidade da amostra

Colocar uma pequena quantidade da amostra sólida em um tubo de ensaio e adicionar água. Agitar e aquecer. Se ficar alguma substância sem dissolver pode significar a presença de sais insolúveis tais como: SrSO_4 , PbSO_4 , BaSO_4 , AgCl , BaCO_3 , etc.

Deve-se lembrar de que estes sais podem não existir necessariamente na amostra como tal, mas formam-se a partir de outros no instante de solubilizá-los.

2.2 pH da solução aquosa da amostra

Determinar o pH aproximado da solução usando uma tira de papel indicar universal.

- $\text{pH} \leq 2$ indica a presença de HSO_4^- ou ácidos livres.
- $\text{pH} \geq 10$ indica a presença de íons CO_3^{2-} , S^{2-} ou PO_4^{3-} .

Não usar o extrato com soda para este teste, pois ele contém excesso de Na_2CO_3 o que dá uma reação fortemente alcalina.

2.3 Tratamento com ácido sulfúrico concentrado

Quando determinados sais são tratados com H_2SO_4 concentrado a quente, ocorrem reações características que dão informações adicionais com respeito à possível presença de um ânion na amostra. Abaixo são apresentados os produtos das reações de vários ânions com ácido sulfúrico concentrado:

- $\text{CO}_3^{2-} \rightarrow \text{CO}_2$ (incolor e inodoro)
- $\text{NO}_2^- \rightarrow \text{NO}$ (incolor e torna-se marrom em contato com o ar)
 NO_2 (marrom, odor picante)

- $S^{2-} \rightarrow H_2S$ (incolor, odor de ovo podre, em contato com uma tira de papel umedecida com solução de acetato de chumbo ocasiona a formação de uma mancha negra de PbS)
- $F^- \rightarrow H_2F_2$ (incolor, corrói o vidro)
- $I^- \rightarrow I_2$ (Violeta)
- $Br^- \rightarrow Br_2$ (marrom)
- $Cl^- \rightarrow HCl$ (incolor, odor picante)
- $NO_2^- \rightarrow NO_2$ (marrom, odor picante)
- $CH_3COO^- \rightarrow CH_3COOH$ (incolor, odor de vinagre)
- Sulfatos, boratos e fosfatos não apresentam evidências de reação quando aquecidos na presença de H_2SO_4 concentrado.

Colocar uma pequena quantidade da amostra sólida em um tubo de ensaio e adicionar 2 gotas de H_2SO_4 concentrado. Aquecer cuidadosamente e anotar o que é observado. Quando uma mistura de sais é tratada com H_2SO_4 , o resultado pode ser um tanto indefinido, pois as reações de um sal podem mascarar completamente outras reações. Deste modo, se a mistura contém iodeto, o vapor violeta do iodo liberado pode encobrir a presença de gases provenientes de outros ânions, como por exemplo, NO_2^- e Br^- .

No caso de amostras simples, os resultados podem ser úteis e por isso justifica-se o uso deste teste.

2.4 Tratamento de uma solução aquosa da amostra com nitrato de prata

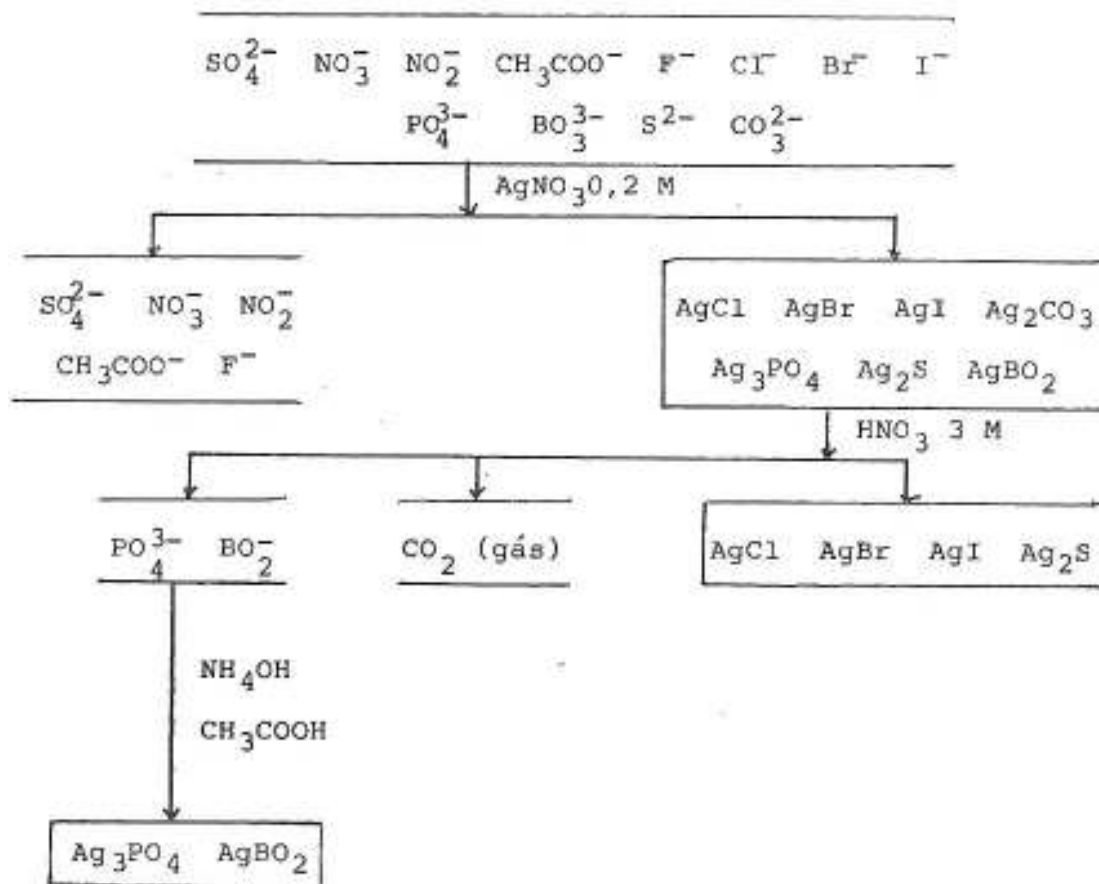


Figura 1: Marcha analítica empregando nitrato de prata

Se a mistura sólida for solúvel em água, colocar uma pequena quantidade do sal em um tubo de ensaio, adicionar aproximadamente 1 mL de água e 5 gotas de uma solução de AgNO_3 0,2 mol L^{-1} . Se não ocorrer formação de nenhum precipitado, então os íons Cl^- , Br^- , I^- , CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , S^{2-} e BO_3^{3-} estarão ausentes.

- Se houver formação de um precipitado, qualquer um dos ânions que precipitam com prata podem estar presentes e até mesmo aqueles que não precipitam, pois nada pode-se afirmar sobre eles.
- Se o precipitado obtido for um branco puro, então Br^- , I^- , S^{2-} e PO_4^{3-} estarão ausentes, mas podem estar presentes AgCl , Ag_2CO_3 ou AgBO_2 ou uma mistura deles.

- Por outro lado se o precipitado for amarelo, pode ser Br^- , I^- , PO_4^{3-} e neste caso não se pode descartar da presença de possíveis precipitados brancos.
- Finalmente, se o precipitado for preto, indica seguramente o S^{2-} , mas este precipitado mascara todos os outros, deixando-os então indefinidos.

Centrifugar e decantar o sobrenadante gerado no item anterior. Lavar o precipitado com um pouco de água no próprio tubo. Após centrifugar e decantar o sobrenadante, tratar o precipitado com algumas gotas de HNO_3 3 mol L^{-1} e agitar.

- Se o precipitado dissolver completamente, os íons Cl^- , Br^- , I^- e S^{2-} estão ausentes, podendo estar presentes CO_3^{2-} , PO_4^{3-} e BO_3^{3-} .
- Se a dissolução for parcial, então pelo menos um dos íons Cl^- , Br^- , I^- e S^{2-} deve estar presente.

Neste ponto, centrifugar e decantar o líquido sobrenadante para outro tubo. Neutralizar com cuidado, usando NH_4OH concentrado e agitando. Adicionar ácido acético 5 mol L^{-1} até a solução tornar-se levemente ácida e a seguir adicionar algumas gotas de AgNO_3 0,2 mol L^{-1} . Pode ocorrer a precipitação do Ag_3PO_4 (amarelo) ou do AgBO_2 (branco). Lembrar que aqui não deve existir mais CO_3^{2-} , mesmo que ele estivesse presente na amostra, pois nesse caso já teria sido decomposto pelo ácido nítrico.

Se a amostra não for totalmente solúvel em água deve-se usar o “extrato com soda”. Colocar aproximadamente 1 mL do extrato em um tubo de ensaio, adicionar HNO_3 3 mol L^{-1} até o meio ácido (para decompor todo o carbonato introduzido) e depois 6 gotas de AgNO_3 0,2 mol L^{-1} .

- Se não precipitar nada, então os íons Cl^- , Br^- , I^- e S^{2-} estão ausentes.
- Se houver formação de algum precipitado pode-se ter AgCl , AgBr , AgI ou Ag_2S dependendo da cor do mesmo.

Com as observações feitas neste teste será possível concluir alguma coisa a respeito da presença ou ausência de determinados ânions na amostra.

2.5 Tratamento de uma solução aquosa da amostra com cloreto de bário

Para este teste deve-se considerar novamente a solubilidade da amostra. A água sem dúvida nenhuma é o solvente mais adequado, mas nem sempre resolve o problema. Se a amostra for insolúvel em água, pode-se fazer um tratamento da amostra sólida com uma solução saturada de Na_2CO_3 . A seguir aquecer, decantar e tratar o líquido separado com HNO_3 3 mol L^{-1} , para decompor todo o carbonato. Esta solução será então usada para o teste com BaCl_2 .

Deve-se notar que nem sempre uma amostra insolúvel em água deve ser tratada com Na_2CO_3 . Eventualmente, se a amostra contém somente ânions de ácidos fracos, será suficiente o tratamento com um ácido forte como HCl 6 mol L^{-1} ou HNO_3 6 mol L^{-1} , para dissolvê-la. Para se usar essa solução assim preparada, no teste com BaCl_2 , não se deve neutralizá-la com NH_4OH , pode-se outrossim tratá-la diretamente com gotas de BaCl_2 e lembrar que o único sal de bário insolúvel nestas condições é o BaSO_4 . É claro que uma parte da solução poderá ser neutralizada e tratada pelo procedimento proposto.

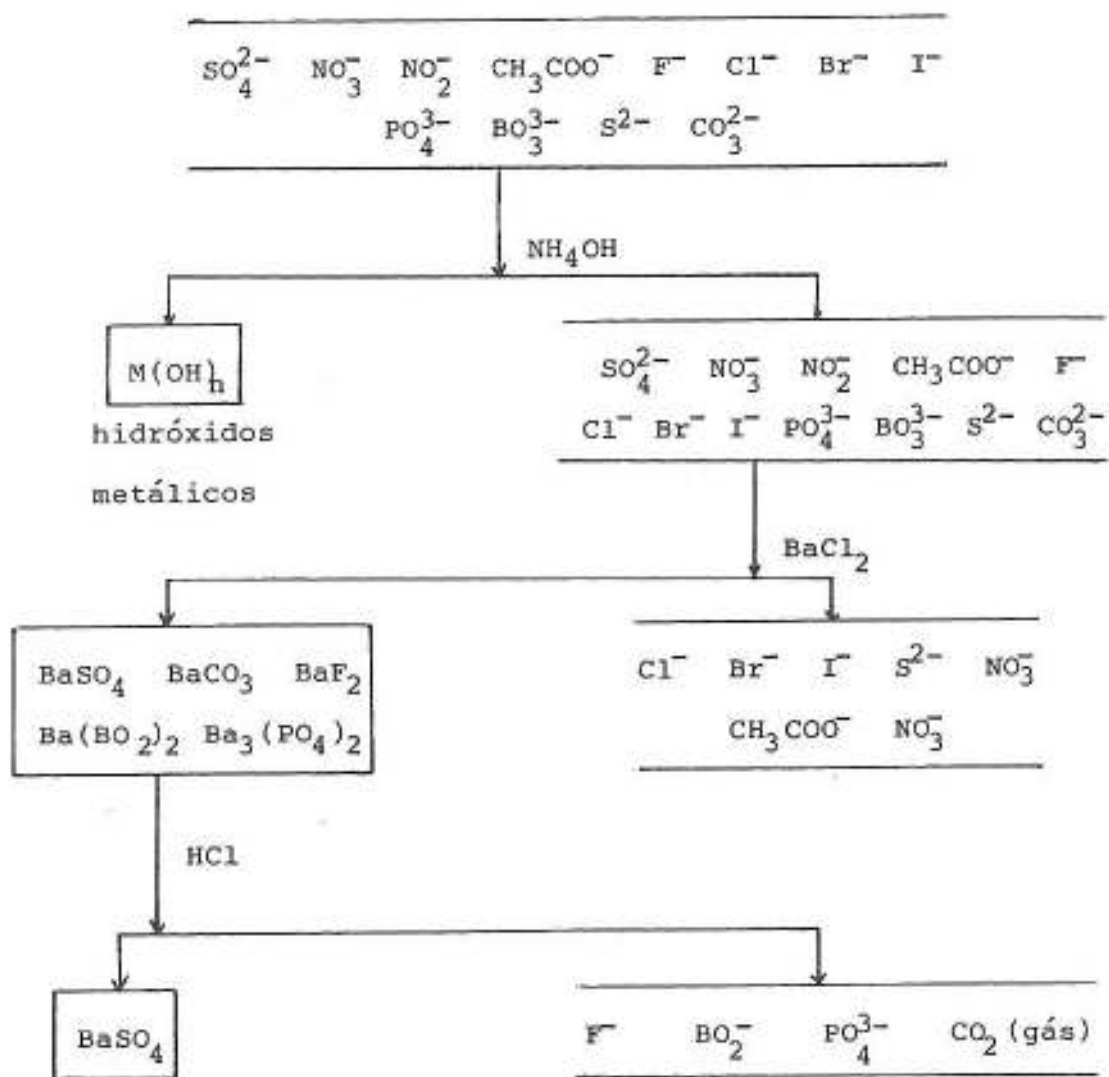


Figura 2: Marcha analítica empregando cloreto de bário

Na prática, se a amostra for solúvel em água usa-se a solução aquosa, mas se não for solúvel em água, deve-se dissolvê-la por um dos modos propostos anteriormente.

- Colocar aproximadamente 1 mL dessa solução num tubo de ensaio, alcalinizar com NH_4OH 5 mol L^{-1} .
- Neste ponto poderá ocorrer a precipitação de alguns hidróxidos metálicos, que devem ser centrifugados e decantados.
- Usar só o líquido sobrenadante que será transferido para outro tubo limpo. Tratar esta solução com BaCl_2 $0,2 \text{ mol L}^{-1}$.
- A formação de qualquer precipitado indica a presença de um ou mais dos seguintes ânions: SO_4^{2-} , PO_4^{3-} , CO_3^{2-} , BO_2^- ou F^- .

- Novamente centrifugar e transferir o líquido para outro tubo.
- A seguir adicionar gotas de HCl 2 mol L⁻¹ sobre o precipitado e agitar.
- Se ocorrer dissolução completa do precipitado fica comprovada a ausência de íons SO₄²⁻.
- No entanto, se a solubilidade não for completa, fica comprovada a presença de sulfato na amostra.

É importante que se observe que o boro pode estar presente na amostra na forma de metaborato (BO₂⁻), ortoborato (BO₃³⁻) ou mesmo tetraborato (B₄O₇²⁻), mas será sempre precipitado como metaborato, Ba(BO₂)₂.

3 TESTES ESPECÍFICOS PARA A IDENTIFICAÇÃO DE ÂNIONS

Após a realização dos testes prévios para os ânions, a possibilidade de presença de alguns deles é definitivamente eliminada, no entanto, a presença ou ausência de outros não fica bem estabelecida. Sendo assim, torna-se necessário testá-los por meio de algumas reações específicas. Quando se faz estes testes deve-se lembrar que podem existir alguma interferência. Por exemplo, íons brometo e iodeto interferem no teste para cloreto. Os íons iodeto interferem no teste para brometo, nitrito e nitrato.

3.1 Provas diretas

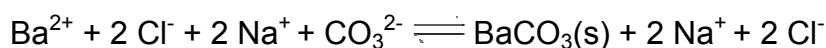
Algumas reações para identificação de ânions podem ser realizadas diretamente na amostra original e por esta razão são chamadas provas diretas. Podem ser testados diretamente na amostra original os ânions: CO₃²⁻, F⁻, BO₃³⁻, S²⁻ e CH₃COO⁻.

3.2 Extrato com soda

É sabido que certos cátions podem interferir nas reações de identificação dos ânions. Assim, por exemplo, a reação de identificação de íons nitrato envolve a adição, à amostra a analisar, soluções de ácido sulfúrico e sulfato de ferro (II). Neste caso, se a solução a ser testada contém íons Ba²⁺ haverá precipitação de BaSO₄ que irá atrapalhar a reação de identificação de nitrato.

Por esta razão para se ter condições adequadas para se realizar as reações de identificação dos ânions é desejável que os mesmos estejam na forma de sais de sódio ou potássio. Estes cátions não interferem nas reações utilizadas para se testar a presença de ânions.

Na prática a eliminação dos cátions pode ser feita tratando-se a amostra a analisar com uma solução de Na_2CO_3 . Com este tratamento os cátions são precipitados na forma de carbonato, carbonato básico ou hidróxidos e os ânions ficam em solução. Esta solução é normalmente conhecida como extrato com soda. No caso de sais solúveis ocorre simplesmente a precipitação do cátion. Assim se tivermos uma solução de BaCl_2 e tratarmos com uma solução de Na_2CO_3 ocorrerá a reação:



Neste caso o Ba^{2+} é precipitado como BaCO_3 enquanto tem-se em solução íons Na^+ e íons Cl^- .

No caso de sais insolúveis, entretanto, ocorre uma reação de transposição. Assim quando se trata o sal insolúvel PbSO_4 com solução de Na_2CO_3 ocorre a reação:



Existem alguns sais como o AgCl , CuS , etc., que não são removidos pelo Na_2CO_3 , pois são mais insolúveis que seus respectivos carbonatos. Nestes casos deve-se lançar mão de outros meios para solubilizá-los, a fim de ter os ânions em solução.

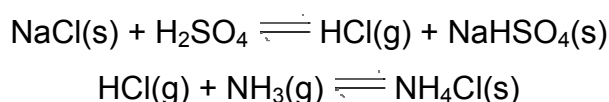
Na prática, colocar aproximadamente 1 g de amostra sólida num béquer de 250 mL, adicionar 2 a 3 g de Na_2CO_3 sólido, mais 20 mL de água e ferver por 10 a 15 minutos. A seguir decantar o precipitado e no extrato fazer o testes para os íons Cl^- , Br^- , I^- , SO_4^{2-} , NO_2^- , NO_3^- e PO_4^{3-} .

Lembrar que para o teste de cloreto, no extrato, deve-se juntar antes o HNO_3 até o meio ficar ácido, eliminando assim todo CO_3^{2-} na forma de CO_2 . A seguir colocar o AgNO_3 . Se não for eliminado todo o CO_3^{2-} , haverá a formação de um precipitado branco de Ag_2CO_3 .

3.3 Reações para íons cloreto (Cl⁻)

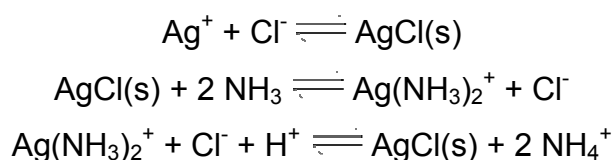
3.3.1 Reação com H₂SO₄ concentrado

Colocar uma pequena quantidade de NaCl sólido num tubo de ensaio e adicionar cerca de 5 gotas de H₂SO₄ concentrado. Colocar uma tira de papel de tornassol azul ou um bastão de vidro umedecido com amônia na boca do tubo e observar a mudança de cor do papel ou a formação de fumaças brancas de NH₄Cl.



3.3.2 Reação com íons prata (Ag⁺)

- Colocar 5 gotas de uma solução de NaCl 0,2 mol L⁻¹ em um tubo de ensaio e adicionar algumas gotas de solução de AgNO₃ 0,2 mol L⁻¹. Deverá haver a formação de um precipitado branco. Outros ânions também formam precipitados com íons Ag⁺ nestas condições.
- Colocar cerca de 5 gotas da solução de NaCl 0,2 mol L⁻¹ em um tubo de ensaio, juntar duas gotas de HNO₃ 6 mol L⁻¹ (a solução deverá estar ácida). Adicionar, em seguida, algumas gotas da solução de AgNO₃ 0,2 mol L⁻¹. Deverá observar-se a formação do mesmo precipitado branco. Centrifugar e desprezar o líquido sobrenadante. Tratando-se o precipitado com algumas gotas de NH₄OH 0,5 mol L⁻¹, o sólido deverá dissolver-se. Acidulando-se esta solução com HNO₃ 6 mol L⁻¹ o precipitado deve se formar novamente.



- Repetir as operações dos itens acima com soluções dos íons SO₄²⁻, NO₂⁻, CO₃²⁻, Br⁻, I⁻ e S²⁻. Deverá observar-se que íons brometo, iodeto e sulfeto interferem já que AgBr, AgI e Ag₂S também são insolúveis em meio ácido.

Portanto, para se possa tirar conclusões definitivas com respeito à presença ou ausência de íons cloreto, os íons interferentes devem ser removidos de acordo com os procedimentos descritos abaixo.

Íons S^{2-} podem ser removidos fervendo-se a solução contendo gotas de H_2SO_4 2 mol L^{-1} até não haver mais desprendimento de H_2S , que pode ser testado com um papel de filtro umedecido com uma solução de acetato de chumbo.

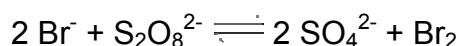
A separação e identificação dos íons Cl^- , Br^- e I^- pode ser feita pelo seguinte procedimento:

- colocar 15 gotas da solução a ser testada em um tubo de ensaio, adicionar 5 gotas de ácido acético 5 mol L^{-1} e mais 20 gotas de água e agitar para homogeneizar.
- A seguir, adicionar uma pequena quantidade (ponta de espátula) de persulfato de potássio ($K_2S_2O_8$) e aquecer cuidadosamente.
- O desprendimento de um gás violeta indica a presença de iodo.
- Continuar fervendo a solução até eliminar todo o iodo, colocando mais água de maneira a manter sempre o volume constante.
- Verificar se o iodeto foi completamente eliminado, adicionando-se mais alguns cristais de $K_2S_2O_8$ e mais 2 gotas de ácido acético 5 mol L^{-1} .
- Quando todo o iodeto for completamente removido, adicionar 15 gotas de H_2SO_4 2 mol L^{-1} e mais uma pequena quantidade de $K_2S_2O_8$ e aquecer à ebulição.
- O desprendimento de um gás marrom indica a presença de brometo.
- Ferver a solução até que todo o bromo seja liberado mantendo-se o volume de água constante.
- Verificar se todo brometo foi oxidado, adicionando-se alguns cristais de $K_2S_2O_8$ e mais 2 gotas de H_2SO_4 2 mol L^{-1} .
- Quando todo o brometo tiver sido removido, resfriar a solução em água de torneira, elevar o volume com água até cerca de 2 mL e juntar 3 gotas de HNO_3 6 mol L^{-1} e adicionar 2 gotas de $AgNO_3$ 0,2 mol L^{-1} .

- A formação de um precipitado branco de AgCl indica a presença de íon cloreto.



Por outro lado, na presença de um ácido forte (H_2SO_4) o $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ oxida íons iodeto e brometo, mas não íons cloreto.



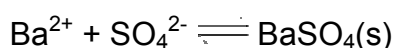
Deve-se tomar cuidado para não realizar um aquecimento excessivo após a remoção do brometo, pois parte do cloreto pode ser oxidado a cloro e conseqüentemente a sensibilidade para o teste de cloreto ficará prejudicada.

3.4 Reações para íons sulfato (SO_4^{2-})

3.4.1 Reação com íons bário (Ba^{2+})

Entre os ânions que formam sais de bário insolúveis, o íon SO_4^{2-} é o único que precipita em soluções fortemente ácidas.

- Fazer inicialmente o teste sem adicionar ácido. Colocar 5 gotas da solução de Na_2SO_4 $0,2 \text{ mol L}^{-1}$ em um tubo de ensaio e adicionar 2 gotas de solução de BaCl_2 $0,2 \text{ mol L}^{-1}$. Deverá ser observada a formação de um precipitado branco.



- Colocar 5 gotas da solução de Na_2SO_4 $0,2 \text{ mol L}^{-1}$ em outro tubo limpo, adicionar 3 gotas de HCl 6 mol L^{-1} (verificar se o meio está ácido por meio de um papel de tornassol). Juntar, então, 2 gotas de BaCl_2 $0,2 \text{ mol L}^{-1}$. Deverá haver formação de um precipitado branco.
- Repetir as reações acima para os íons NO_2^- , NO_3^- , CO_3^{2-} e PO_4^{3-} . Observar em que condições estes interferem.

Uma modificação bastante interessante deste teste, principalmente quando se trata em distinguir o BaSO_4 do enxofre coloidal (branco e insolúvel em

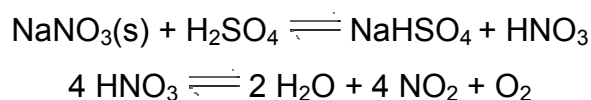
ácidos), constitui-se na utilização da propriedade do BaSO_4 em formar cristais mistos com KMnO_4 , de cor rosa. Este é na verdade um fenômeno de coprecipitação de sais.

- Colocar 6 gotas da solução a ser testada em um tubo de ensaio e acidificar com 2 gotas de HCl 6 mol L^{-1} .
- Adicionar a seguir cerca de 2 gotas de uma solução de KMnO_4 $0,01 \text{ mol L}^{-1}$ e juntar 3 gotas de BaCl_2 $0,2 \text{ mol L}^{-1}$.
- O excesso do KMnO_4 deve ser eliminado pelo tratamento com algumas gotas de H_2O_2 3% de tal modo que haja uma completa descoloração da solução deixando visível o precipitado rosa.
- Observar que o KMnO_4 coprecipitado não reage com a solução de H_2O_2 já que se encontra dentro dos cristais de BaSO_4 .

3.5 REAÇÕES PARA ÍONS NITRATO (NO_3^-)

3.5.1 Reação com H_2SO_4 concentrado

Quando se aquece em um tubo de ensaio uma pequena quantidade de uma amostra sólida de nitrato (usar NaNO_3 sólido) na presença de 3 gotas de H_2SO_4 concentrado, ocorre a formação de HNO_3 que se decompõe produzindo NO_2 que é um gás marrom.

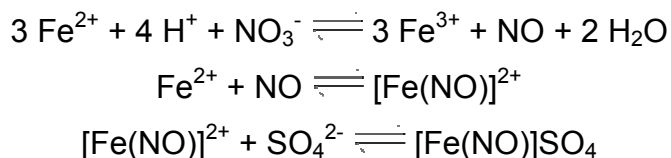


3.5.2 Reação com sulfato ferroso (FeSO_4)

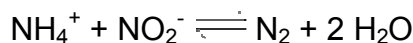
Esta reação é baseada na redução dos íons NO_3^- pelo sal ferroso produzindo óxido nítrico (NO). O óxido nítrico na presença do excesso do sal ferroso, forma um complexo estável de cor marrom.

- Colocar em um tubo de ensaio 5 gotas de uma solução de NaNO_3 $0,2 \text{ mol L}^{-1}$, 3 gotas de H_2SO_4 2 mol L^{-1} e mais 5 gotas de uma solução de FeSO_4 $0,2 \text{ mol L}^{-1}$.

- Em seguida, inclinar o tubo e deixar escorrer pela parede do tubo 5 gotas de H_2SO_4 concentrado tomando o cuidado para que as soluções não se misturem.
- Observar o anel marrom que se forma na interface das duas soluções devido a formação do complexo de ferronitrosilo, $\text{Fe}(\text{NO})^{2+}$.



Íons I^- e Br^- interferem na reação, pois nestas condições dão origem a formação de I_2 e Br_2 que produzem anéis semelhantes e mascaram o teste. Estes íons podem ser precipitados com uma solução de sulfato de prata. A seguir centrifuga-se e faz-se o teste para os íons NO_3^- no líquido sobrenadante. Também íons NO_2^- interferem neste teste e estes são mais difíceis de serem removidos. Na prática pode-se eliminar estes íons adicionando-se à solução contendo nitrito uma ponta de espátula de NH_4Cl ou $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ e aquecendo-se a solução.

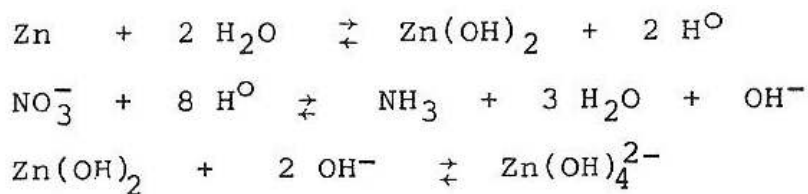


Um modo mais elegante para se remover íons NO_2^- em uma solução ácida é juntar alguns cristais de ácido sulfâmico e aquecer até que cesse o desprendimento de gás N_2 .

- Colocar 8 gotas da solução contendo íons NO_2^- em um tubo de ensaio, adicionar 2 gotas de H_2SO_4 6 mol L^{-1} e juntar alguns cristais de ácido sulfâmico à solução.
- Aquecer suavemente e agitar o tubo com cuidado para desprender as bolhas de gás.
- Adicionar mais cristais de ácido sulfâmico se for necessário, até eliminar todo íon NO_2^- .
- Separar com um conta-gotas 3 gotas desta solução para outro tubo e fazer o teste para verificar se não existe mais nitrito utilizando o procedimento com FeSO_4 que será descrito para as reações dos íons nitrito.

3.5.3 Reação com zinco metálico em meio alcalino

Pela ação de zinco metálico na presença de NaOH íons NO_3^- são reduzidos a NH_3 .

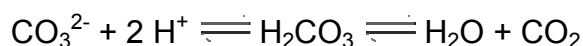


- Colocar 5 gotas de uma solução de NaNO_3 $0,2 \text{ mol L}^{-1}$ em um tubo de ensaio, adicionar 10 gotas de uma solução de NaOH 4 mol L^{-1} e uma pequena quantidade de zinco em pó.
- Aquecer com cuidado e colocar sobre a boca do tubo uma tira de papel de tornassol vermelho umedecida com água.
- O papel deverá passar de vermelho para azul devido a amônia formada.
- Deve-se evitar que a solução espirre e atinja o papel de tornassol que ficará azul, já que a solução é fortemente alcalina.

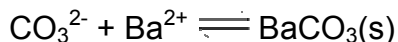
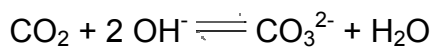
Sais de amônio interferem e por isso devem ser removidos antes da adição do zinco. Também os íons NO_2^- interferem e devem ser removidos antes do teste.

3.6 REAÇÕES PARA ÍONS CARBONATO (CO_3^{2-})

Quando sais contendo íons carbonato são tratados com ácidos observa-se o desprendimento de gás carbônico do mesmo. Isso ocorre porque íons carbonato associam-se com íons hidrogênio com formação de ácido carbônico que se decompõe com formação de gás carbônico. Os testes para íons carbonato aqui apresentados baseiam-se na identificação do gás liberado através desta reação com ácidos.



Este teste baseia-se na reação do gás carbônico formado com uma solução de hidróxido de bário, com formação de um precipitado branco de carbonato de bário.



O teste deve ser realizado num sistema fechado, como mostrado abaixo:

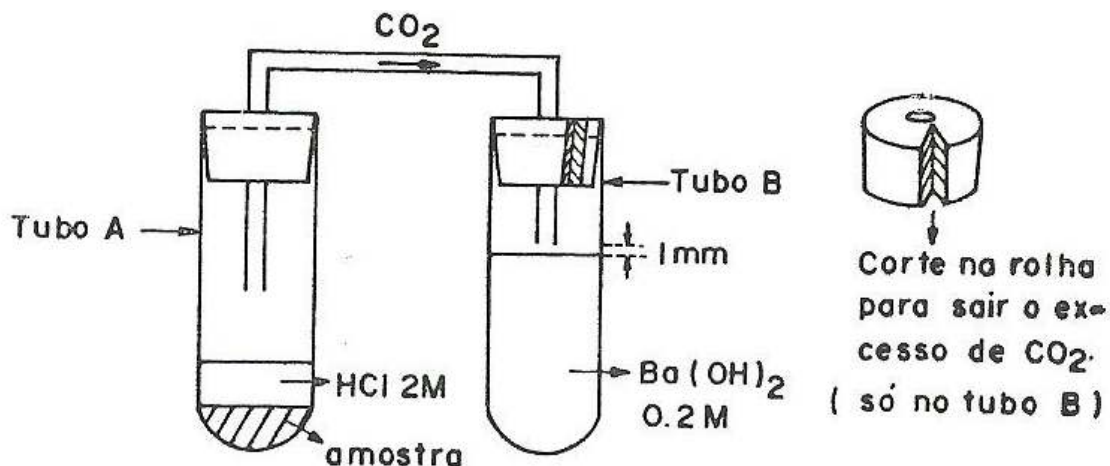
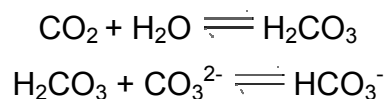


Figura 3: Esquema ilustrativa para teste de íon carbonato

- Colocar no tubo A 5 gotas de uma solução de Na₂CO₃ 0,2 mol L⁻¹, adicionar 6 gotas de HCl 2 mol L⁻¹ e fechar o tubo rapidamente.
- O CO₂ liberado será recebido no tubo B que deve conter uma solução de Ba(OH)₂ 0,2 mol L⁻¹.
- Deverá observar-se na superfície da solução de Ba(OH)₂ a formação de uma película branca de BaCO₃.
- Deve-se tomar cuidado para não agitar o tubo B.
- O tubo A só deve ser aquecido depois que o sistema estiver montado.

Um procedimento alternativo para identificação de CO₂ baseia-se na absorção do mesmo numa gota de solução de carbonato na presença do indicador fenolftaleína. Neste caso a medida que CO₂ for absorvido pela solução da gota a mesma irá passar de rósea para incolor.

Isto ocorre porque o CO₂ formado reage com o carbonato da solução com formação de bicarbonato.



Desta maneira ocorrerá um abaixamento do pH da solução até um valor tal que corresponde ao ponto de viragem do indicador. Neste ponto se observará o descoramento da solução.

Neste caso pode-se utilizar um único tubo de ensaio e uma barra de vidro de 3 mm de diâmetro inserido numa rolha com um dispositivo de segurança como mostrado na figura abaixo:

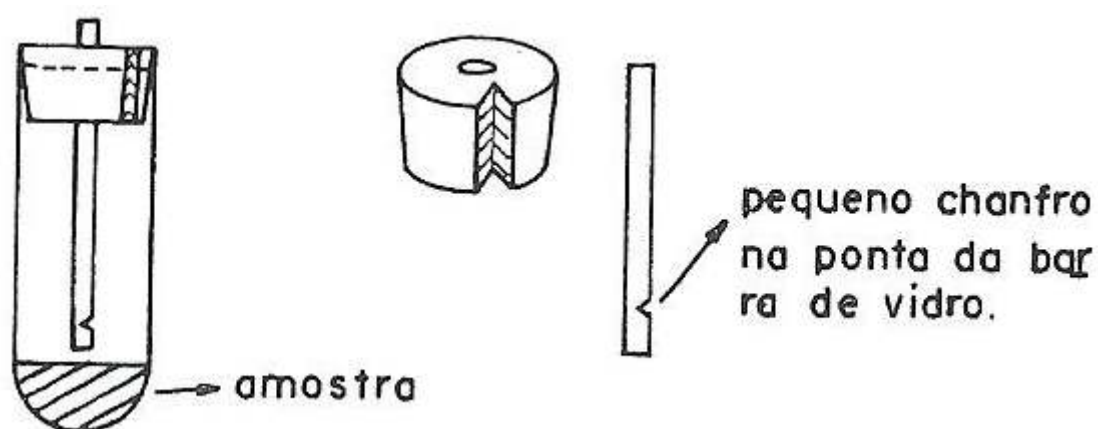


Figura 4: Esquema ilustrativo para teste alternativo de íons carbonato

A barra de vidro deve ser chanfrada na ponta por meio de uma lima. O chanfro serve para segurar a gota da solução de Na_2CO_3 contendo fenolftaleína.

- Colocar 5 gotas da solução a ser testada no tubo de ensaio.
- Mergulhar a ponta da barra em uma solução contendo 10 mL de uma solução $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ de Na_2CO_3 , 5 mL de uma solução alcoólica de fenolftaleína.
- Apenas uma gota desta solução avermelhada deve ficar na ponta chanfrada da barra.
- Em seguida, adicionar 5 gotas de $\text{HCl } 2 \text{ mol L}^{-1}$ à amostra no tubo de ensaio e rapidamente colocar a barra e a rolha no tubo tomando cuidado para não tocar a ponta da barra nas paredes do tubo e nem entrar em contato com a solução no fundo do tubo.