

REPUBLICA BOLIVARIANA DE VENEZUELA
UNIVERSIDAD DE LOS ANDES
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA

**MANUAL DE TRABAJO PARA EL
LABORATORIO
DE QUIMICA ANALITICA**

Mayo, 2014

Tabla de contenidos

REGLAMENTO DE LABORATORIOS DE LA ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA. 12

| | |
|--|----|
| DE LA HORA DE INICIO DE LA PRÁCTICA Y DE LA LLEGADA AL LABORATORIO | 12 |
| DE LAS NORMAS DE SEGURIDAD, INDUMENTARIA Y EQUIPOS | 12 |
| DE LA EVALUACIÓN Y REGISTRO DE LA PRÁCTICA | 12 |
| DE LA PÉRDIDA DE LA PRÁCTICA, RECUPERACIÓN..... | 13 |
| DE LA INSCRIPCIÓN Y RETIRO DE LOS LABORATORIOS | 13 |
| DEL MATERIAL DE LABORATORIO..... | 13 |

SOBRE LAS CIFRAS SIGNIFICATIVAS 14

PRÁCTICA 1: RECONOCIMIENTO DE MATERIAL DE LABORATORIO Y CÁLCULO DE ERRORES ALEATORIOS. DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD DEL AGUA 15

| | |
|---|-----------|
| INTRODUCCIÓN | 15 |
| RECONOCIMIENTO DE MATERIAL | 15 |
| CÁLCULO DE ERRORES ALEATORIOS | 18 |
| OBJETIVOS GENERALES | 25 |
| EQUIPOS, REACTIVOS Y MATERIAL DE LABORATORIO..... | 25 |
| EQUIPOS | 25 |
| REACTIVOS | 25 |
| MATERIAL DE LABORATORIO | 25 |
| METODOLOGÍA EXPERIMENTAL | 26 |
| PRIMERA PARTE: INFLUENCIA DE LA APRECIACIÓN DE LOS INSTRUMENTOS VOLUMÉTRICOS SOBRE LAS DETERMINACIONES ANALÍTICAS. MEDICIÓN DE LA DENSIDAD DEL AGUA | 26 |
| SEGUNDA PARTE: INFLUENCIA DE LA SENSIBILIDAD DE LA BALANZA SOBRE LAS DETERMINACIONES ANALÍTICAS. MEDICIÓN DE LA DENSIDAD DEL AGUA | 26 |
| TERCERA PARTE: USO DEL PICNÓMETRO. DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD DEL AGUA..... | 27 |
| MANEJO Y ANÁLISIS DE DATOS | 27 |
| PRIMERA PARTE: INFLUENCIA DE LA APRECIACIÓN DE LOS INSTRUMENTOS VOLUMÉTRICOS SOBRE LAS DETERMINACIONES ANALÍTICAS. MEDICIÓN DE LA DENSIDAD DEL AGUA | 27 |

| | |
|---|-----------|
| SEGUNDA PARTE: INFLUENCIA DE LA SENSIBILIDAD DE LA BALANZA SOBRE LAS DETERMINACIONES ANALÍTICAS. MEDICIÓN DE LA DENSIDAD DEL AGUA | 28 |
| TERCERA PARTE: USO DEL PICNÓMETRO. DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD DEL AGUA..... | 28 |
| INDICACIONES PARA LA ELABORACIÓN DEL INFORME | 29 |
| CONTENIDO TEÓRICO QUE DEBE ESTAR PRESENTE EN LA INTRODUCCIÓN Y SER USADO PARA LA DISCUSIÓN DE RESULTADOS | 29 |
| INFORMACIÓN A INCLUIR EN LA SECCIÓN DE MATERIALES Y MÉTODOS | 29 |
| PREGUNTAS A LAS QUE DEBE DAR RESPUESTA EN SU DISCUSIÓN DE RESULTADOS | 29 |
| REFERENCIAS..... | 30 |
| ANEXOS..... | 30 |
| TABLAS PARA LA ADQUISICIÓN DE DATOS | 31 |

PRÁCTICA 2: PREPARACIÓN DE SOLUCIONES: ÁCIDOS, BASES Y SALES.

ETAPAS DEL ANÁLISIS QUÍMICO **34**

| | |
|--|-----------|
| INTRODUCCIÓN | 34 |
| DISOLUCIÓN DE SOLUCIONES | 35 |
| GRADO DE LOS REACTIVOS QUÍMICOS | 36 |
| EL FENÓMENO DE LA DISOLUCIÓN DE SOLUTOS..... | 37 |
| OBJETIVOS GENERALES | 38 |
| EQUIPOS, REACTIVOS Y MATERIAL DE LABORATORIO..... | 39 |
| EQUIPOS | 39 |
| REACTIVOS | 39 |
| MATERIAL DE LABORATORIO | 39 |
| METODOLOGÍA EXPERIMENTAL | 39 |
| PRIMERA PARTE. PREPARACIÓN DE SOLUCIONES A PARTIR DE SOLUTOS LÍQUIDOS: ÁCIDO CLORHÍDRICO CONCENTRADO | 39 |
| SEGUNDA PARTE. PREPARACIÓN DE SOLUCIONES A PARTIR DE SOLUTOS SÓLIDOS: HIDRÓXIDO DE SODIO, CARBONATO DE SODIO, CLORURO DE SODIO | 40 |
| TERCERA PARTE. INFLUENCIA DEL FACTOR DE DILUCIÓN SOBRE LA EXACTITUD Y PRECISIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE SOLUCIONES PREPARADAS POR DILUCIÓN | 41 |
| MANEJO Y ANÁLISIS DE DATOS | 42 |
| PRIMERA PARTE. DETERMINACIÓN DE LOS ERRORES ALEATORIOS ASOCIADOS A LA NORMALIDAD DE LAS SOLUCIONES PREPARADAS A PARTIR DE SOLUTOS LÍQUIDOS | 42 |

SEGUNDA PARTE. DETERMINACIÓN DE LOS ERRORES ALEATORIOS ASOCIADOS A LA NORMALIDAD DE LAS SOLUCIONES PREPARADAS PARTIR DE SOLUTOS SÓLIDOS: HIDRÓXIDO DE SODIO, CARBONATO DE SODIO, CLORURO DE SODIO 43

TERCERA PARTE. INFLUENCIA DEL FACTOR DE DILUCIÓN SOBRE LA EXACTITUD Y PRECISIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE SOLUCIONES PREPARADAS POR DILUCIÓN 44

INDICACIONES PARA LA ELABORACIÓN DEL INFORME 44

CONTENIDO TEÓRICO QUE DEBE ESTAR PRESENTE EN LA INTRODUCCIÓN Y SER USADO PARA LA DISCUSIÓN DE RESULTADOS 44

INFORMACIÓN A INCLUIR EN LA SECCIÓN DE MATERIALES Y MÉTODOS 45

PREGUNTAS A LAS QUE DEBE DAR RESPUESTA EN SU DISCUSIÓN DE RESULTADOS 45

REFERENCIAS 45

ANEXOS..... 46

TABLAS PARA LA ADQUISICIÓN DE DATOS 47

PRÁCTICA 3: DISOLUCIÓN DE ESPECÍMENES METÁLICOS EN MEDIOS ÁCIDOS. 50

INTRODUCCIÓN 50

OBJETIVOS GENERALES 51

EQUIPOS, REACTIVOS Y MATERIAL DE LABORATORIO..... 51

EQUIPOS 51

REACTIVOS 51

SOLUCIONES 51

MATERIAL DE LABORATORIO 51

MUESTRAS A ANALIZAR 52

METODOLOGÍA EXPERIMENTAL 52

PRIMERA PARTE: DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD DE LOS ESPECÍMENES METÁLICOS POR EL MÉTODO DE LA PROBETA 52

SEGUNDA PARTE: DILUCIÓN DE LOS FRAGMENTOS DE FUSIBLE Y CADENA DE PLATA 52

TERCERA PARTE: DILUCIÓN DE LA MONEDA 53

MANEJO Y ANÁLISIS DE DATOS 53

PRIMERA PARTE: DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD DE LOS ESPECIMENES METÁLICOS POR EL MÉTODO DE LA PROBETA 53

SEGUNDA Y TERCERA PARTE: DILUCIÓN DE LOS FRAGMENTOS DE FUSIBLE Y CADENA DE PLATA, Y MONEDAS..... 54

| | |
|--|-----------|
| INDICACIONES PARA LA ELABORACIÓN DEL INFORME | 54 |
| CONTENIDO TEÓRICO QUE DEBE ESTAR PRESENTE EN LA INTRODUCCIÓN Y SER USADO PARA LA DISCUSIÓN DE RESULTADOS | 54 |
| INFORMACIÓN A INCLUIR EN LA SECCIÓN DE MATERIALES Y MÉTODOS | 55 |
| PREGUNTAS A LAS QUE DEBE DAR RESPUESTA EN SU DISCUSIÓN DE RESULTADOS | 55 |
| REFERENCIAS..... | 56 |
| ANEXOS..... | 56 |
| TABLAS PARA LA ADQUISICIÓN DE DATOS | 57 |

PRÁCTICA 4: VOLUMETRÍA DE NEUTRALIZACIÓN: ESTANDARIZACIÓN DE SOLUCIONES ÁCIDAS Y ALCALINAS. DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ÁCIDO ACÉTICO DEL VINAGRE COMERCIAL..... **60**

| | |
|--|-----------|
| INTRODUCCIÓN | 60 |
| OBJETIVOS GENERALES | 61 |
| EQUIPOS, REACTIVOS Y MATERIAL DE LABORATORIO..... | 61 |
| EQUIPOS | 61 |
| REACTIVOS | 61 |
| SOLUCIONES | 61 |
| MATERIAL DE LABORATORIO | 61 |
| MUESTRAS A ANALIZAR | 62 |
| METODOLOGÍA EXPERIMENTAL | 62 |
| PRIMERA PARTE: PREPARACIÓN DE SOLUCIONES DE ÁCIDO CLORHÍDRICO (HCL) E HIDRÓXIDO DE SODIO (NAOH) | 62 |
| SEGUNDA PARTE: VALORACIÓN DE UNA SOLUCIÓN DE HCL APROXIMADAMENTE 0.1N CON Na_2CO_3 , UTILIZANDO NARANJA DE METILO COMO INDICADOR..... | 62 |
| TERCERA PARTE: OBSERVACIÓN DE LOS 2 PUNTOS DE EQUIVALENCIA EN LA VALORACIÓN DE UNA SOLUCIÓN DE Na_2CO_3 CON HCL..... | 63 |
| CUARTA PARTE: VALORACIÓN DE UNA SOLUCIÓN DE NAOH APROXIMADAMENTE A 0.1N CON LA SOLUCIÓN DE HCL CUYA NORMALIDAD SE CONOCE EN EL PASO 1..... | 63 |
| QUINTA PARTE: DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE ÁCIDO ACÉTICO EN EL VINAGRE COMERCIAL POR VALORACIÓN CON LA SOLUCIÓN DE NAOH VALORADA EN EL PASO 3..... | 63 |
| MANEJO Y ANÁLISIS DE DATOS | 64 |

| | |
|---|-----------|
| PRIMERA PARTE: DETERMINACIÓN DE LOS ERRORES ALEATORIOS ASOCIADOS A LA NORMALIDAD DE LAS SOLUCIONES DE HIDRÓXIDO DE SODIO Y ÁCIDO CLORHÍDRICO PREPARADAS | 64 |
| SEGUNDA Y CUARTA PARTE: VALORACIÓN DE UNA SOLUCIÓN DE HCL Y DE UNA SOLUCIÓN DE NAOH APROXIMADAMENTE A 0.1N..... | 65 |
| TERCERA PARTE: OBSERVACIÓN DE LOS 2 PUNTOS DE EQUIVALENCIA EN LA VALORACIÓN DE UNA SOLUCIÓN DE Na ₂ CO ₃ CON HCL..... | 66 |
| QUINTA PARTE: DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE ÁCIDO ACÉTICO EN EL VINAGRE COMERCIAL POR VALORACIÓN CON LA SOLUCIÓN DE NAOH VALORADA EN EL PASO 3..... | 66 |
| INDICACIONES PARA LA ELABORACIÓN DEL INFORME | 67 |
| CONTENIDO TEÓRICO QUE DEBE ESTAR PRESENTE EN LA INTRODUCCIÓN Y SER USADO PARA LA DISCUSIÓN DE RESULTADOS | 67 |
| INFORMACIÓN A INCLUIR EN LA SECCIÓN DE MATERIALES Y MÉTODOS..... | 67 |
| PREGUNTAS A LAS QUE DEBE DAR RESPUESTA EN SU DISCUSIÓN DE RESULTADOS..... | 68 |
| REFERENCIAS..... | 68 |
| ANEXOS..... | 69 |
| TABLAS PARA LA ADQUISICIÓN DE DATOS | 70 |

PRÁCTICA 5: VOLUMETRÍA DE NEUTRALIZACIÓN: DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE NITRÓGENO Y PROTEÍNAS EN LÁCTEOS A TRAVÉS DEL MÉTODO KJELDAHL..... **73**

| | |
|---|-----------|
| INTRODUCCIÓN | 73 |
| OBJETIVOS GENERALES | 75 |
| EQUIPOS, REACTIVOS Y MATERIAL DE LABORATORIO..... | 75 |
| EQUIPOS | 75 |
| REACTIVOS | 75 |
| SOLUCIONES | 76 |
| MUESTRAS A ANALIZAR | 76 |
| METODOLOGÍA EXPERIMENTAL | 76 |
| PRIMERA PARTE: DIGESTIÓN DE LOS COMPUESTOS NITROGENADOS PRESENTES EN LA MUESTRA PROBLEMA | 76 |
| SEGUNDA PARTE: PREPARACIÓN DEL BLANCO PARA EL ANÁLISIS..... | 76 |
| TERCERA PARTE: DESTILACIÓN Y NEUTRALIZACIÓN DEL AMONIACO PRODUCIDO POR DIGESTIÓN DE LA MUESTRA PROBLEMA | 77 |

| | |
|---|-----------|
| CUARTA PARTE: TITULACIÓN DEL ÁCIDO SULFÚRICO RESIDUAL CON HIDRÓXIDO DE SODIO (NAOH) 0.025 N UTILIZANDO AZUL DE BROMOTIMOL COMO INDICADOR..... | 77 |
| MANEJO Y ANÁLISIS DE DATOS | 77 |
| PRIMERA PARTE: DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE NITRÓGENO Y PROTEÍNA EN LA MUESTRA PROBLEMA..... | 77 |
| INDICACIONES PARA LA ELABORACIÓN DEL INFORME | 79 |
| CONTENIDO TEÓRICO QUE DEBE ESTAR PRESENTE EN LA INTRODUCCIÓN Y SER USADO PARA LA DISCUSIÓN DE RESULTADOS | 79 |
| INFORMACIÓN A INCLUIR EN LA SECCIÓN DE MATERIALES Y MÉTODOS..... | 79 |
| PREGUNTAS A LAS QUE DEBE DAR RESPUESTA EN SU DISCUSIÓN DE RESULTADOS..... | 80 |
| REFERENCIAS..... | 80 |
| ANEXOS..... | 81 |
| TABLAS PARA LA ADQUISICIÓN DE DATOS | 82 |

PRÁCTICA 6: VOLUMETRÍA DE PRECIPITACIÓN: DETERMINACIÓN DE CLORUROS EN LA SAL COMESTIBLE POR EL MÉTODO DE MOHR **83**

| | |
|--|-----------|
| INTRODUCCIÓN | 83 |
| OBJETIVOS GENERALES | 84 |
| EQUIPOS, REACTIVOS Y MATERIAL DE LABORATORIO..... | 85 |
| REACTIVOS | 85 |
| SOLUCIONES | 85 |
| MUESTRA A ANALIZAR..... | 85 |
| METODOLOGÍA EXPERIMENTAL | 85 |
| PRIMERA PARTE: PREPARACIÓN DEL PATRÓN PRIMARIO DE CLORURO DE SODIO (NaCl)..... | 85 |
| SEGUNDA PARTE: ESTANDARIZACIÓN DE LA SOLUCIÓN TITULANTE DE NITRATO DE PLATA (AgNO ₃) CON EL PATRÓN PRIMARIO DE NaCl..... | 86 |
| TERCERA PARTE: PREPARACIÓN DE LA MUESTRA PROBLEMA (SAL DE USO CULINARIO)..... | 86 |
| CUARTA PARTE: DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE CLORUROS EN LA MUESTRA PROBLEMA | 86 |
| MANEJO Y ANÁLISIS DE DATOS | 87 |
| PRIMERA PARTE: PREPARACIÓN DEL PATRÓN PRIMARIO DE CLORURO DE SODIO (NaCl)..... | 87 |
| SEGUNDA PARTE: ESTANDARIZACIÓN DE LA SOLUCIÓN TITULANTE DE NITRATO DE PLATA (AgNO ₃) CON EL PATRÓN PRIMARIO DE NaCl..... | 87 |
| CUARTA PARTE: DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE CLORUROS EN LA MUESTRA PROBLEMA | 88 |

| | |
|--|-----------|
| INDICACIONES PARA LA ELABORACIÓN DEL INFORME | 89 |
| CONTENIDO TEÓRICO QUE DEBE ESTAR PRESENTE EN LA INTRODUCCIÓN Y SER USADO PARA LA DISCUSIÓN DE RESULTADOS | 89 |
| INFORMACIÓN A INCLUIR EN LA SECCIÓN DE MATERIALES Y MÉTODOS | 89 |
| PREGUNTAS A LAS QUE DEBE DAR RESPUESTA EN SU DISCUSIÓN DE RESULTADOS | 89 |
| REFERENCIAS..... | 90 |
| ANEXOS..... | 91 |
| TABLAS PARA LA ADQUISICIÓN DE DATOS | 92 |

PRÁCTICA 7: VOLUMETRÍA DE COMPLEJOMETRÍA: DETERMINACIÓN DE LA DUREZA DEL AGUA..... 95

| | |
|--|------------|
| OBJETIVOS GENERALES..... | 97 |
| EQUIPOS, REACTIVOS Y MATERIAL DE LABORATORIO..... | 97 |
| REACTIVOS | 97 |
| SOLUCIONES | 98 |
| MUESTRAS A ANALIZAR | 98 |
| METODOLOGÍA EXPERIMENTAL | 98 |
| PRIMERA PARTE: PREPARACIÓN DEL INDICADOR NEGRO DE ERIOCROMO | 98 |
| SEGUNDA PARTE: PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN AMORTIGUADORA..... | 98 |
| TERCERA PARTE: PREPARACIÓN DE UNA SOLUCIÓN DE EDTA 0,01 M..... | 99 |
| CUARTA PARTE: PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN ESTÁNDAR DE CARBONATO DE CALCIO..... | 99 |
| QUINTA PARTE: ESTANDARIZACIÓN DE LA SOLUCIÓN DE EDTA CON CARBONATO DE CALCIO. DETERMINACIÓN DEL TÍTULO DE LA SOLUCIÓN DE EDTA 0,01M..... | 99 |
| SEXTA PARTE: DETERMINACIÓN DE LA DUREZA EN MUESTRAS DE AGUA | 100 |
| MANEJO Y ANÁLISIS DE DATOS | 101 |
| PRIMERA PARTE: PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN ESTÁNDAR DE CARBONATO DE CALCIO..... | 101 |
| SEGUNDA PARTE: ESTANDARIZACIÓN DE LA SOLUCIÓN DE EDTA CON CARBONATO DE CALCIO. DETERMINACIÓN DEL TÍTULO DE LA SOLUCIÓN DE EDTA 0,01M..... | 101 |
| TERCERA PARTE: DETERMINACIÓN DE LA DUREZA EN MUESTRAS DE AGUA | 102 |
| INDICACIONES PARA LA ELABORACIÓN DEL INFORME | 103 |
| CONTENIDO TEÓRICO QUE DEBE ESTAR PRESENTE EN LA INTRODUCCIÓN Y SER USADO PARA LA DISCUSIÓN DE RESULTADOS | 103 |
| INFORMACIÓN A INCLUIR EN LA SECCIÓN DE MATERIALES Y MÉTODOS | 103 |

| | |
|---|------------|
| PREGUNTAS A LAS QUE DEBE DAR RESPUESTA EN SU DISCUSIÓN DE RESULTADOS..... | 104 |
| REFERENCIAS..... | 104 |
| ANEXOS..... | 105 |
| TABLAS PARA LA ADQUISICIÓN DE DATOS | 106 |

**PRÁCTICA 8: VOLUMETRÍA DE OXIDO-REDUCCIÓN: DETERMINACIÓN DE LA
CONCENTRACIÓN DE PERÓXIDO DE HIDROGENO EN AGUA OXIGENADA
COMERCIAL** **109**

| | |
|--|------------|
| INTRODUCCIÓN..... | 109 |
| YODOMETRIA. | 110 |
| OBJETIVOS GENERALES..... | 111 |
| EQUIPOS, REACTIVOS Y MATERIAL DE LABORATORIO..... | 111 |
| REACTIVOS..... | 111 |
| SOLUCIONES..... | 112 |
| MUESTRAS A ANALIZAR..... | 112 |
| METODOLOGÍA EXPERIMENTAL | 112 |
| PRIMERA PARTE: PREPARACIÓN DE UNA SOLUCIÓN 0.1N DE KMNO₄..... | 112 |
| SEGUNDA PARTE: ESTANDARIZACIÓN DE LA SOLUCIÓN DE KMNO ₄ CON NA ₂ C ₂ O ₄ | 112 |
| TERCERA PARTE: DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE PERÓXIDO DE HIDRÓGENO (H ₂ O ₂) EN EL AGUA OXIGENADA COMERCIAL. | 113 |
| CUARTA PARTE: VALORACIÓN DE UNA SOLUCIÓN DE KMNO₄ CON TIOSULFATO DE SODIO (VALORACIÓN POR RETROCESO)..... | 113 |
| MANEJO Y ANÁLISIS DE DATOS | 113 |
| PRIMERA PARTE: VALORACIÓN DE LA SOLUCIÓN DE KMNO ₄ CON NA ₂ C ₂ O ₄ | 113 |
| SEGUNDA PARTE: DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE PERÓXIDO DE HIDRÓGENO (H ₂ O ₂) EN EL AGUA OXIGENADA COMERCIAL. | 114 |
| TERCERA PARTE: VALORACIÓN DE UNA SOLUCIÓN DE KMNO ₄ CON TIOSULFATO DE SODIO. | 115 |
| INDICACIONES PARA LA ELABORACIÓN DEL INFORME | 116 |
| CONTENIDO TEÓRICO QUE DEBE ESTAR PRESENTE EN LA INTRODUCCIÓN Y SER USADO PARA LA DISCUSIÓN DE RESULTADOS | 116 |
| INFORMACIÓN A INCLUIR EN LA SECCIÓN DE MATERIALES Y MÉTODOS..... | 116 |
| PREGUNTAS A LAS QUE DEBE DAR RESPUESTA EN SU DISCUSIÓN DE RESULTADOS..... | 117 |
| REFERENCIAS..... | 118 |

| | |
|--|-----|
| ANEXOS..... | 118 |
| TABLAS PARA LA ADQUISICIÓN DE DATOS..... | 119 |

PRÁCTICA 9: MARCHA ANALÍTICA DE CATIONES: GRUPOS I Y III..... 123

| | |
|--|-----|
| INTRODUCCIÓN | 123 |
| OBJETIVOS GENERALES | 124 |
| EQUIPOS, REACTIVOS Y MATERIAL DE LABORATORIO..... | 125 |
| EQUIPOS | 125 |
| REACTIVOS..... | 125 |
| SOLUCIONES | 125 |
| MATERIAL DE LABORATORIO | 126 |
| METODOLOGÍA EXPERIMENTAL | 126 |
| ANÁLISIS DEL GRUPO I DE CATIONES: Ag^+ (PLATA); Hg_2^{+2} (MERCURIOSO); Pb^{+2} (PLOMO). 126 | |
| ANÁLISIS DEL GRUPO III DE CATIONES: Fe^{+++} (HIERRO); Ni^{+2} (NÍQUEL); Co^{+2} (COBALTO); | |
| Mn^{+2} (MANGANESO); Cr^{+2} (CROMO); | 128 |
| ANÁLISIS DEL SUBGRUPO III-A | 130 |
| MANEJO Y ANÁLISIS DE DATOS | 131 |
| INDICACIONES PARA LA ELABORACIÓN DEL INFORME | 131 |
| CONTENIDO TEÓRICO QUE DEBE ESTAR PRESENTE EN LA INTRODUCCIÓN Y SER USADO PARA LA | |
| DISCUSIÓN DE RESULTADOS | 131 |
| INFORMACIÓN A INCLUIR EN LA SECCIÓN DE MATERIALES Y MÉTODOS..... | 132 |
| PREGUNTAS A LAS QUE DEBE DAR RESPUESTA EN SU DISCUSIÓN DE RESULTADOS..... | 133 |
| REFERENCIAS | 134 |
| ANEXOS | 134 |

PRÁCTICA 10. ANÁLISIS GRAVIMÉTRICO. PRECIPITACIÓN DE NI CON DIMETILGLIOXIMA. 135

| | |
|---|-----|
| INTRODUCCIÓN | 135 |
| OBJETIVOS GENERALES..... | 136 |
| EQUIPOS, REACTIVOS Y MATERIAL DE LABORATORIO..... | 136 |
| SOLUCIONES | 136 |
| MATERIAL DE LABORATORIO | 136 |

| | |
|---|-------------------|
| METODOLOGÍA EXPERIMENTAL | 136 |
| MANEJO Y ANÁLISIS DE DATOS | 137 |
| INDICACIONES PARA LA ELABORACIÓN DEL INFORME | 138 |
| CONTENIDO TEÓRICO QUE DEBE ESTAR PRESENTE EN LA INTRODUCCIÓN Y SER USADO PARA LA DISCUSIÓN DE RESULTADOS | 138 |
| INFORMACIÓN A INCLUIR EN LA SECCIÓN DE MATERIALES Y MÉTODOS..... | 138 |
| PREGUNTAS A LAS QUE DEBE DAR RESPUESTA EN SU DISCUSIÓN DE RESULTADOS..... | 138 |
| REFERENCIAS..... | 139 |
| ANEXOS..... | 139 |
| TABLA PARA LA ADQUISICIÓN DE DATOS | 140 |
| <u>BIBLIOGRAFÍA GENERAL</u> | <u>141</u> |

Reglamento de Laboratorios de la Escuela de Ingeniería Química

De la hora de inicio de la práctica y de la llegada al laboratorio

El técnico deberá tener abierto el laboratorio 5 minutos antes de la hora de inicio.

Los alumnos deben **llegar puntualmente** a La hora de inicio según el horario.

Los alumnos deben esperar al profesor dentro del laboratorio con la bata puesta y en los sitios de trabajo.

La llegada del estudiante a una hora posterior a la culminación del Quiz, ocasiona la pérdida del mismo.

La llegada del estudiante a una hora posterior al inicio del montaje experimental o al inicio del trabajo práctico, ocasionará la **pérdida de la práctica**.

De las normas de seguridad, indumentaria y equipos

Para el trabajo en el laboratorio los alumnos deberán llevar tapabocas, guantes, lentes de seguridad y **bata** de laboratorio, recogerse el cabello, usar pantalones de tela gruesa y **zapatos cerrados de tacón bajo**, preferiblemente con suela de goma.

La primera práctica estará dedicada a la presentación de las normas de seguridad, la programación, el plan de evaluación y el reglamento del laboratorio. Se realizará durante la primera semana de clase.

Los alumnos deben llevar una carpeta con las fichas de seguridad de los reactivos utilizados en la práctica.

De la evaluación y registro de la práctica

Cada práctica será evaluada con **un quiz** a la entrada o durante la práctica.

El quiz tendrá una duración máxima de 30 min.

El quiz debe evaluar aspectos teóricos de la práctica, del procedimiento experimental, de los cálculos a realizar y de las normas de seguridad de los reactivos a manejar.

Se debe realizar por cada práctica, **un informe técnico** cuya entrega y formato se rigen por el reglamento de informes vigente, o a su defecto, según criterio del profesor.

Se harán evaluaciones parciales o finales durante el semestre.

De la pérdida de la práctica, recuperación

Solamente **una (1) práctica perdida podrá ser recuperada previa justificación** de acuerdo al reglamento de los aprendizajes de la carrera de la facultad de Ingeniería, al final del semestre el día que sea fijado para ello de mutuo acuerdo con el profesor y el técnico del laboratorio.

De la inscripción y retiro de los laboratorios

Para los laboratorios cursados en paralelo con la materia correspondiente, deben ser inscritos y cursados al mismo tiempo con la materia o en su defecto haberla ya aprobado. El costo del laboratorio debe ser cancelado en caja. El recibo de pago debe ser presentado al técnico del laboratorio antes de la segunda semana y llevado a la dirección de la escuela y/o departamento, para ser sellado.

En caso de segunda inscripción o sucesivas, al mismo laboratorio, el estudiante deberá pagar un arancel de media ($\frac{1}{2}$) unidad tributaria para la segunda inscripción, y un arancel de una y media (1,5) unidad tributaria para inscripciones sucesivas.

Del material de laboratorio

Al iniciarse la práctica cada equipo debe revisar su material de laboratorio (gaveta) para verificar que esté completo y en buen estado. En caso contrario, notifique al técnico.

Al final de la práctica, todo el material debe ser lavado, el mesón limpiado y el técnico debe verificar que el material esté completo y en buen estado en presencia de los alumnos antes de que los mismos se retiren del laboratorio.

En caso de que algún **material se dañe o rompa** durante la práctica, **los alumnos deberán reponerlo** a la brevedad posible.

Sobre las cifras significativas

Nunca debe pasar por alto este tópico, que ha sido tocado en previas oportunidades, en los cursos de Química 11, Laboratorio de Química General y Laboratorio de Física.

Por favor revise la literatura disponible, y consulte acerca de cualquier duda al respecto a su profesor con anticipación, antes de la realización de la primera práctica.

Práctica 1: Reconocimiento de Material de Laboratorio y Cálculo de errores aleatorios. Determinación de la densidad del agua

Introducción

Reconocimiento de Material

Dentro del laboratorio de Química Analítica se emplea una gran variedad de instrumentos para la realización de las experiencias los cuales deben ser manipulados correctamente para garantizar la obtención de resultados fiables. Dentro del material volumétrico más utilizado se encuentran: la bureta, la pipeta, el matraz volumétrico, el cilindro graduado, el vaso de precipitado y el erlenmeyer.

1. Buretas: como se muestra en la figura 1, una bureta es un tubo de vidrio alargado que se encuentra graduado en toda su longitud, el cual posee una llave en su extremo inferior que permite dosificar de manera exacta la solución contenida en ella. Por su función, las buretas se encuentran grabadas en su superficie como “**TD 20°C**”, lo que significa que se utiliza *para transferir* o *para verter a 20°C*. Son usadas comúnmente en procesos de titulación donde la solución patrón empleada durante el análisis se va vertiendo poco a poco a la muestra de analito hasta encontrar el punto de equivalencia.

Estos instrumentos para medir volúmenes exactos deben estar completamente limpios y secos para su utilización y deben previamente curarse con un poco de la solución que contendrán posteriormente.

2. Pipetas: las pipetas, al igual que las buretas, son instrumentos destinados a la medición de volúmenes exactos de líquido y se usan para transferir un volumen de un recipiente a otro. Existen dos tipos principales de pipetas: las **pipetas volumétricas** y las **pipetas graduadas** (Ver figura 2). Las pipetas volumétricas se usan para mediciones exactas y se caracterizan por poseer un abultamiento en el centro y un solo aforo en la parte superior del instrumento. Permiten medir un volumen único correspondiente a la graduación de la misma con una exactitud de hasta cuatro cifras significativas. Por el contrario, las pipetas graduadas, como su nombre lo indica, se caracterizan por estar

graduadas en toda su longitud y, a diferencia de las pipetas volumétricas, son de canal recto sin el abultamiento en el centro. Esto hace que sean menos exactas pues la falta de uniformidad en el diámetro tiene un efecto mayor sobre el volumen. Son pipetas que, además de medir el máximo volumen para el que están diseñadas, pueden medir volúmenes menores en función de las divisiones del mismo, con una exactitud de hasta tres cifras significativas.

Cuando se emplea una pipeta, ya sea volumétrica o graduada, se llena la misma con la sustancia que se desea transferir, succionando la muestra con una propipeta, se seca la punta después del llenado y se deja caer el líquido por gravedad manteniendo la pipeta en forma vertical con la punta tocando un lado del recipiente. La pipeta esta calibrada para verter volúmenes fijos, la última gota de líquido que no cae de la pipeta no debe soplarse (Christian, 2009).

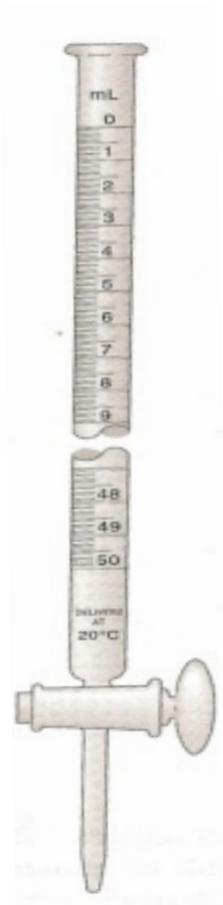


Figura 1: Bureta

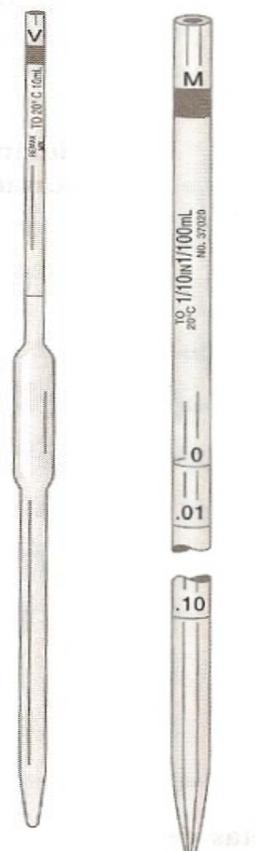


Figura 2: a la izda. Pipeta volumétrica, a la derecha. Pipeta graduada.

3- Matrazes Volumétricos (aforados): un matraz volumétrico es un recipiente en forma de un balón de fondo plano y de cuello alargado que está diseñado para contener un volumen exacto de solución a una temperatura especificada cuando la base del menisco de la misma toca la marca de aforo del cuello del matraz (Ver figura 3). Los matraces están marcadas con las siglas “**TC 20°C**” que significa **para contener** a 20°C (Harris, 2001). Su principal aplicación es preparar disoluciones de concentración conocida.

Cuando se usa un matraz volumétrico se agrega el reactivo y una parte de diluyente hasta llenar alrededor de dos tercios del matraz, se agita suavemente y se completa con diluyente hasta llegar a la marca del aforo. Finalmente se mezcla sosteniendo con el dedo pulgar la tapa del matraz, invirtiendo el mismo y agitando vigorosamente durante unos segundos. Se coloca nuevamente boca arriba y se deja en reposo hasta que drene toda la solución. Se repite el proceso al menos 10 veces.

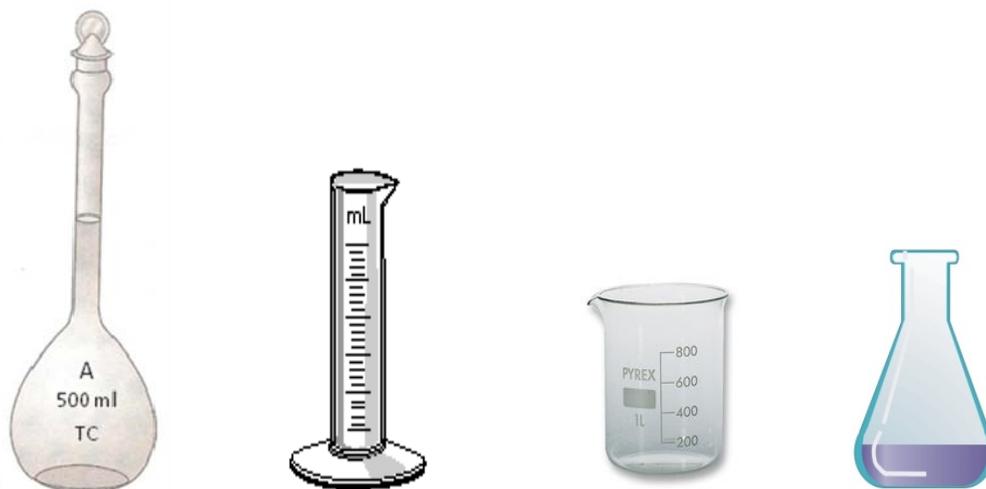


Figura 3: Matraz volumétrico. Figura 4: Cilindro graduado. Figura 5: Vaso de precipitado. Figura 6: Erlenmeyer.

4. Cilindros Graduados: son recipientes cilíndricos, de forma alargada que se encuentran graduados en toda su longitud (Ver figura 4) destinados a la medición de volúmenes aproximados ya que la superficie de libre de líquido en un cilindro es grande.

Todos los instrumentos utilizados para medir volúmenes de reactivos o soluciones deben utilizarse siempre a la misma temperatura ya que tanto el líquido como el vidrio se dilatan cuando se calientan.

5. Vasos de precipitado y Erlenmeyers: ni los vasos de precipitado, ni los erlenmeyers son instrumentos adecuados para la medición de volúmenes exactos ya que la superficie libre de líquido es demasiado grande. Los vasos de precipitado (figura 5) son recipientes cilíndricos con un pico en uno de sus extremos que permite fácilmente verter el líquido que lo contiene, por lo que comúnmente se emplea para trasvasar, para formar precipitados y para recoger filtrados. Por otro lado, los erlenmeyers (figura 6) son recipientes cónicos generalmente empleados en los procesos de valoración.

Todo material de vidrio posee una clasificación adicional que permite identificar la calidad del mismo. El material de vidrio usado en el laboratorio puede ser **clase A**, **clase B** o no tener clasificación. Los materiales clase A son recipientes muy precisos fabricados con una gran tolerancia de acuerdo a lo establecido en las normas ASTM E694. Son utilizados para trabajos profesionales donde se requiere gran precisión. Por el contrario, los materiales clasificados como tipo B poseen el doble de tolerancia que los de clase A como puede observarse en la tabla N° 1.

Cálculo de Errores Aleatorios

Cuando se realiza un procedimiento de laboratorio, ya sea la simple preparación de una solución o el análisis gravimétrico de un analito, se presentan variaciones en las cantidades medidas de volumen o de masa debido a la incertidumbre de los instrumentos usados y a la variabilidad intrínseca de las acciones humanas.

Por lo que cada acción requiere de un instrumento adecuado para llevarla a cabo, se tienen distintos tipos de instrumentos. Por ejemplo, para el manejo de líquidos se tienen instrumentos volumétricos para verter o TD (del inglés, *to deliver*), o para contener TC (del inglés, *to contain*). Estas denominaciones suelen aparecer escritas sobre el material como "TD20°C" que significa que el volumen correspondiente a la graduación del instrumento

fue obtenido por calibración con una disolución a 20 °C. Así, en el caso de realizar una medición a una temperatura distinta se tendrán errores asociados a la expansión/contracción del vidrio y/o del líquido en estudio (Harris, 2001).

Como es bien sabido, cada instrumento de medición (de volumen, masa o cualquier otra propiedad físico-química) posee *una resolución o apreciación* definida; es decir una mínima división de la escala de medición. Por ejemplo, una pipeta graduada puede tener como mínima división una cantidad equivalente a 0.1mL, ésta es su resolución, apreciación o incertidumbre absoluta, por lo que la mínima cantidad que podemos medir con ella, con precisión, es de 0.1 mL. Esta variable también suele denominarse como sensibilidad del instrumento, y es aplicable a la operación de las balanzas, puesto que representa el incremento más pequeño de masa que se puede medir.

No debe confundirse la apreciación con la tolerancia de un instrumento. La tolerancia describe la máxima desviación permitida por el instrumento en la medición de la cantidad. Por ejemplo, para las buretas graduadas de capacidad igual a 50 mL se tiene que el grosor de las líneas indicativas de la escala es equivalente a 0.02 mL, por tanto si al hacer la medida de 10 mL se cuida que la base del menisco del líquido, esté en el borde superior de la línea divisoria correspondiente, se tendrá que la lectura es de 10.02 mL y no de 10.00mL como se esperaba (Harris, 2001) Así, si un conjunto de personas miden 10 mL en una bureta de 50 mL, al variar la posición del menisco en relación a la línea de la escala, están introduciendo una variabilidad en el volumen medido, por lo que no puede decirse con exactitud que el volumen es 10 mL, puesto que podría ser cualquier valor entre 9.98 mL y 10.02 mL. Esta incertidumbre en la medida del volumen, es denominada *incertidumbre absoluta* y es considerada como una fuente de errores experimentales. Estos errores en la lectura de las escalas pueden aplicarse a todos los instrumentos de igual forma, incluyendo las balanzas.

En el caso particular de instrumentos electrónicos o eléctricos, deben además considerarse los efectos que la variación en la calidad del suministro eléctrico puede causar sobre la operación de transferencia de información entre el sensor y el transmisor. La tabla 1 registra la tolerancia de una serie de instrumentos volumétricos de uso común en el laboratorio.

Tabla 1 Tolerancia en \pm mL para instrumentos volumétricos de vidrio para laboratorios Clase A según Normas ASTM (American Society for Testing and Materials) (Clase B: dos veces la de Clase A. El número asociado a cada instrumento indica la norma ASTM que regula sus características) (Harris, 2001)

| Capacidad (mL) | Pipetas de transferencia (E969) | Matraces y tubos para centrifugas volumétricos (E237) | Pipetas de medida (E1293) | Matraces volumétricos | Buretas (E287) | Cilindros graduados (E1272) |
|----------------|---------------------------------|---|---------------------------|-----------------------|----------------|-----------------------------|
| 0.5 | 0.006 | | | | | |
| 1 | 0.006 | 0.01 | 0.01 | 0.02 | | |
| 2 | 0.006 | 0.015 | 0.01 | 0.02 | | |
| 3 | 0.01 | 0.015 | | | | |
| 4 | 0.01 | 0.02 | | | | |
| 5 | 0.01 | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0.01 | 0.05 |
| 6 | 0.01 | | | | | |
| 7 | 0.01 | | | | | |
| 8 | 0.02 | | | | | |
| 9 | 0.02 | | | | | |
| 10 | 0.02 | 0.02 | 0.03 | 0.02 | 0.02 | 0.1 |
| 15 | 0.03 | | | | | |
| 20 | 0.03 | | | | | |
| 25 | 0.03 | 0.03 | 0.05 | 0.03 | 0.03 | 0.17 |
| 30 | 0.03 | | | | | |
| 40 | 0.05 | | | | | |
| 50 | 0.05 | | | 0.05 | 0.05 | 0.25 |
| 100 | 0.08 | | | 0.08 | 0.1 | 0.5 |
| 200 | | | | 0.1 | | |
| 250 | | | | 0.12 | | 1 |
| 500 | | | | 0.2 | | 2 |
| 1000 | | | | 0.30 | | |
| 2000 | | | | 0.5 | | 6 |

En resumen, todas las observaciones experimentales se realizan con errores, aún cuando se realicen en las mismas condiciones y/o usando el mismo procedimiento, debido a la incertidumbre absoluta de los instrumentos de medición.

Los errores experimentales son responsables de variación en la precisión y en la exactitud de los resultados experimentales. La precisión y exactitud con que se determina una variable se refieren a cualidades distintas de su valor. Se dice que una variable fue determinada con exactitud, si su valor dista muy poco del valor verdadero o esperado. En cambio, se dice que una variable fue determinada con precisión, si su valor es altamente reproducible; es decir en una serie de medidas hay muy poca variación entre los valores determinados para la variable.

La exactitud se mide usando el error absoluto o discrepancia porcentual respecto al valor verdadero, de acuerdo a la ecuación 1.

Error : $E = \text{Observado} - \text{Verdadero}$

$$\text{Error Relativo : } ER = \frac{E}{\text{Verdadero}} \times 100 = \text{Discrepancia Porcentual}$$

Ecuación 1

La precisión en cambio, se mide con la desviación estándar o dispersión de los resultados experimentales alrededor de su valor promedio, tal como se muestra en la ecuación 2.

$$s^2 = \frac{\sum_{i=1}^{n < 30} (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}$$

Ecuación 2

Por ejemplo, digamos que se determina la masa de un paquete comercial de azúcar de 1 Kg. Un grupo de laboratoristas realiza tres medidas y obtiene los siguientes valores: 1001g, 1000g y 999g. En este caso se dice que la masa promedio es de 1000g, por lo que no hay discrepancia respecto al valor esperado de 1000g. La medida es exacta, pero hay una variación en la medida que se corresponde con una desviación estándar de 1 g. Imagine ahora que otro grupo de laboratoristas obtiene las siguientes medidas: 1005g, 998g y 1010g. En este caso la masa promedio determinada experimentalmente es de 1004.3g, sólo se tiene un error del 0.4% respecto al valor esperado; pero la desviación

estándar es superior a 6g. Puede decirse así que el último grupo de laboratoristas determinó con menor precisión la masa del paquete comercial de azúcar.

Los errores experimentales pueden ser clasificados en determinados o sistemáticos, si las causas se pueden identificar claramente y su efecto puede corregirse; y en errores indeterminados o aleatorios, si sus fuentes no pueden ser determinadas ni controladas. A esta clasificación se le añaden los errores gruesos o accidentales, que al ser errores “fatales” conducen al descarte de las observaciones experimentales, y al reinicio de estas en nuevas condiciones o con nuevos materiales y/o equipos.

De una manera más precisa, los errores se clasifican en:

Errores Gruesos o Accidentales: implican la generación de una observación completamente desviada del valor esperado para la muestra, y por tanto requieren de la eliminación de la observación del conjunto, y la nueva realización del análisis a partir de una nueva alícuota de la muestra o una muestra nueva. Son causados por errores personales en la preparación de soluciones, contaminación de las muestras, lectura de propiedades, etc.; o errores instrumentales como los que ocurren por fallas de equipos. Por ejemplo, se habla de un error grueso si al querer preparar 100 mL de una solución 0.1 M de NaCl, se pesaron y diluyeron menos o más de 0.585 gramos de la sal. Para corregir el error es necesario desechar la solución y preparar una nueva.

Errores Sistemáticos: se caracterizan por introducir desviaciones en una misma dirección para las observaciones de una serie con respecto al valor esperado para la muestra. Son positivos si registran un valor mayor al esperado, o negativos en caso contrario. Son generalmente causados por calibración errónea de los instrumentos, o errores en diluciones a partir de soluciones concentradas. **Estos errores afectan la exactitud**, y por tanto pueden medirse a través de la discrepancia respecto al valor verdadero o esperado. Debido a esto, pueden reconocerse y reducirse parcial o completamente. Por ejemplo, imagine que ud. quiere pesar un reactivo que es altamente higroscópico como el hidróxido de sodio, por lo que para evitar el contacto con la humedad del aire, Ud. quiere usar un recipiente contenedor seco. Al iniciar la pesada, Ud. toma el recipiente seco y

limpio y lo pesa, obteniendo un peso equivalente a 22 gramos. Luego tara la balanza para llevarla a la posición del cero. Posteriormente, Ud. introduce cuidadosamente una porción del reactivo en el contenedor y lo pesa de nuevo. El peso reportado es del reactivo en cuestión, puesto que se ha movido la referencia de la balanza para obviar el peso del recipiente. Si para las siguientes pesadas, el laboratorista no se cuida de tarar de nuevo, en ausencia de recipiente, tendrá pesos erróneos. Todos los pesos serán 22 gramos más pequeños que el peso real. Por ser un error sistemático, se puede corregir sumando a todos los valores la cantidad fija de 22 gramos.

Errores Aleatorios: se caracterizan por introducir desviaciones sin ninguna dirección preferencial para las observaciones de una serie con respecto al valor esperado para la muestra. Pueden ser negativos y positivos con aleatoriedad. Proviene de la imposibilidad humana de efectuar dos acciones exactamente iguales, de la incertidumbre en la lectura de escalas, de la variabilidad en la respuesta de equipos electrónicos y/o eléctricos debido a fallas en el suministro de energía; de la influencia de la temperatura del laboratorio o de corrientes de aire, etc. **Estos errores afectan la precisión**, y por tanto pueden cuantificarse a través de la desviación estándar de una serie de medidas de la misma variable. No pueden eliminarse, sólo reducirse mediante una práctica cuidadosa de los procedimientos.

Para expresar de manera correcta los resultados de un trabajo experimental, es necesario indicar la incertidumbre asociada a cada uno de ellos. Para esto se hace uso de las leyes de propagación de errores aleatorios. Ud. debe recordar que estas leyes fueron estudiadas durante su curso de Laboratorio de Física.

Las ecuaciones 3-6 (Kellner y col., 1998) describen algunas de las leyes de propagación de errores aleatorios más usadas durante el trabajo de laboratorio. Son aplicables **UNICAMENTE** a aquellas variables x que se calculan en base a los valores experimentalmente determinados de otras, como p , q y r . Las variables a , b , y c se refieren a constantes, que no tienen una incertidumbre asociada.

$$x = ap + bq + cr + \dots \quad s_x^2 = (as_p)^2 + (bs_q)^2 + (cs_r)^2 + \dots$$

Ecuación 3

$$x = \frac{ap}{bqr} \quad \left(\frac{s_x}{x}\right)^2 = \left(\frac{s_p}{p}\right)^2 + \left(\frac{s_q}{q}\right)^2 + \left(\frac{s_r}{r}\right)^2$$

Ecuación 4

$$x = a \log_{10} p \quad s_x = 0.434a \frac{s_p}{p}$$

Ecuación 5

$$p = 10^x \quad \frac{s_x}{x} = 2.303s_p$$

Ecuación 6

Por ejemplo, en la ecuación 4, imaginemos que x se corresponde con la densidad del agua determinada experimentalmente. En este caso se sabe que la masa de la muestra de agua estudiada fue de $1.0g \pm 0.1g$ y que el volumen medido fue de $1.00mL \pm 0.01mL$. La densidad de la muestra de agua es 1.0 g/mL pero el error aleatorio es de 0.10499 g/mL

Para estudiar la influencia de la tolerancia de los instrumentos sobre las determinaciones experimentales se aplicarán diferentes técnicas para evaluar la densidad del agua, entre una de ellas se aplicará el método del picnómetro. El picnómetro es un instrumento sencillo constituido por un recipiente de vidrio de volumen exactamente conocido el cual permite una medición muy precisa de la densidad de un líquido. El método consiste en llenar dicho recipiente en su totalidad con el líquido al cual se le desea determinar la densidad. Una vez lleno se tapa con su respectivo tapón de vidrio el cual está provisto de un conducto central muy fino que se llenará con el líquido objeto de estudio. La parte superior de éste tapón está abierta y posee una inclinación de 45° lo que permite que el exceso de líquido salga del instrumento y resbale hacia las paredes del mismo. Esto hace que se disponga de un volumen exacto e igual al reportado en el recipiente. Una vez secado el instrumento se pesa el mismo para determinar la masa de líquido correspondiente al volumen contenido. Con estos datos es posible entonces determinar la densidad del líquido de interés.

Objetivos Generales

- Conocer la función y la forma correcta de manejo de los instrumentos, equipos y material de laboratorio de uso común.
- Comprender los conceptos de apreciación y tolerancia de instrumentos de medición
- Conocer la clasificación de los materiales de vidrio de uso común en el laboratorio
- Identificar las fuentes de errores experimentales y su clasificación
- Usar las leyes de propagación de errores aleatorios para determinar la influencia de la tolerancia de los instrumentos usados sobre la precisión y exactitud de las variables experimentales
- Conocer la técnica correcta para la medición de la densidad de líquidos

Equipos, Reactivos y Material de Laboratorio

Equipos

Balanza Analítica de precisión 0.0001g

Balanza Analítica de precisión 0.01g

Picnómetro

Reactivos

Agua destilada

Material de Laboratorio

Vasos de Precipitado

Cilindro Graduado

Pipetas volumétricas

Metodología Experimental

Observación: Antes de iniciar su trabajo experimental debe verificar cuidadosamente que todo su material de vidrio está limpio y seco. De lo contrario, proceda a lavarlo con agua y jabón, curarlo con agua destilada y secarlo en la estufa.

Primera parte: Influencia de la apreciación de los instrumentos volumétricos sobre las determinaciones analíticas. Medición de la densidad del agua

Tome un cilindro graduado o probeta, limpio y seco, con capacidad de 50mL, y determine su peso **usando una balanza analítica con precisión de 0.01g**. Tare la balanza. Usando el cilindro, mida 10mL de agua de agua destilada. Determine ahora la masa de este volumen de agua. Usando un termómetro con precisión 0.1°C, determine la temperatura del agua. No olvide registrar en su tabla de datos, esta temperatura y la capacidad y apreciación de todos los instrumentos volumétricos usados. No olvide tomar nota del fabricante, modelo y apreciación de la balanza analítica usada.

Repita la experiencia usando un vaso de precipitado de 250 mL y una pipeta volumétrica de 10 mL para medir el volumen de agua.

Segunda Parte: Influencia de la sensibilidad de la balanza sobre las determinaciones analíticas. Medición de la densidad del agua

Usando la pipeta volumétrica con capacidad de 1mL, mida 1mL de agua destilada. Pese este volumen de agua (usando un vaso de precipitado para contener el volumen de líquido) **en una balanza analítica de precisión 0.0001g**. No olvide registrar en su tabla de datos, la capacidad y apreciación de todos los instrumentos volumétricos usados. No olvide tomar nota del fabricante, modelo y apreciación de la balanza analítica usada.

Tercera Parte: Uso del Picnómetro. Determinación de la densidad del agua.

Tome un picnómetro con capacidad de 50 ml y pésele vacío **en una balanza analítica con precisión de 0.0001g**. Asegúrese que el picnómetro utilizado se encuentre perfectamente limpio y seco. Llène por completo el frasco con agua destilada y coloque inmediatamente su tapón. Seque el agua sobrante que se filtra a través del orificio capilar de la tapa del picnómetro con papel absorbente. La presencia de agua en las paredes externas provocará errores en la determinación de la densidad del líquido analizado. Pese nuevamente el picnómetro. Usando un termómetro con precisión 0.1°C, determine la temperatura del agua. No olvide registrar en su tabla de datos, la capacidad y apreciación de todos los instrumentos volumétricos usados. Tome nota del fabricante, modelo y apreciación de la balanza analítica usada. Considere que la tolerancia para el picnómetro usado (Capacidad: 50 mL) es de 0.016 mL

Manejo y análisis de datos

Primera parte: Influencia de la apreciación de los instrumentos volumétricos sobre las determinaciones analíticas. Medición de la densidad del agua

Usando los datos de volumen y masa de la muestra de agua determine la densidad de acuerdo a la ecuación:

$$\text{Densidad : } \rho = \frac{\text{masa}}{\text{Volumen}}$$

Ecuación 7

Usando la incertidumbre absoluta de la balanza analítica y de los instrumentos volumétricos usados, determine para cada instrumento volumétrico, a partir de las leyes de propagación de errores aleatorios, el error aleatorio asociado a la densidad del agua

determinada experimentalmente. Expresar su resultado como $\rho \left[\frac{\text{g}}{\text{cm}^3} \right] \pm s_{\rho} \left[\frac{\text{g}}{\text{cm}^3} \right]$.

Usando la literatura, halle la densidad esperada para el agua a la temperatura de realización del análisis. Determine para cada valor, la discrepancia porcentual o error absoluto.

Segunda Parte: Influencia de la sensibilidad de la balanza sobre las determinaciones analíticas. Medición de la densidad del agua

Usando los datos de volumen y masa de la muestra de agua determine la densidad usando la ecuación 7.

Usando la incertidumbre absoluta de la pipeta volumétrica de 1 mL de capacidad, y la de las balanzas analíticas determine para cada balanza a partir de las leyes de propagación de errores aleatorios, el error aleatorio asociado a la densidad del agua determinada experimentalmente. Exprese su resultado como $\rho \left[\frac{g}{cm^3} \right] \pm s_\rho \left[\frac{g}{cm^3} \right]$. Usando la literatura, halle la densidad esperada para el agua a la temperatura de realización del análisis. Determine para cada valor, la discrepancia porcentual o error absoluto.

Tercera Parte: Uso del Picnómetro. Determinación de la densidad del agua.

Con los datos de peso del picnómetro vacío y del picnómetro con agua destilada determine la masa de agua correspondiente al volumen del picnómetro utilizado. Con estos datos determine la densidad empleando para ello la ecuación 7.

Usando la incertidumbre absoluta del picnómetro de 50 ml de capacidad, y la de la balanza analítica determine a partir de las leyes de propagación de errores aleatorios, el error aleatorio asociado a la densidad del agua determinada experimentalmente. Exprese su resultado como $\rho \left[\frac{g}{cm^3} \right] \pm s_\rho \left[\frac{g}{cm^3} \right]$. Usando la literatura, halle la densidad esperada para el agua a la temperatura de realización del análisis. Determine la discrepancia porcentual o error absoluto.

Indicaciones para la elaboración del informe

Contenido teórico que debe estar presente en la introducción y ser usado para la discusión de resultados

¿Cuáles son las fuentes comunes de errores experimentales? ¿Cómo se clasifican los errores experimentales? ¿Cómo es que los errores aleatorios afectan a la precisión y exactitud de las variables experimentales? ¿Qué es la densidad? ¿De que variables depende la densidad? ¿Cuál es la técnica correcta para determinar la densidad de un líquido?

Información a incluir en la sección de materiales y métodos

Recuerde que aquí debe describir los pasos seguidos en la realización de la investigación, considerando la justificación que cada uno de ellos tiene dentro del procedimiento. La exposición de estos datos es continua, por lo que no se deben separar los párrafos con viñetas o números. No se trata de escribir en forma de receta los pasos seguidos en el laboratorio. Se prefiere no hacer referencia a procedimientos, valores de concentración o cantidades de sustancias, cuando los métodos son muy comunes y conocidos.

Comience describiendo los reactivos usados (pureza, casa comercial, densidad, normalidad, etc.) Proceda con la descripción de los equipos usados, no olvidando incluir el modelo, fabricante, país de fabricación y sensibilidad.

Describa de manera especial la forma y motivo por el que midió la temperatura de realización de los análisis.

Preguntas a las que debe dar respuesta en su discusión de resultados

Para cada experiencia ¿Cuál es la densidad del agua con su respectivo error aleatorio y como se compara este valor experimental con el valor esperado para la temperatura de análisis? ¿Cuál instrumento permitió determinar la densidad del agua con mayor exactitud? ¿Cómo explica la influencia de la tolerancia del instrumento sobre la exactitud en la determinación de la densidad? ¿Cuál es el porcentaje de variación en la discrepancia porcentual de la densidad para cada variación de 0.01mL en la tolerancia del instrumento volumétrico? ¿Cuál balanza le permitió determinar la densidad del agua con mayor exactitud? ¿Cómo explica la influencia de la sensibilidad de la balanza sobre la exactitud en la determinación de la densidad? ¿Cuál es el porcentaje de variación en la

discrepancia porcentual de la densidad para cada variación de 0.0001 g en la sensibilidad de la balanza? Para el picnómetro ¿Cuál es la densidad del agua con su respectivo error aleatorio y como se compara este valor experimental con el valor esperado para la temperatura de análisis? ¿Cómo se comparan los resultados hallados en las partes 1 y 2 con los resultados de la parte 3 del trabajo experimental? ¿Qué técnica usaría para la determinación de la densidad de un líquido y por qué? ¿Qué sugerencias/recomendaciones podría realizar para mejorar el procedimiento experimental seguido en esta práctica?

Referencias

1. Harris, D. C. (2001) Análisis Químico Cuantitativo. Segunda Edición. Editorial Reverté, S.A. Barcelona, España. p.p. 28-66
2. Christian, G. D. (2009) Química Analítica. Sexta Edición. Editorial McGraw Hill. México. p.p. 20-61.
3. Kellner, R., J.M. Mermet, M. Otto, H.M. Widmer (Editores) (1998) Analytical Chemistry. Wiley-VCH, Verlag- Alemania. p.p. 1-40

Anexos

Debe incluir aquí todos los valores para las variables medidas experimentalmente, así como también la apreciación de los instrumentos usados para medirlas.

Debe incluir todos los cálculos para la densidad del agua y los errores aleatorios

Tablas para la adquisición de datos

Tabla 1. Influencia de la apreciación de los instrumentos volumétricos sobre las determinaciones analíticas. Medición de la densidad del agua

| | | | | | |
|--|--|--------------------|--|--|--|
| Fecha: _____ | | Analista(s): _____ | | Grupo no. ____ | |
| Equipo usado: Balanza _____ | | | | | |
| Fabricante: _____ | | Modelo: _____ | | Apreciación: _____ | |
| Apreciación de los instrumentos volumétricos usados: | | | | | |
| 1. Instrumento: _____ | | Clase (A/B): ____ | | Apreciación: ____ mL Tolerancia: ____ mL | |
| 2. Instrumento: _____ | | Clase (A/B): ____ | | Apreciación: ____ mL Tolerancia: ____ mL | |
| 3. Instrumento: _____ | | Clase (A/B): ____ | | Apreciación: ____ mL Tolerancia: ____ mL | |

| Instrumento | Volumen de agua (mL) | Masa de agua (g) | Temperatura del agua (°C) |
|-------------|----------------------|------------------|---------------------------|
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |

OBSERVACIONES Y/O CALCULOS:

Tabla 2. Influencia de la apreciación de la sensibilidad de la balanza sobre las determinaciones analíticas. Medición de la densidad del agua

| | | | | | |
|--|--|--------------------|--|--|--|
| Fecha: _____ | | Analista(s): _____ | | Grupo no. ____ | |
| Equipo usado: Balanza _____ | | | | | |
| Fabricante: _____ | | Modelo: _____ | | Apreciación: _____ | |
| Apreciación de los instrumentos volumétricos usados: | | | | | |
| 1. Instrumento: _____ | | Clase (A/B): ____ | | Apreciación: ____ mL Tolerancia: ____ mL | |
| 2. Instrumento: _____ | | Clase (A/B): ____ | | Apreciación: ____ mL Tolerancia: ____ mL | |
| 3. Instrumento: _____ | | Clase (A/B): ____ | | Apreciación: ____ mL Tolerancia: ____ mL | |

| Instrumento | Capacidad (g) | Masa de agua (g) | Temperatura del agua (°C) |
|-------------|---------------|------------------|---------------------------|
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |

OBSERVACIONES Y/O CALCULOS:

Tabla 3. Uso del Picnómetro. Determinación de la densidad del agua.

| | | |
|--|--------------------|--|
| Fecha: _____ | Analista(s): _____ | Grupo no. _____ |
| Equipo usado: Balanza _____ | | |
| Fabricante: _____ | Modelo: _____ | Apreciación: _____ |
| Apreciación de los instrumentos volumétricos usados: | | |
| 1. Instrumento: _____ | Clase (A/B): _____ | Apreciación: _____ mL Tolerancia: _____ mL |
| 2. Instrumento: _____ | Clase (A/B): _____ | Apreciación: _____ mL Tolerancia: _____ mL |
| 3. Instrumento: _____ | Clase (A/B): _____ | Apreciación: _____ mL Tolerancia: _____ mL |

| Instrumento | Peso Picnómetro vacío (g) | Peso Picnómetro lleno (g) | Temperatura del agua (°C) |
|-------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |

OBSERVACIONES Y/O CALCULOS:

Práctica 2: Preparación de soluciones: ácidos, bases y sales. Etapas del análisis químico

NOTA: POR FAVOR NO OLVIDE TRAER AL LABORATORIO SEIS RECIPIENTES DE VIDRIO LIMPIOS Y SECOS CON TAPA DE 100 mL DE CAPACIDAD (BOTELLAS DE COMPOTA) RECUERDE LLEVAR TODOS LOS CALCULOS LISTOS PARA LA PREPARACION DE LAS SOLUCIONES.

Introducción

Las soluciones son mezclas homogéneas de composición variable. Pueden existir en los tres estados de la materia: gaseoso, líquido y sólido.

Aún que no hay reglas rígidas que dicten cual o cuales de los componentes de una solución serán llamados soluto y solvente, con frecuencia, al componente en mayor cantidad se le denomina solvente.

Para definir una solución, es necesario indicar la naturaleza y cantidad relativa de cada uno de sus componentes. La concentración de una solución puede expresarse de distintas formas:

Tanto por ciento peso por peso: Cantidad de soluto en 100 gramos de solución. Se representa por % p/p.

Tanto por ciento peso por volumen: Cantidad de soluto en 100 ml de solución. Se representa por % p/v.

Molaridad: Número de moles de soluto contenidos o disueltos en un litro de solución. Se representa por M.

Molalidad: Número de moles de soluto disueltos en 1000 gramos de solvente. Se representa por m. Esta forma de expresión de la concentración es útil en casos en los que no se cumple la regla de aditividad de volúmenes.

Normalidad: Número de equivalentes-gramo de soluto que se encuentran disueltos en un litro de solución. Se representa por N.

En reacciones de neutralización el equivalente-gramo o peso equivalente de una base o ácido se define como el peso molecular dividido entre el número de oxidrilos (OH-sustituibles) o protones (H+ sustituibles) que contiene. Esto es:

| Base | | Ácido |
|------------------|------------------------------------|------------------------------------|
| Peso equivalente | $\frac{P.M. base}{N^{\circ} OH -}$ | $\frac{P.M. Acido}{N^{\circ} H +}$ |

Disolución de soluciones

Muchas de las soluciones que se emplean en un laboratorio se preparan a partir de soluciones madres existentes. Por ejemplo en la práctica se preparan soluciones diluidas del ácido sulfúrico, a partir de una solución comercial del ácido concentrado al 96% p/p.

Para resolver problemas prácticos de dilución, debe tenerse en cuenta que al efectuarse una dilución de un volumen de ácido concentrado, solo cambia el volumen del solvente, permaneciendo igual el número de moles del soluto. Esto significa que para el soluto, el número de moles iniciales, n_1 debe ser igual al número de moles finales, n_2 .

$$n_1 = n_2 \quad \text{Ecuación 8}$$

Para obtener el número de moles utilizamos la ecuación general de molaridad.

$$M = \frac{n(\text{moles})}{V(\text{litros})} \quad n = M \times V \quad \text{Ecuación 9}$$

Por lo tanto,

$$\begin{aligned} n_1 &= M_1 \times V_1 \\ n_2 &= M_2 \times V_2 \end{aligned} \quad \text{Ecuación 10}$$

En consecuencia:

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2 \quad \text{Ecuación 11}$$

Esta ecuación expresa que el producto de la molaridad inicial por el volumen inicial debe ser igual al producto de la molaridad final por el volumen final, donde los volúmenes deben expresarse en las mismas unidades.

Grado de los reactivos químicos

1. **REACTIVOS DE GRADO TÉCNICO:** los reactivos de grado técnico son productos de calidad indeterminada, los cuales se caracterizan por poseer un alto contenido de impurezas no identificadas. Este tipo de sustancias no deben ser utilizadas para análisis químico a menos que se empleen para experimentos donde no se requiera una gran exactitud. Se utilizan fundamentalmente para en la preparación de soluciones limpiadoras para cristalería e instrumentos.

2. **REACTIVOS Q. P. (QUÍMICAMENTE PURO):** son productos obtenidos con mayor refinamiento que los reactivos de grado técnico, por lo que su grado de pureza es ligeramente superior. Sin embargo, su calidad sigue siendo indeterminada ya que su contenido de impurezas no se conoce ni cualitativa ni cuantitativamente. No son utilizados para análisis químico pero pueden emplearse en procesos de obtención de otras sustancias que posteriormente serán purificadas.

3. **REACTIVOS U.S.P. (UNITED STATES PHARMACOPEIA):** los reactivos U.S.P. son sustancias que cumplen con los estándares de pureza mínima dispuestos por la farmacopea de Estados Unidos para contaminantes peligrosos para la salud. Este grado es generalmente aceptado para muchos usos de laboratorio.

4. **GRADO REACTIVO A.C.S. (AMERICAN CHEMICAL SOCIETY):** son sustancias que cumplen con las especificaciones del Comité de Reactivos Químicos de la American Chemical Society. Se caracterizan por ser reactivos de alta pureza, muy utilizados en los trabajos analíticos. Generalmente la composición cualitativa y cuantitativa de las impurezas se reportan en la etiqueta de los frascos en los cuales se comercializa. En dichas etiquetas aparecen los porcentajes máximos permitidos por dicha entidad internacional.

5. **GRADO ESTÁNDAR PRIMARIO:** son reactivos de altísima pureza los cuales son utilizados en los análisis volumétricos exactos.

6. **REACTIVOS ESPECIALES:** son reactivos aún más puros que los anteriores que se destinan para aplicaciones específicas de los métodos instrumentales tales como la espectroscopia y la cromatografía líquida de alta resolución.

El fenómeno de la disolución de solutos

Se observa que cuando se disuelve un ácido fuerte o una base fuerte (como el ácido clorhídrico y el hidróxido de sodio) en agua, se produce liberación de calor. Este calor que se conoce como calor de mezclado, y se considera negativo para un proceso exotérmico; es el resultado de la energía liberada durante el rearrreglo a nivel molecular del soluto y el solvente. Para que se disuelva un soluto puro en un solvente, éste último debe ejercer sobre las moléculas o átomos del soluto, una fuerza superior a las fuerzas que lo mantienen unido en su forma líquida o sólida; de forma tal que pueda separarlo de esta fase condensada, y a través de fuerzas atractivas, dispersarlo en su seno.

Por ejemplo, durante la disolución del cloruro de sodio, las moléculas de agua, de naturaleza polar, se orientan alrededor de los cristales de NaCl de manera tal, que la parte negativa de la molécula de agua se acerca a los cationes de sodio del cristal, y la parte positiva se acerca a los aniones de cloruro en el cristal (Figura 1). La diferencia en los signos de las cargas en el punto de contacto, permite que se establezcan fuerzas electrostáticas que superan las fuerzas que mantienen unidos los iones del cristal. Así que los iones se separan del cristal y se dispersan en el seno del agua. Una vez allí, el agua rodea a cada ión para tratar de compensar su carga eléctrica, y ocurre el llamada fenómeno de solvatación, o en el caso del agua, hidratación. Debido a la diferencia entre la magnitud de las fuerzas intermoleculares que se manifiestan en solución, y la magnitud de las que mantenían unidas a las moléculas de agua, y a las de cloruro de sodio en su estado de pureza, respectivamente; se produce la liberación de energía.

En el caso particular del cloruro de sodio, esta energía es mínima y casi imperceptible; pero en el caso del hidróxido de sodio y del ácido clorhídrico este efecto es mayor. Durante la solubilización de ácido clorhídrico en agua, el reordenamiento de los iones hidrógeno y cloruro es tal, que además de la fuerte exotermicidad de la dilución, se observa también un cambio en el volumen de mezcla. Es decir, el volumen efectivo de la solución es menor que la suma de los volúmenes de soluto y solvente añadidos.

Los efectos de cambios en el volumen de mezcla y de liberación/absorción de calor durante la formación de una solución, son el resultado de lo que se conoce como no-

idealidades de las soluciones; puesto que de formarse soluciones ideales ambos efectos serian nulos. Las soluciones son ideales si y sólo si, el soluto y el solvente son tan similares en forma, tamaño y polaridad; que al unirse desarrollan en solución, fuerzas intermoleculares iguales a las que tenían en su estado de pureza.

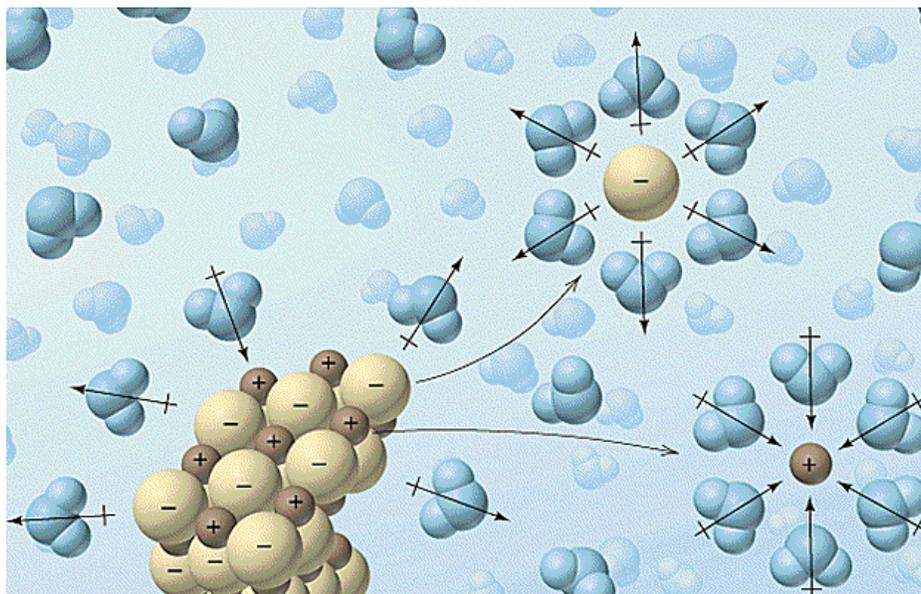


Figura 1 Esquema representativo de la disolución de cloruro de sodio en agua

Al final de esta práctica, el estudiante no sólo habrá conocido y aplicado el procedimiento correcto para preparar soluciones con concentraciones expresadas en distintas unidades a partir de solutos líquidos y sólidos; sino que también habrá observado como las diferencias entre las moléculas del soluto y el solvente son responsables de la liberación/absorción de calor, y de la expansión/contracción del volumen de la solución.

Objetivos Generales

- Conocer los procedimientos adecuados para la preparación de soluciones a partir de solutos líquidos y solutos sólidos
- Conocer la clasificación de los reactivos según su grado de pureza
- Determinar la influencia de la incertidumbre absoluta de los instrumentos volumétricos y/o de pesada usados en la preparación de soluciones sobre la incertidumbre absoluta de su concentración

- Observar los efectos de la no-idealidad durante la preparación de las soluciones ácidas y básicas a partir de los cambios en el volumen de mezcla y el calor de disolución.

Equipos, Reactivos y Material de Laboratorio

Equipos

Campana de extracción de Gases

Balanza Analítica

Reactivos

Ácido clorhídrico concentrado 12 N

Hidróxido de Sodio

Carbonato de Sodio

Cloruro de Sodio

Material de Laboratorio

Varillas de vidrio

Vasos de Precipitado

Cilindro Graduado

Matraces Aforados

Pipetas volumétricas

Vidrio de Reloj

Metodología Experimental

NOTA: NO DESECHE NINGUNA DE LAS SOLUCIONES PREPARADAS PUESTO QUE DEBE ALMACENARLAS PARA EMPLEARLAS EN LA PRÁCTICA SOBRE TITULACIONES DE NEUTRALIZACION.

Primera Parte. Preparación de soluciones a partir de solutos líquidos: ácido clorhídrico concentrado

El profesor le proveerá antes de comenzar la experiencia, la concentración a la que debe preparar la solución de ácido clorhídrico. Una vez realizado los cálculos para determinar el

volumen de soluto a añadir, coloque agua destilada en un matraz aforado de 100 mL de capacidad, en una cantidad aproximadamente equivalente al 1/4 del volumen del recipiente volumétrico. Con una pipeta graduada de 10 mL, mida el volumen de ácido clorhídrico necesario para obtener la concentración indicada. Viértalo lentamente en el recipiente volumétrico, si se calienta la solución enfríe con agua en el grifo, luego diluya con agua destilada y mezcle bien. Espere algunos minutos, hasta que todo el líquido haya descendido y observe si hay variación en el nivel de líquido con respecto al aforo. Tome nota de sus observaciones. En caso de que el nivel haya descendido, añada mas agua destilada hasta llevar el nivel del líquido al aforo. Mezcle bien, y espere algunos minutos. Repita la operación hasta no observar variaciones en el nivel del líquido. Tome nota de la capacidad y apreciación de todos los instrumentos usados. Recuerde buscar la tolerancia permitida para cada uno de ellos, y para el material de vidrio no olvide registrar si es de Clase A o B.

Segunda Parte. Preparación de soluciones a partir de solutos sólidos: hidróxido de sodio, carbonato de sodio, cloruro de sodio

El profesor le proveerá antes de comenzar la experiencia, la concentración a la que debe preparar la solución de hidróxido de sodio, la solución de carbonato de sodio y la de cloruro de sodio. Realice los cálculos para determinar la masa de soluto a añadir. Lleve a una balanza analítica, un vidrio de reloj limpio y seco. Tare la balanza, y vierta sobre el, cuidadosamente y haciendo uso de una espátula, la cantidad necesaria de sólido. Observará que los cristales de NaOH tienen forma de lentejas, por lo que deberá tomar tantas lentejas como sea necesario para alcanzar un peso aproximado al requerido. No se preocupe si pesa un poco más o un poco menos de lo deseado, pues en la próxima práctica se encargará de determinar la concentración exacta de esta solución, haciendo uso de una titulación ácido -base. **SEA CUIDADOSO DE NO CONTAMINAR EL REACTIVO PURO EN EL RECIPIENTE CONTENEDOR**, recuerde que en caso de hacerlo deberá comprar un reactivo nuevo, de igual pureza, para reponerlo. **MANIPULE RAPIDAMENTE EL SOLIDO PARA EVITAR LA ABSORCION DE AGUA**, recuerde que el hidróxido de sodio sólido es altamente higroscópico, por lo que debe evitar y/o reducir su contacto con la humedad del aire. Trasvase el sólido a un vaso de precipitado limpio y seco, arrastrando el sólido que pueda quedar adherido en el vidrio de reloj con un chorro

de agua de la pizeta. Disuelva el sólido con la menor cantidad de agua destilada posible, agitando con un agitador de vidrio. Coloque un embudo de filtración en un matraz volumétrico de 100 mL de capacidad y vierta la solución contenida en el vaso de precipitado ayudándose con el agitador de vidrio. Lave varias veces el vaso con agua destilada y vierta en el recipiente volumétrico, cuidado de no exceder el volumen máximo. Por último diluya a volumen con agua y mezcle bien. Espere algunos minutos, y observe la variación en el nivel de líquido con respecto al aforo. Tome nota de sus observaciones. En caso de que el nivel haya descendido, añada más agua destilada hasta llevar el nivel del líquido al aforo. Mezcle bien, y espere algunos minutos. Repita la operación hasta no observar variaciones en el nivel del líquido. Tome nota de la capacidad y apreciación de todos los instrumentos usados. Recuerde buscar la tolerancia permitida para cada uno de ellos, y para el material de vidrio no olvide registrar si es de Clase A o B. Repita el procedimiento anterior usando como soluto al carbonato de sodio, y luego al cloruro de sodio.

Tercera Parte. Influencia del factor de dilución sobre la exactitud y precisión de la concentración de soluciones preparadas por dilución

Debe preparar 100 mL de una solución diluida de cloruro de sodio de 10 ppm a partir de la solución concentrada de esta sal, preparada en la parte anterior del ensayo experimental. Para ello utilizará dos procedimientos que difieren en la incertidumbre que se alcanza para la concentración de la solución diluida.

Primero, determine el volumen de solución concentrada y de agua que debe añadir para efectuar la dilución deseada. Usando el instrumento volumétrico más adecuado para verter el volumen calculado, transfiera la porción de solución concentrada a un matraz volumétrico parcialmente lleno con agua destilada. Enrase hasta el aforo con más agua destilada y mezcle cuidadosamente. Tome nota de la capacidad y apreciación de los instrumentos volumétricos usados.

Ahora, prepare 100 mL una solución de cloruro de sodio de concentración 0.01 m (molal) a partir de la solución concentrada de la segunda parte, siguiendo el procedimiento indicado en el párrafo anterior. Prepare ahora los 100 mL de solución diluida de cloruro de sodio de 10 ppm a partir de la solución 0.01 m. Tome nota de la capacidad y apreciación de los instrumentos volumétricos usados.

Manejo y análisis de datos

Primera Parte. Determinación de los errores aleatorios asociados a la normalidad de las soluciones preparadas a partir de solutos líquidos

Usando las tolerancias de todos los instrumentos volumétricos empleados en la preparación de las soluciones, debe determinar el error aleatorio asociado a la normalidad de la solución preparada de ácido clorhídrico (σ_N). Haga uso de la información sobre la apreciación de instrumentos volumétricos ofrecida en la práctica no.1, y de la información recabada en el Laboratorio acerca de este ítem.

$$N = \frac{\text{equivalentes}}{\text{Volumen}} = \frac{\text{Masa}}{PE \times \text{Volumen}} = \frac{V_{sto} \times \rho_{sto}}{PE \times V}$$

$$\left(\frac{\sigma_N}{N}\right)^2 = \left(\frac{\sigma_{V_{sto}}}{V_{sto}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_V}{V}\right)^2$$

Ecuación 12

$$\sigma_N = N \times \sqrt{\left(\frac{\sigma_{V_{sto}}}{V_{sto}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_V}{V}\right)^2}$$

En este caso:

V_{sto} Volumen del soluto líquido añadido a la solución preparada

$\sigma_{V_{sto}}$ Error aleatorio asociado con la determinación del volumen del soluto, incertidumbre absoluta del volumen del soluto o apreciación del instrumento volumétrico usado para medir el volumen del soluto

V Volumen de la solución preparada

σ_V Error aleatorio asociado con la determinación del volumen de la solución preparada, incertidumbre absoluta del volumen de la solución, o apreciación del instrumento volumétrico usado para contener la solución.

Segunda Parte. Determinación de los errores aleatorios asociados a la normalidad de las soluciones preparadas partir de solutos sólidos: hidróxido de sodio, carbonato de sodio, cloruro de sodio

Recuerde que los errores aleatorios de la concentración de soluciones preparadas con un soluto sólido se pueden calcular mediante la siguiente expresión:

$$N = \frac{\text{equivalentes}}{\text{Volumen}} = \frac{\text{Masa}}{PE \times \text{Volumen}} = \frac{W}{PE \times V}$$

$$\left(\frac{\sigma_N}{N}\right)^2 = \left(\frac{\sigma_W}{W}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_V}{V}\right)^2 \quad \text{Ecuación 13}$$

$$\sigma_N = N \times \sqrt{\left(\frac{\sigma_W}{W}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_V}{V}\right)^2}$$

Donde

σ_N Error aleatorio asociado a la normalidad de la solución o desviación estándar de la normalidad de la solución

σ_W Error aleatorio asociado con la determinación de la masa, desviación estándar de la pesada o tolerancia del instrumento de medición de la masa

σ_V Error aleatorio asociado con la determinación del volumen de la solución, desviación estándar del volumen o tolerancia del instrumento volumétrico usado para contener la solución.

Al igual que en la parte anterior, use las tolerancias de la balanza y de todos los instrumentos volumétricos empleados en la preparación de las soluciones, para determinar el error aleatorio asociado a la normalidad de las soluciones preparadas de hidróxido de sodio, carbonato de sodio y cloruro de sodio.

Tercera Parte. Influencia del factor de dilución sobre la exactitud y precisión de la concentración de soluciones preparadas por dilución

Recuerde que preparó una solución diluida de cloruro de sodio de concentración igual a 10 ppm, mediante dos procedimientos: el primero a partir de una solución concentrada, y el segundo a partir de una solución mas diluida (0.01 molar).

Para cualquiera de los casos realizó la dilución usando la ecuación 4 para determinar el volumen de solución concentrada necesario. De aquí que el error aleatorio de la concentración de la solución diluida venga dado por la ecuación 7, donde M_1 se refiere a la concentración de la solución concentrada, y M_2 a la de la solución diluida, σ_{M_2} y σ_{M_1} indican la incertidumbre o error aleatorio de la concentración de las soluciones diluida y concentrada respectivamente, σ_{V_2} y σ_{V_1} indican la incertidumbre o tolerancia de los instrumentos volumétricos usados para medir el volumen de las soluciones diluida y concentrada respectivamente.

$$\left(\frac{\sigma_{M_2}}{M_2}\right)^2 = \left(\frac{\sigma_{M_1}}{M_1}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{V_2}}{V_2}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{V_1}}{V_1}\right)^2 \quad \text{Ecuación 14}$$

Use las tolerancias de los instrumentos volumétricos involucrados en la preparación de todas las soluciones para hallar el error aleatorio asociado a la concentración de la solución diluida de cloruro de sodio. Compare los procedimientos usados para preparar la solución de 10 ppm con base en los errores aleatorios calculados.

Indicaciones para la elaboración del informe

Contenido teórico que debe estar presente en la introducción y ser usado para la discusión de resultados

¿Qué es una solución y cuales son sus componentes? ¿A nivel molecular/atómico cómo se produce la solubilización de un soluto en un solvente? ¿Qué características debe tener el soluto para pueda solubilizarse en un solvente determinado? ¿Cuáles son las formas más comunes de expresar la concentración de las soluciones, y en que caso se usa cada una de ellas?

Información a incluir en la sección de materiales y métodos

Recuerde que aquí debe describir los pasos seguidos en la realización de la investigación, considerando la justificación que cada uno de ellos tiene dentro del procedimiento. La exposición de estos datos es continua, por lo que no se deben separar los párrafos con viñetas o números. No se trata de escribir en forma de receta los pasos seguidos en el laboratorio. Se prefiere no hacer referencia a procedimientos, valores de concentración o cantidades de sustancias, cuando los métodos son muy comunes y conocidos.

Comience describiendo los reactivos usados (pureza, casa comercial, densidad, normalidad, etc.) Indique para la balanza usada y entre paréntesis la siguiente información: Fabricante, Modelo, País de fabricación. Prosiga en un párrafo aparte con la descripción de los procedimientos efectuados. No olvide indicar que tipo de cálculos se realizan y con que finalidad.

Preguntas a las que debe dar respuesta en su discusión de resultados

Para cada una de las soluciones preparadas de respuesta a las siguientes preguntas ¿Cuál es la concentración de la solución con su respectivo error aleatorio? ¿Se produjo liberación de calor y/o cambio de volumen durante la preparación de la solución? En caso de ser positiva su respuesta ¿Cómo explica este comportamiento con base en las diferencias/similitudes de las moléculas del soluto y el solvente?

¿Cómo se comparan los errores en la concentración de las soluciones preparadas con solutos sólidos y las preparadas con solutos líquidos?. ¿Qué tolerancia debería tener la pipeta usada para medir los solutos líquidos, de forma tal que se pueda alcanzar un error en la concentración de la solución similar al alcanzado con la balanza analítica?

Para la preparación de la solución de 10 ppm de cloruro de sodio, ¿Qué procedimiento condujo al menor error en la concentración de la solución diluida? ¿Cómo explica este resultado? En experiencias futuras, que procedimiento usara para la preparación de soluciones diluidas y por qué?

¿Qué sugerencias/recomendaciones podría realizar para mejorar el procedimiento experimental seguido en esta práctica?

Referencias

1. Harris, D. C. (2001) Análisis Químico Cuantitativo. Segunda Edición. Editorial Reverté, S.A. Barcelona, España. p.p. 28-66

2. Christian, G. D. (2009) Química Analítica. Sexta Edición. Editorial McGraw Hill. México. p.p. 20-61.

Anexos

Debe incluir aquí todos los valores para las variables medidas experimentalmente, así como también la capacidad, apreciación y tolerancia de los instrumentos usados para medirlas.

Debe indicar también las propiedades (densidad, peso molecular, formula empírica .. etc.) que tienen todas las sustancias utilizadas

Debe incluir aquí los cálculos correspondientes a la determinación de los errores aleatorios asociados a la concentración de las soluciones preparadas

Tablas para la adquisición de datos

Tabla 1. Preparación de soluciones a partir de solutos líquidos: ácido clorhídrico concentrado

| | | | | | |
|--|--|----------------------|--|--|--|
| Fecha: _____ | | Analista(s): _____ | | Grupo no. ____ | |
| Equipo usado: Balanza _____ | | | | | |
| Fabricante: _____ | | Modelo: _____ | | Apreciación: _____ | |
| Apreciación de los instrumentos volumétricos usados: | | | | | |
| 1. Instrumento: _____ | | Clase (A/B): ____ | | Apreciación: ____ mL Tolerancia: ____ mL | |
| 2. Instrumento: _____ | | Clase (A/B): ____ | | Apreciación: ____ mL Tolerancia: ____ mL | |
| 3. Instrumento: _____ | | Clase (A/B): ____ | | Apreciación: ____ mL Tolerancia: ____ mL | |
| Reactivo(s) : _____ | | Pureza: _____ | | Densidad: _____ | |
| Fabricante: _____ | | Concentración: _____ | | | |

| Volumen de soluto (mL) | Volumen de solución (mL) |
|------------------------|--------------------------|
| | |
| | |
| | |

OBSERVACIONES y/o CALCULOS:

Tabla 2. Preparación de soluciones a partir de solutos sólidos: hidróxido de sodio, carbonato de sodio, cloruro de sodio

Fecha: _____ Analista(s): _____ Grupo no. _____

Equipo usado: Balanza _____

Fabricante: _____ Modelo: _____ Apreciación: _____

Apreciación de los instrumentos volumétricos usados:

1. Instrumento: _____ Clase (A/B): _____ Apreciación: _____ mL Tolerancia: _____ mL

2. Instrumento: _____ Clase (A/B): _____ Apreciación: _____ mL Tolerancia: _____ mL

3. Instrumento: _____ Clase (A/B): _____ Apreciación: _____ mL Tolerancia: _____ mL

Reactivo(s) : _____ Pureza: _____

Fabricante: _____

Reactivo(s) : _____ Pureza: _____

Fabricante: _____

Reactivo(s) : _____ Pureza: _____

Fabricante: _____

| Soluto | Masa de soluto (g) | Volumen de solución (mL) |
|---------------------|--------------------|--------------------------|
| Hidróxido de sodio | | |
| Carbonato de calcio | | |
| Cloruro de Sodio | | |

OBSERVACIONES y/o CALCULOS:

Tabla 3. Influencia del factor de dilución sobre la exactitud y precisión de la concentración de soluciones preparadas por dilución

Fecha: _____ Analista(s): _____ Grupo no. _____

Equipo usado: Balanza _____

Fabricante: _____ Modelo: _____ Apreciación: _____

Apreciación de los instrumentos volumétricos usados:

1. Instrumento: _____ Clase (A/B): _____ Apreciación: _____ mL Tolerancia: _____ mL

2. Instrumento: _____ Clase (A/B): _____ Apreciación: _____ mL Tolerancia: _____ mL

3. Instrumento: _____ Clase (A/B): _____ Apreciación: _____ mL Tolerancia: _____ mL

| Nombre de la solución | Concentración de la solución concentrada añadida (ppm) | Volumen de la solución preparada (mL) | Concentración de la solución preparada (ppm) | Observaciones |
|-----------------------|--|---------------------------------------|--|---|
| 1 | | | | Solución diluida preparada a partir de la solución madre |
| 2 | | | | Solución 0.01 molal |
| 3 | | | | Solución diluida preparada a partir de la solución 0.01 molal |
| | | | | |
| | | | | |

OBSERVACIONES y/o CALCULOS:

Práctica 3: Disolución de especímenes metálicos en medios ácidos.

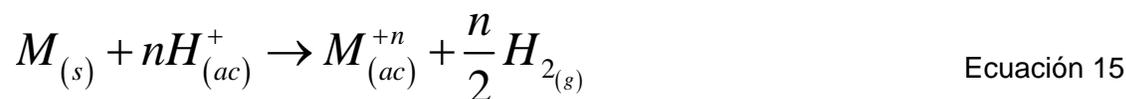
Observación: Cada grupo debe traer tres monedas de curso legal del mismo año de 10 céntimos, y media docena de clavos de acero.

Introducción

El análisis químico de una sustancia, involucra una serie de pasos necesarios para la aplicación de procedimientos, técnicas o métodos para la elucidación y cuantificación de sus componentes, a saber: selección de la muestra, preparación, aplicación del método y análisis de los resultados.

La preparación de la muestra involucra la adecuación física de la sustancia para la aplicación de las diversas técnicas de análisis y la eliminación de interferencias que pudieran alterar los resultados. Buena parte de las sustancias a analizar son sólidos, en los que el analito se encuentra mezclado con impurezas de diversa índole y en proporciones indeterminadas; por tanto se hace necesario separar la sustancia de interés de tales impurezas, a las que puede estar ligada física o químicamente.

La disolución de sólidos constituye, junto con la molienda y la evaporación, procesos de preparación de muestras muy comunes y prácticamente ineludibles. Así, la separación de especies metálicas (M) involucra la disolución de minerales bajo la acción de ácidos inorgánicos (dependiendo del catión a separar), mediante la reacción general de oxido-reducción:



La velocidad a la que ocurre la disolución, y la extensión de la reacción, depende de factores tales como: temperatura, tipo de ácido y concentración del mismo. La selección del ácido ó mezclas de ácidos a emplear, dependerá del ión metálico a separar (disolver). Es posible determinar la cinética (velocidad) de una reacción de disolución de metales, monitoreando la pérdida de peso de la muestra con el tiempo, y de esta manera realizar un estudio comparativo de la acción de diferentes ácidos o el comportamiento de diferentes iones metálicos frente al mismo ácido.

Objetivos Generales

- Distinguir las diferencias entre el proceso de disolución de un espécimen metálico en medio ácido y el de un sólido o líquido en medio acuoso
- Comprender las reacciones de oxido-reducción asociadas al proceso de disolución de un espécimen metálico
- Determinar la velocidad de disolución (reacción) para cada espécimen metálico en los distintos medios ácidos.
- Evaluar el poder diluyente (reactividad) de diversos medios ácidos con base en la velocidad de corrosión, el pH del medio y el tipo de aleación metálica del espécimen.

Equipos, Reactivos y Material de Laboratorio

Equipos

Campana de extracción de Gases

Plancha de Calentamiento con Agitación

Balanza Analítica

Cronometro

Vernier

Reactivos

Ácido clorhídrico concentrado 37% (12 N)

Ácido Sulfúrico concentrado 95 – 97% (37 N)

Ácido Nítrico 65%

Soluciones

Agua regia (Mezcla 3HCl concentrado:1HNO₃ concentrado)

Ácido nítrico 8 M

Material de Laboratorio

Varillas de vidrio

Vasos de Precipitado

Cilindro Graduado

Muestras a analizar

Fragmentos de fusible

Fragmentos de cadenas de plata

Monedas

Metodología Experimental

Primera parte: Determinación de la densidad de los especímenes metálicos por el método de la probeta

Limpiar todos los especímenes metálicos con un algodón empapado en etanol. Dejar secar. Pesar cada espécimen metálico y registrar el resultado en la tabla correspondiente.

No olvide tomar nota del fabricante, modelo y apreciación de la balanza analítica usada.

Enrasar un cilindro graduado o probeta con un volumen conocido de agua. Sumergir con cuidado y completamente, el espécimen metálico en el volumen de agua. Tomar nota del volumen final. No olvide registrar en su tabla de datos, la capacidad y apreciación de todos los instrumentos volumétricos usados.

Usando un vernier, mida la longitud y diámetro de los especímenes metálicos.

Segunda Parte: dilución de los fragmentos de fusible y cadena de plata

Coloque los especímenes metálicos en un vaso de precipitado de 50 ml y agregue una cantidad de HCl concentrado 12 N que los cubra completamente. Caliente el vaso y su contenido en una plancha, máximo por 30 minutos. Active el cronometro para registrar el tiempo de contacto del espécimen con el medio ácido. Debe reponer el ácido evaporado lentamente gota a gota, pero evitando el exceso del mismo. Observe y tome nota de cualquier cambio en el color de la solución, liberación de gas, o desaparición del espécimen metálico. Registre el tiempo exacto de desaparición del espécimen, en caso de que ocurra.

Al finalizar el tiempo, retire cuidadosamente el vaso de precipitado de la plancha de calentamiento. Deje enfriar dentro de la campana, y retire cuidadosamente el ácido

residual. Lave el espécimen con abundante agua, y seque por 15 minutos en la estufa. Pese y registre el valor en su tabla de datos.

Realice el mismo procedimiento utilizando HCl 10 M, luego HNO₃ 8M y finalmente agua regia (3HCl:1HNO₃ concentrado)

Tercera Parte: dilución de la moneda

Realice el mismo procedimiento de la parte anterior pero con las monedas. Debe usar solución de HCl concentrado (12 N), HCl 10 M, luego HNO₃ 8M y finalmente agua regia (3HCl:1HNO₃ concentrado)

Manejo y análisis de datos

Primera parte: Determinación de la densidad de los especímenes metálicos por el método de la probeta

Usando el volumen inicial V_o y el volumen final V_f de agua dentro de la probeta, determine el volumen de líquido desplazado por el espécimen metálico de acuerdo a la ecuación 3. Este volumen se corresponde con el volumen del espécimen de acuerdo al principio de Arquímedes.

$$V = V_f - V_o \quad \text{Ecuación 16}$$

Usando la masa del espécimen, determine su densidad de acuerdo a la ecuación 4.

$$\rho_{\text{especimen}} = \frac{m}{V} \quad \text{Ecuación 17}$$

Con base en la apreciación de la balanza y de la probeta determine el error aleatorio asociado con la densidad del espécimen. Reporte todos sus cálculos en la sección de Anexos

Usando la longitud y diámetro de los especímenes metálicos, debe estimar de acuerdo a su forma geométrica, el área de cada uno de ellos. Recuerde que esta área se corresponderá con el área expuesta al agente corrosivo.

Segunda y Tercera Parte: Dilución de los fragmentos de fusible y cadena de plata, y monedas

Con la masa inicial y final de cada espécimen debe calcular la pérdida de masa (Δm) para cada uno de ellos. Use el área expuesta (A) estimada para cada espécimen, y calcule la velocidad de disolución, como velocidad de pérdida de peso por unidad de área, para cada espécimen metálico en cada medio ácido, usando la ecuación 5.

$$v = \frac{\Delta m(g)}{\rho \left(\frac{g}{cm^3} \right) A(cm^2) x tiempo(min)} \quad \text{Ecuación 18}$$

Debe juntar los datos de los demás grupos y determinar los valores promedios para la velocidad de pérdida de peso en cada medio ácido para cada espécimen metálico. Recuerde que cada grupo tiene el mismo espécimen y lo sumerge en el mismo conjunto de soluciones ácidas, así que tendrá n réplicas del análisis (n : número de grupos de lab). Cuide de no sumar datos de distintos especímenes metálicos o distintos medios ácidos.

$$v_{promedio} = \frac{\sum_{i=1}^n v_i}{n} \quad \text{Ecuación 19}$$

$$S_{promedio} = \sqrt{\frac{\left(v_i - v_{promedio} \right)^2}{n - 1}}$$

Indicaciones para la elaboración del informe

Contenido teórico que debe estar presente en la introducción y ser usado para la discusión de resultados

¿Qué es la solubilidad y de que variables depende? ¿Qué distingue el proceso químico de dilución de sólidos y/o líquidos en medio acuoso, del proceso de dilución de metales?
 ¿Qué es la corrosión? ¿Qué reacciones de oxido-reducción explican la disolución en

medio ácido? ¿Qué rol juega el pH del medio corrosivo en su poder diluyente? ¿Cómo se mide la velocidad de corrosión uniforme? ¿Qué relación existe entre la velocidad de corrosión uniforme y el poder diluyente de un medio determinado?

Información a incluir en la sección de materiales y métodos

Recuerde que aquí debe describir los pasos seguidos en la realización de la investigación, considerando la justificación que cada uno de ellos tiene dentro del procedimiento. La exposición de estos datos es continua, por lo que no se deben separar los párrafos con viñetas o números. No se trata de escribir en forma de receta los pasos seguidos en el laboratorio. Se prefiere no hacer referencia a procedimientos, valores de concentración o cantidades de sustancias, cuando los métodos son muy comunes y conocidos.

Comience describiendo los reactivos usados (pureza, casa comercial, densidad, normalidad, etc.) Proceda con la descripción de las soluciones empleadas como medio corrosivo.

Describa en un párrafo aparte el método de la probeta para la determinación de la densidad de sólidos.

En otro párrafo describa como determinó la velocidad de corrosión uniforme y como trato matemáticamente los datos experimentales.

Preguntas a las que debe dar respuesta en su discusión de resultados

¿Qué metales conforman la aleación con la que se elaboran los fusibles? ¿Qué especificaciones tiene la plata usada para la elaboración del fragmento de cadena analizado?

¿Qué metales conforman la aleación con la que se elaboran las monedas en estudio (por ejemplo AISI-SAE 1010)? Debe incluir en su informe una tabla con la composición porcentual de cada metal en las aleaciones. ¿Cuáles son las reacciones de oxidación que explican la dilución de los metales presentes en las muestras metálicas analizadas?

¿Qué medio corrosivo (solución ácida) produce la mayor velocidad de corrosión para cada espécimen? ¿Se corresponde este comportamiento con lo esperado para este (estos) metal(es)? Revise su libro de Química Analítica Cualitativa para conocer la capacidad de dilución de cada metal en los diversos medios.

¿Qué es el agua regia? ¿Qué conjunto de reacciones explican su capacidad oxidante ante un metal? ¿Qué comportamiento especial observa para los especímenes metálicos expuestos al agua regia? Explique cuidadosamente.

En caso de construir un tanque para almacenar las soluciones estudiadas, ¿que material usaría para construirlo?

¿Qué sugerencias/recomendaciones podría realizar para mejorar el procedimiento experimental seguido en esta práctica?

Referencias

- 1.- Harris, D. (2007) Análisis Químico Cuantitativo. Editorial Reverté, Barcelona, España, pp. 705-708.
- 2.- Pérez, N. (2004) Electrochemistry and Corrosion Science. Springer-Verlag España.
- 3.- Kelly, R. G. y col. (2002) Electrochemical Techniques in Corrosion Science and Engineering. CRC Press, USA
- 4.- Schweitzer, P. A. (2006) "Fundamentals of metallic corrosion" CRC Press, USA
- 5.- Correa G., Asdrúbal. Monedas Metálicas Venezolanas. Versión Electrónica extraída de <http://www.bcv.org.ve/upload/publicaciones/tecnic6.pdf> el día 27 de Febrero del 2010
- 6.- Banco Central de Venezuela. Catalogo Cono Monetario Venezuela 2008. Versión Electrónica Extraída de <http://www.bcv.org.ve/Upload/Publicaciones/catalogocono.pdf> el 27 de Febrero del 2010
- 7.- Curtman, Luis J. (1959). Análisis químico Cualitativo. Manuel Marín y Cía., Editores. España, pp.143-160

Anexos

Debe incluir aquí todos los valores para las variables medidas experimentalmente, así como también la apreciación de los instrumentos usados para medirlas.

Debe incluir aquí una muestra de cálculo para la densidad del espécimen metálico

Debe también incluir una muestra de cálculo para la velocidad de disolución (velocidad de reacción) de un espécimen metálico

Incluya aquí el cálculo de la velocidad de disolución para cada medio corrosivo y espécimen metálico.

Tablas para la adquisición de datos

Tabla 1. Determinación de la densidad de los especímenes metálicos por el método de la probeta

| | | |
|---|--------------------|-----------------|
| Fecha: _____ | Analista(s): _____ | Grupo no. _____ |
| Equipo usado: Balanza _____ | | |
| Fabricante: _____ Modelo: _____ Apreciación: _____ | | |
| Apreciación de los instrumentos volumétricos usados: | | |
| 1. Instrumento: _____ Clase (A/B): _____ Apreciación: _____ mL Tolerancia: _____ mL | | |
| 2. Instrumento: _____ Clase (A/B): _____ Apreciación: _____ mL Tolerancia: _____ mL | | |
| 3. Instrumento: _____ Clase (A/B): _____ Apreciación: _____ mL Tolerancia: _____ mL | | |
| Reactivo(s) : _____ | | Pureza: _____ |
| Fabricante: _____ | | |
| Reactivo(s) : _____ | | Pureza: _____ |
| Fabricante: _____ | | |
| Reactivo(s) : _____ | | Pureza: _____ |
| Fabricante: _____ | | |

| Especímen | Masa inicial (g) | Longitud (mm) | Diámetro (mm) | Grosor (moneda) (mm) |
|-----------|---------------------|---------------|------------------|-------------------------|
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |

OBSERVACIONES y/o CALCULOS:

Tabla 2. Dilución de los fragmentos de fusible y cadena de plata

Fecha: _____ Analista(s): _____ Grupo no. ____

Equipo usado: Balanza _____

Fabricante: _____ Modelo: _____ Apreciación: _____

Apreciación de los instrumentos volumétricos usados:

1. Instrumento: _____ Clase (A/B): ____ Apreciación: ____ mL Tolerancia: ____ mL

2. Instrumento: _____ Clase (A/B): ____ Apreciación: ____ mL Tolerancia: ____ mL

3. Instrumento: _____ Clase (A/B): ____ Apreciación: ____ mL Tolerancia: ____ mL

Reactivo(s) : _____ Pureza: _____

Fabricante: _____

Reactivo(s) : _____ Pureza: _____

Fabricante: _____

Reactivo(s) : _____ Pureza: _____

Fabricante: _____

| Espécimen | Masa Final (g) solución H ₂ SO ₄ 37 N | Masa Final (g) solución HCl 4 M | Masa Final (g) solución HNO ₃ 8 M | Masa Final (g) solución Agua Regia |
|-----------|---|---------------------------------------|---|--|
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |

OBSERVACIONES y/o CALCULOS:

Tabla 3. Dilución de las monedas

Fecha: _____ Analista(s): _____ Grupo no. ____

Equipo usado: Balanza _____

Fabricante: _____ Modelo: _____ Apreciación: _____

Apreciación de los instrumentos volumétricos usados:

1. Instrumento: _____ Clase (A/B): ____ Apreciación: ____ mL Tolerancia: ____ mL

2. Instrumento: _____ Clase (A/B): ____ Apreciación: ____ mL Tolerancia: ____ mL

3. Instrumento: _____ Clase (A/B): ____ Apreciación: ____ mL Tolerancia: ____ mL

Reactivo(s) : _____ Pureza: _____

Fabricante: _____

Reactivo(s) : _____ Pureza: _____

Fabricante: _____

Reactivo(s) : _____ Pureza: _____

Fabricante: _____

| Espécimen | Masa Final (g) solución HCl 12 M | Masa Final (g) solución HCl 4 M | Masa Final (g) solución HNO ₃ 8 M | Masa Final (g) solución Agua Regia |
|-----------|--|---------------------------------------|---|--|
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |

OBSERVACIONES y/o CALCULOS:

Práctica 4: Volumetría de Neutralización: Estandarización de soluciones ácidas y alcalinas. Determinación del contenido de ácido acético del vinagre comercial

Introducción

La volumetría es un método de análisis químico cuantitativo, en el cual la concentración de una solución se determina mediante un proceso llamado valoración.

En el proceso se determina la concentración de una sustancia disuelta en solución, a través de la titulación con otra solución de soluto y concentración conocidos.

La solución de concentración conocida se denomina solución valorada o patrón, y generalmente se coloca en una bureta, la solución de concentración desconocida se coloca en una fiola. La solución valorada se agrega lentamente hasta alcanzar “el punto de equivalencia” de la titulación. Esto sucede cuando los equivalentes de la sustancia valorada añadidos se hacen numéricamente iguales a los de la sustancia a valorar ya que la reacción debe seguir una estequiometría definida.

El “punto final” de la valoración se determina normalmente de manera visual a través de un cambio característico y nítido, en la sustancia a valorar o en el indicador, según sea el caso. El “indicador” es una sustancia que se añade en pequeña cantidad a la solución de la sustancia a valorar, que tiene la capacidad de modificar su color cuando la acidez del medio cambia. Al alcanzar el “punto de equivalencia” la sustancia indicadora cambia de color y a este punto se le conoce como “punto final” de la valoración. Por ejemplo el azul de bromotimol, indicador comúnmente usado durante titulaciones de neutralización, cambia su color en solución de amarillo a azul en las cercanías del punto final de una titulación de NaOH con HCl.

La sustancia indicadora se escoge de forma tal que el punto de equivalencia de la reacción que ocurre entre la sustancia valorada y el titulante, se encuentre dentro del intervalo de viraje del indicador.

La volumetría se divide de acuerdo a la reacción que se produce entre el valorante y el valorado en:

De neutralización o ácido – base.

De formación de complejos.

De precipitación.

De oxido reducción.

Esta es una práctica correspondiente a la volumetría de neutralización o ácido – base. En ella se utilizan ácidos o bases como sustancias valorantes de bases o ácidos.

El punto final de la valoración lo da el cambio de un indicador ácido – base, cuya característica es el de presentar una coloración dada según el pH del medio.

Objetivos Generales

- Conocer y aplicar el procedimiento típico para la estandarización de soluciones ácidas y alcalinas de uso común en prácticas de laboratorio
- Determinar la concentración de ácido acético en el vinagre comercial mediante la valoración con una solución valorada de NaOH.

Equipos, Reactivos y Material de Laboratorio

Equipos

Campana de extracción de Gases

Balanza Analítica

Reactivos

Ácido clorhídrico concentrado 12 N

Hidróxido de Sodio

Carbonato de Sodio

Soluciones

Fenolftaleína al 0.3 % p/v

Naranja de Metilo al 0.3 % p/v

Material de Laboratorio

Varillas de vidrio

Vasos de Precipitado

Cilindro Graduado

Buretas

Erlenmeyers

Muestras a analizar

Vinagre comercial

Metodología Experimental

Primera parte: Preparación de soluciones de ácido clorhídrico (HCl) e hidróxido de sodio (NaOH)

Para el desarrollo de la práctica requerirá de una solución de HCl y una solución de NaOH para realizar las titulaciones. Puede usar las soluciones preparadas durante la Práctica no. 2

En caso de no tenerlas, deberá preparar 100 ml de HCl aproximadamente 0,1 N, a partir del HCl concentrado. Prepare también 100 ml de NaOH aproximadamente 0,1 N, a partir del NaOH grado reactivo. En ambos casos, considere las indicaciones dadas durante el trabajo práctico no.2 para la preparación correcta de las soluciones.

Segunda Parte: Valoración de una solución de HCl aproximadamente 0.1N con Na_2CO_3 , utilizando naranja de metilo como indicador.

En esta parte se utiliza Na_2CO_3 como patrón primario para valorar la solución de HCl. El ácido clorhídrico comercial es una solución de HCl gaseoso en agua, por lo que no es posible pesar con exactitud la cantidad necesaria de él, para preparar una solución de concentración exacta.

Es por ello que la normalidad de una solución de HCl, preparada diluyendo cierto volumen de la solución comercial, se determina por valoración con una solución preparada de normalidad exactamente conocida, pesando la cantidad necesaria de una sustancia básica de alta pureza como es el Na_2CO_3 .

En este caso se colocan 10 ml de la solución de Na_2CO_3 en un erlenmeyer y se añaden el indicador naranja de metilo 2 gotas. La solución de ácido clorhídrico cuya normalidad no se conoce con exactitud se coloca en la bureta. Se titula la solución de Na_2CO_3 con la

solución HCl hasta el viraje del indicador. Se realizan 3 determinaciones. Realice el cálculo de la normalidad de la solución de HCl, recordando que un mol de carbonato de sodio contiene 2 equivalentes.

Tercera Parte: Observación de los 2 puntos de equivalencia en la valoración de una solución de Na_2CO_3 con HCl.

Coloque 10 ml de la solución de Na_2CO_3 en un elenmeyer y agréguele una gota de fenolftaleína; Mantenga la solución valorada en el paso (1) en la bureta y deje caer lentamente la solución de HCl hasta observar el cambio de color del indicador. En este punto detenga la adición de HCl, anote la lectura de la bureta y agregue dos gotas de naranja de metilo; y luego continúe con la titulación dejando caer lentamente la solución de ácido hasta el cambio de color del indicador.

Cuarta Parte: Valoración de una solución de NaOH aproximadamente a 0.1N con la solución de HCl cuya normalidad se conoce en el paso 1.

Se coloca 10 ml de la solución de NaOH en un erlenmeyer y se le agrega una gota del indicador fenolftaleína. La solución valorada de HCl se mantiene en la bureta. Se titula la solución de NaOH con HCl hasta el viraje del indicador. Se realizan 3 determinaciones. Calcule la normalidad de la solución de NaOH

Quinta Parte: Determinación de la concentración de ácido acético en el vinagre comercial por valoración con la solución de NaOH valorada en el paso 3.

En un matraz aforado de 100 ml, coloque 10 ml de vinagre comercial (el cual tiene un aproximado de 5% v/v de ácido acético) y dilúyalo con agua destilada hasta el aforo del matraz. Se colocan 10 ml del vinagre diluido en un erlenmeyer y se le agrega una gota del indicador fenolftaleína. Realice 3 determinaciones titulando con el NaOH valorado en el paso anterior. La solución de NaOH se coloca en la bureta. Recuerde lavar y curar la bureta antes de iniciar la titulación.

Manejo y análisis de datos

Primera parte: Determinación de los errores aleatorios asociados a la normalidad de las soluciones de Hidróxido de Sodio y Ácido Clorhídrico preparadas

Usando las apreciaciones de todos los instrumentos volumétricos usados en la preparación de las soluciones, así como también la apreciación de la balanza; debe determinar el error aleatorio asociado a la normalidad de las soluciones preparadas. Haga uso de la información sobre la apreciación de instrumentos volumétricos ofrecida en la práctica no.1, y de la información recabada en el Laboratorio acerca de este ítem.

Recuerde que los errores aleatorios de la concentración de soluciones preparadas con un soluto sólido se pueden calcular mediante la siguiente expresión:

$$N = \frac{\text{equivalentes}}{\text{Volumen}} = \frac{\text{Masa}}{PE \times \text{Volumen}} = \frac{W}{PE \times V}$$

$$\left(\frac{\sigma_N}{N}\right)^2 = \left(\frac{\sigma_W}{W}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_V}{V}\right)^2$$

Ecuación

$$\sigma_N = N \times \sqrt{\left(\frac{\sigma_W}{W}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_V}{V}\right)^2}$$

20

Donde

σ_M Error aleatorio asociado a la normalidad de la solución o desviación estándar de la molaridad de la solución

σ_W Error aleatorio asociado con la determinación de la masa, desviación estándar de la pesada o apreciación del instrumento de medición de la masa

σ_V Error aleatorio asociado con la determinación del volumen, desviación estándar del volumen o apreciación del instrumento volumétrico

La ecuación 1 se modifica si el soluto es líquido de la siguiente manera:

$$N = \frac{\text{equivalentes}}{\text{Volumen}} = \frac{\text{Masa}}{PE \times \text{Volumen}} = \frac{V_{sto} \times \rho_{sto}}{PE \times V}$$

$$\left(\frac{\sigma_N}{N}\right)^2 = \left(\frac{\sigma_{V_{sto}}}{V_{sto}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_V}{V}\right)^2$$

$$\sigma_N = N \times \sqrt{\left(\frac{\sigma_{V_{sto}}}{V_{sto}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_V}{V}\right)^2}$$

Ecuación 21

En este caso:

$\sigma_{V_{sto}}$ Error aleatorio asociado con la determinación del volumen del soluto, desviación estándar del volumen del soluto o apreciación del instrumento volumétrico usado para medir el volumen del soluto

Segunda y Cuarta Parte: Valoración de una solución de HCl y de una solución de NaOH aproximadamente a 0.1N

Con el volumen de solución titulante correspondiente al punto final de la titulación en las tres réplicas del análisis, determine el volumen promedio de equivalencia y su desviación estándar.

$$v_{promedio} = \frac{\sum_{i=1}^n v_i}{n}$$

$$\sigma_{promedio} = \sqrt{\frac{(v_i - v_{promedio})^2}{n-1}}$$

Ecuación 22

Considerando que en el punto de equivalencia se cumple que los equivalentes de la solución titulante (N_1) y de la solución a titular (N_2) son iguales, determine el error aleatorio asociado a la normalidad de la solución a titular según la expresión:

$$V_1 N_1 = V_2 N_2$$

$$\left(\frac{\sigma_{N_2}}{N_2}\right)^2 = \left(\frac{\sigma_{V_2}}{V_{\text{PromedioEquivalencia}}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{N_1}}{N_1}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{V_1}}{V_1}\right)^2 \quad \text{Ecuación 23}$$

$$\sigma_{N_2} = N_2 \times \sqrt{\left(\frac{\sigma_{V_2}}{V_{\text{PromedioEquivalencia}}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{N_1}}{N_1}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{V_1}}{V_1}\right)^2}$$

V_1 se refiere al volumen de la alícuota de solución conocida que introdujo en la fiola para realizar la titulación (por ejemplo, 10 mL de solución de Na_2CO_3 en el caso de la titulación de HCl), N_1 se refiere a la normalidad de la solución conocida (por ejemplo 0.1 N en el caso de la titulación de HCl), y V_2 se refiere al Volumen promedio para el punto de equivalencia de la titulación.

Tercera Parte: Observación de los 2 puntos de equivalencia en la valoración de una solución de Na_2CO_3 con HCl.

Usando los volúmenes de solución titulante correspondientes al cambio de color de los indicadores, determine el pH del punto de equivalencia y compare con los valores teóricos esperados. Determine que tan adecuados son los indicadores usados para detectar cada punto de equivalencia, en base a su rango de viraje. Use sus libros de Química Analítica para hallar la forma de estimar el pH de cada punto de equivalencia.

Quinta Parte: Determinación de la concentración de ácido acético en el vinagre comercial por valoración con la solución de NaOH valorada en el paso 3.

Con el volumen de solución titulante correspondiente al punto final de la titulación en las tres réplicas del análisis, determine el volumen promedio de equivalencia y su desviación estándar.

Así mismo, determine el error aleatorio asociado a la normalidad del vinagre, y la concentración del vinagre en porcentaje peso/peso (% p/p) usando el Peso Equivalente del Ácido Acético y considerando que la densidad de la solución es aproximadamente 1 g/cm^3

Con el valor promedio para el %p/p de ácido acético en el vinagre hallado experimentalmente, determine el error absoluto porcentual de la variable mediante la siguiente expresión:

$$ErrorAbsoluto(\%) = \frac{\left(\% \frac{P}{P}\right)_{experimental} - ValorEsperado}{ValorEsperado} \times 100$$

Ecuación 24

$$ErrorAbsoluto(\%) = \frac{\left(\% \frac{P}{P}\right)_{experimental} - 5}{5} \times 100$$

Indicaciones para la elaboración del informe

Contenido teórico que debe estar presente en la introducción y ser usado para la discusión de resultados

Principios básicos de una titulación de neutralización. Concepto del Punto de equivalencia de una titulación. ¿Cuáles son las diferencias entre el punto de equivalencia y el punto final de una titulación?. ¿Qué es un Indicador y como funciona? ¿Qué es el pKa de un indicador? ¿Cómo se determina el rango de viraje de un indicador y por que?. Explique de manera general las ecuaciones que regulan el equilibrio químico de los sistemas buffer formados en las cercanías de los puntos de equivalencia cuando se titulan electrolitos débiles con electrolitos fuertes. Describa algunas aplicaciones de las titulaciones de neutralización en el análisis de alimentos.

Información a incluir en la sección de materiales y métodos

Recuerde que aquí debe describir los pasos seguidos en la realización de la investigación, considerando la justificación que cada uno de ellos tiene dentro del procedimiento. La exposición de estos datos es continua, por lo que no se deben separar los párrafos con viñetas o números. No se trata de escribir en forma de receta los pasos seguidos en el laboratorio. Se prefiere no hacer referencia a procedimientos, valores de concentración o cantidades de sustancias, cuando los métodos son muy comunes y conocidos.

Comience describiendo los reactivos usados (pureza, casa comercial, densidad, normalidad, etc.) Proceda con la descripción de las soluciones empleadas como medio corrosivo.

¿Qué es un patrón primario? ¿Qué características debe reunir una solución para ser considerada patrón primario? ¿por qué la solución de carbonato de sodio puede considerarse como un patrón primario? ¿por qué una solución de ácido clorhídrico o de hidróxido de sodio no pueden considerarse como un patrón primario?

Preguntas a las que debe dar respuesta en su discusión de resultados

Para cada solución estudiada debe responder a lo siguiente: ¿Cuál es la normalidad de la solución titulante y la de la solución titulada con su respectivo error aleatorio? ¿Cuál es el pH en el(los) punto(s) de equivalencia? ¿Qué ecuaciones químicas explican este pH? ¿Qué indicador usó para determinar el punto final de la titulación y por qué? ¿Está el pH del punto de equivalencia dentro del rango de viraje de los indicadores usados? De no estarlo, ¿qué error se comete al determinar la concentración de la solución? Explique cuál es la ecuación química del equilibrio de disociación de los indicadores usados (fenolftaleína y naranja de metilo). Indique claramente la fórmula molecular de cada una de las especies involucradas en estas ecuaciones. Indique el rango de viraje de cada indicador. Explique también por qué debe añadir solo una muy pequeña porción de indicador en cada ensayo de titulación de neutralización.

¿Qué ecuaciones químicas explican el sistema buffer formado durante la titulación de carbonato de sodio con HCl? ¿Qué ecuaciones químicas explican el sistema buffer formado durante la titulación del ácido acético con NaOH?

¿Cuál es la concentración del ácido acético en el vinagre comercial? ¿Coincide con el valor esperado? ¿Cuál es el error absoluto asociado a la concentración del ácido acético en vinagre hallada experimentalmente? ¿Cómo podría reducir este error? Calcule la disminución del error aleatorio para cualquier sugerencia que haga en este caso.

¿Qué sugerencias/recomendaciones podría realizar para mejorar el procedimiento experimental seguido en esta práctica?

Referencias

1. Skoog, D. y D. West (1975) Introducción a la Química Analítica. Editorial Reverte, S.A. Madrid, España. p.p. 38-63
2. Skoog, D. A., D. M. West, F. J. Holler, S. R. Crouch. (2001) Química Analítica. Séptima Edición. McGraw-Hill Interamericana Editores S.A. de C.V. México.

Anexos

Debe incluir aquí todos los valores para las variables medidas experimentalmente, así como también la apreciación de los instrumentos usados para medirlas. Registre esta información en las tablas que se incluyen en este documento.

Debe incluir aquí una muestra de cálculo para la normalidad de las soluciones y su error aleatorio en el caso de una titulación de neutralización.

Debe incluir el cálculo para la determinación de la concentración de ácido acético en el vinagre comercial y su respectivo error absoluto porcentual con respecto a la concentración esperada.

Tablas para la adquisición de datos

Tabla 1. Titulación de una solución de Ácido Clorhídrico (HCl) de concentración desconocida con solución de Carbonato de Sodio (Na₂CO₃)

| | | |
|--|--------------------|-------------------|
| Fecha: _____ | Analista(s): _____ | Grupo no. _____ |
| Equipo usado: _____ | | Fabricante: _____ |
| Modelo: _____ | | |
| Concentración de la solución titulante: _____ N | | |
| Volumen HCl concentrado añadido: _____ mL | | |
| Volumen de solución HCl preparada: _____ mL | | |
| Concentración esperada para la solución a titular: _____ N | | |
| Apreciación de los instrumentos volumétricos usados: | | |
| 1. Instrumento: _____ Clase (A/B): _____ | | |
| Apreciación: _____ mL Tolerancia: _____ mL | | |
| 2. Instrumento: _____ Clase (A/B): _____ | | |
| Apreciación: _____ mL Tolerancia: _____ mL | | |
| 3. Instrumento: _____ Clase (A/B): _____ | | |
| Apreciación: _____ mL Tolerancia: _____ mL | | |
| Indicador(es) usado(s): _____ | | |

| Volumen de solución a titular (mL) | Volumen del primer punto de equivalencia (mL) | Volumen del segundo punto de equivalencia (mL) |
|------------------------------------|---|--|
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |

Observaciones y/o cálculos:

Tabla 2. Titulación de una solución de Hidróxido de Sodio (NaOH) de concentración desconocida con la solución de Ácido Clorhídrico (HCl) titulada en la experiencia 1

| Fecha: _____ Analista(s): _____ Grupo no. _____ | |
|---|--|
| Equipo usado: _____ Fabricante: _____ | |
| Modelo: _____ | |
| Concentración de la solución titulante: _____ N | |
| Volumen HCl concentrado añadido: _____ mL | |
| Volumen de solución HCl preparada: _____ mL | |
| Concentración esperada para la solución a titular: _____ N | |
| Apreciación de los instrumentos volumétricos usados: | |
| 1. Instrumento: _____ Clase (A/B): _____preciación: _____ mL Tolerancia: _____ mL | |
| 2. Instrumento: _____ Clase (A/B): _____preciación: _____ mL Tolerancia: _____ mL | |
| 3. Instrumento: _____ Clase (A/B): _____preciación: _____ mL Tolerancia: _____ mL | |
| Indicador(es) usado(s): _____ | |
| Volumen de solución a titular (mL) | Volumen del punto de equivalencia (mL) |
| | |
| | |
| | |
| | |

Observaciones y/o cálculos:

Tabla 3. Titulación del ácido acético (CH₃COOH) en el vinagre comercial con la solución de Hidróxido de Sodio (NaOH) titulada en la experiencia 2

| | |
|--|---|
| Fecha: _____ Analista(s): _____ Grupo no. _____ | |
| Equipo usado: _____ Fabricante: _____ | |
| Modelo: _____ | |
| Concentración de la solución titulante: _____ N | |
| Volumen HCl concentrado añadido: _____ mL | |
| Volumen de solución HCl preparada: _____ mL | |
| Concentración esperada para la solución a titular: _____ N | |
| Apreciación de los instrumentos volumétricos usados: | |
| 1. Instrumento: _____ Clase (A/B): _____preciación: _____mL Tolerancia: _____ mL | |
| 2. Instrumento: _____ Clase (A/B): _____preciación: _____mL Tolerancia: _____ mL | |
| 3. Instrumento: _____ Clase (A/B): _____preciación: _____mL Tolerancia: _____ mL | |
| Indicador(es) usado(s): _____ | |
| Volumen de solución a titular (mL) | Volumen del primer punto de equivalencia (mL) |
| | |
| | |
| | |
| | |

Observaciones Y/O CALCULOS:

Práctica 5: Volumetría de Neutralización: Determinación del contenido de nitrógeno y proteínas en lácteos a través del Método Kjeldahl

Introducción

El método Kjeldahl es el método más antiguo para la determinación de la concentración de nitrógeno orgánico presente en una muestra. Fue propuesto en 1883 por el químico danés Johan Kjeldahl, y hoy en día, más de cien años después, aún es usado para el análisis de muestras de alimentos (para humanos y para animales), muestras de agua potable, agua residual, agua de lluvia y extractos de aerosoles atmosféricos; muestras de fertilizantes, muestras de combustible, etc.

El método Kjeldahl es catalogado como un método de oxidación húmeda, porque busca la ruptura, y posterior oxidación de los fragmentos a la forma iónica (NH_4^+), de todas las moléculas complejas de nitrógeno presentes en una muestra (proteínas, ácidos nucleicos, humus, aminas, aminoácidos, etc.) en una solución líquida.

Debe recordarse que el nitrógeno puede encontrarse en las muestras bajo las siguientes formas:

Mineral:

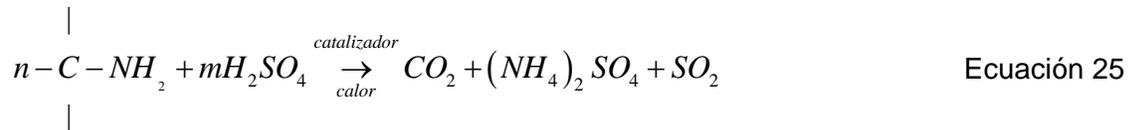
- Nitrógeno nítrico o amoniacal en solución
- Amonio Intercambiable.
- Amonio no intercambiable ó amonio fijo.
- Nitrógeno molecular de la atmósfera intersticial

Orgánica:

- Formas identificables: Proteínas, Ácidos nucleicos y amino azúcares, aminoácidos, aminas, amidas.
- Formas complejas no identificables: Heterociclos, Altos polímeros (Humus y Lignina)
- Formas introducidas artificialmente: Nitrógeno químico orgánico (urea, cianamida, etc.).

Aún que existen muchas variantes del método Kjeldahl, éste consiste en tres etapas fundamentales: digestión, destilación y titulación. Durante la digestión se busca la

conversión a amonio (NH_4^+) de todos los compuestos nitrogenados presentes en la muestra. Esta conversión se realiza a elevada temperatura en presencia del reactivo oxidante o digestor, generalmente ácido sulfúrico concentrado, y un catalizador ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ / K_2SO_4), en un proceso que dura entre 3 y 5 horas. La digestión de una molécula compleja como la de una proteína puede representarse de forma general por la siguiente reacción:



Luego de la digestión, se busca la desorción, destilación y captura en forma de amoníaco (NH_3) de todo el NH_4^+ generado. La desorción del NH_3 se produce cuando la muestra digerida se diluye y lleva a un pH ~ 9.5 por adición de solución de hidróxido de sodio (NaOH). La captura del amoníaco liberado se realiza por neutralización con ácido sulfúrico, de la corriente de destilado. Debe saber que el amoníaco se disuelve en el vapor de agua generado durante la destilación, y se condensa junto a éste, formando una solución de naturaleza básica.

En la última etapa, se calcula de manera indirecta cuanto nitrógeno existía en la muestra, al titular con solución de hidróxido de sodio, el ácido sulfúrico remanente de la neutralización del amoníaco.

Entre las desventajas más importantes del método Kjeldahl se encuentran el bajo porcentaje de conversión de algunas sustancias nitrogenadas como la urea, debido a su oxidación incompleta en el medio ácido. Así mismo, otras formas de nitrógeno como las aminas o las amidas, que pueden no ser retenidas como amonio en el producto de digestión, debido a que son transformadas y liberadas como óxidos de nitrógeno o nitrógeno molecular (Cornell *et al.*, 2003).

Aún que es el método más usado para la determinación de proteínas en alimentos, su uso no es apropiado para el análisis de otros tipos de muestras como las de agua de mar, lluvia y aerosoles; debido a las elevadas concentraciones reportadas por los blancos, lo que genera una muy baja precisión y un muy alto nivel de detección (Bronk *et al.*, 2000) . Varios autores acotan además que el método consume una gran cantidad de tiempo, y es propenso a la contaminación por la gran cantidad de pasos intermedios.

En esta práctica, el estudiante conocerá y aplicará por primera vez, el concepto de blanco. Un blanco es una solución que contiene todo lo que la muestra contiene, a excepción del

analito. Se analiza de la misma forma que la muestra, y su concentración se substrahe de la concentración medida para la muestra. A través del análisis del blanco, se busca evitar que cualquier residuo de analito en los reactivos o de cualquier sustancia similar a éste, pueda ser contabilizado erróneamente en la concentración de la muestra analizada. Por ejemplo, si en la solución de ácido sulfúrico que neutralizará al amoníaco destilado, existiera alguna otra sustancia de naturaleza básica; parte de ésta consumiría equivalentes de ácido, y estos equivalentes consumidos serían contabilizados como nitrógeno presente en la muestra, cuando en realidad no provienen de ella. Para comprender mejor este concepto deben estudiarse cuidadosamente las etapas del método Kjeldahl, prestando particular atención a las reacciones que ocurren entre las sustancias químicas presentes.

Objetivos Generales

- Determinar la concentración total de nitrógeno usando el método Kjeldahl en muestras de leche pasteurizada comercial y queso blanco fresco
- Estimar el contenido de proteína de muestras de leche pasteurizada comercial y queso blanco fresco usando su concentración total de nitrógeno
- Conocer los fundamentos y aplicación del método Kjeldahl para el análisis de muestras de alimentos
- Conocer el concepto de blanco para un método analítico

Equipos, Reactivos y Material de Laboratorio

Equipos

Sistema Kjeldahl

Digestor con termocupla

Guantes.

Tubos de digestión

Reactivos

H₂SO₄ concentrado libre de nitrógeno.

Catalizador $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} / \text{K}_2\text{SO}_4$ (1:20)

Soluciones

Solución de NaOH 0,025 N.

Solución de H_2SO_4 0.05 N

Solución indicadora de Azul de Bromotimol al 0,1% P/V.

Material de Laboratorio

Vaso de precipitado de 250 ml

Pipeta de 1 ml

Bureta de 50 ml

Muestras a analizar

Leche pasteurizada (250 ml) en su presentación comercial

Queso blanco fresco (~ 100 g)

NOTA: Cada grupo debe aportar su colaboración para traer al laboratorio las muestras a analizar. Las cantidades requeridas son suficientes para que trabajen todos los grupos de una misma sección.

Metodología Experimental

Primera parte: Digestión de los compuestos nitrogenados presentes en la muestra problema

Pesar 1 ml de leche pasteurizada y 0,2 g de queso por duplicado en los tubos de digestión. Agregar el catalizador $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} / \text{K}_2\text{SO}_4$ en relación 1/20 y 10ml. de H_2SO_4 concentrado. Colocar lana de vidrio al tubo y llevarlo al digestor aumentando gradualmente la temperatura hasta alcanzar 420°C por un tiempo aproximado de 3 a 5 horas. Digerir hasta que la solución tome un color claro transparente.

Segunda Parte: Preparación del Blanco para el Análisis

En un tubo de digestión agregar el catalizador $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} / \text{K}_2\text{SO}_4$ en relación 1/20 y 10ml. de H_2SO_4 concentrado. Colocar lana de vidrio al tubo y llevarlo al digestor

umentando gradualmente la temperatura hasta alcanzar 420 °C por un tiempo aproximado de 3 a 5 horas. Digerir hasta que la solución tome un color claro transparente.

Tercera Parte: Destilación y neutralización del amoníaco producido por digestión de la muestra problema

El material digestado se lleva a destilar, colocándole a la muestra 40 ml de NaOH 50 % p/p. Aparte en un vaso de precipitado de 250 mL, se vierten 20 ml de H₂SO₄ 0.05 N y unas gotas del indicador (azul de bromotimol). Esta solución se coloca a la salida del refrigerante, de tal manera que el tubo del refrigerante quede sumergido en el H₂SO₄ 0.05 N, para recoger el NH₃ destilado. Una vez que se chequea que todas las conexiones del equipo de destilación están ajustadas, se inicia la destilación. Se destila hasta que el líquido condensado muestra ser neutro al papel de pH.

Este procedimiento se repite para todas las muestras, y el blanco.

Cuarta Parte: Titulación del ácido sulfúrico residual con Hidróxido de Sodio (NaOH) 0.025 N utilizando azul de bromotimol como indicador.

En esta parte se somete a titulación, la solución ácida donde se recolectó el amoníaco destilado. Su objetivo es determinar los equivalentes de ácido que no fueron consumidos por el amoníaco. Para ello debe tomar la solución final del paso anterior, y titularla con NaOH 0,025 N; éste se debe colocar en una bureta para titular el exceso de H₂SO₄ 0.05 N hasta cambio de color del indicador.

Realice él cálculo de la normalidad de la solución de ácido sulfúrico, recordando que un mol de éste ácido contiene 2 equivalentes.

Manejo y análisis de datos

Primera parte: Determinación de la concentración de nitrógeno y proteína en la muestra problema

Usando el volumen de solución titulante gastado para la muestra problema y el blanco debe calcular el porcentaje de nitrógeno en las muestras analizadas.

$$\% \text{Nitrógeno} = (\% N) = \frac{(V_{\text{blanco}} - V_{\text{muestra}})_{\text{NaOHconsumido}} \times E_N \times N_{\text{NaOH}}}{10 \times m}$$

Ecuación 26

Una vez calculada la cantidad de nitrógeno en la muestra, se puede calcular el porcentaje de las proteínas según la fórmula siguiente:

$$\% \text{Proteínas} = \% N \times \text{Factor de Concentración} \quad \text{Ecuación 27}$$

Donde:

V_{blanco} : es el volumen gastado o consumido de solución titulante de NaOH en la titulación del blanco

V_{muestra} : es el volumen gastado o consumido de solución titulante de NaOH en la titulación de la muestra

N_{NaOH} : normalidad de la solución titulante de NaOH

E_N : peso equivalente del nitrógeno

m : masa de la muestra analizada en g

Factor de concentración: Representa la relación de peso esperada entre nitrógeno y proteína en una muestra determinada. Por ejemplo para leche y otros productos lácteos, se sabe que las proteínas contienen entre 15 y 18% de nitrógeno; por lo que el factor sería igual a:

$$\text{Factor de Concentración} = \frac{100 \text{ gramos proteína}}{15.5 \text{ gramos Nitrógeno}}$$

$$\text{Factor de Concentración} = 6.45 \frac{\text{gramos proteína}}{\text{gramo Nitrógeno}}$$

Para otros alimentos el factor toma diferentes valores

Con base en las apreciaciones de todos los instrumentos volumétricos usados y la balanza, debe determinar el error aleatorio asociado al % de nitrógeno en las muestras. Consulte con el Técnico del Laboratorio acerca del error asociado a la normalidad de la solución titulante.

Ya que cada muestra fue analizada por duplicado debe determinar la concentración aritmética promedio de nitrógeno y proteína en cada una de ellas. Use los errores aleatorios calculados para cada concentración, y determine el error aleatorio de la concentración promedio.

Compare el contenido de nitrógeno y proteína determinados experimentalmente con los valores esperados para las muestras de leche y queso. Utilice la información ofrecida por el fabricante del queso o el comerciante de la leche. Determine el error absoluto porcentual de la variable mediante la siguiente expresión:

$$ErrorAbsoluto(\%) = \frac{(\% N \text{ o } \% Proteína)_{experimental} - ValorEsperado}{ValorEsperado} \times 100 \quad \text{Ecuación 28}$$

Por ejemplo, la leche pasteurizada y homogeneizada Táchira, reporta en la tabla de información nutricional, impresa en su envase; que 200 mL de leche contienen 7 g de proteínas. El valor esperado para el % de Proteína es una muestra de leche Táchira sería de aproximadamente de 3.5 % (p/p).

Indicaciones para la elaboración del informe

Contenido teórico que debe estar presente en la introducción y ser usado para la discusión de resultados

¿Cuál es el objetivo del método Kjeldahl? ¿Quién lo inventó? ¿En cuántas etapas consiste el método? ¿Por qué se emplea un catalizador en la etapa de digestión? ¿Cuál es el rol que juega este catalizador? ¿Cuáles son las desventajas y las ventajas del método Kjeldahl? En la actualidad, ¿Qué muestras pueden analizarse a través del método? ¿Por qué es importante el análisis de nitrógeno en muestras de alimentos? ¿Qué es una proteína y cuál es su fórmula empírica general? ¿Qué importancia tiene el contenido de nitrógeno en las aguas residuales y aguas de lluvia, y que relación guarda esta concentración con el llamado fenómeno de eutrofización? ¿Qué otros métodos para la determinación de nitrógeno orgánico existen?

Información a incluir en la sección de materiales y métodos

Recuerde que aquí debe describir los pasos seguidos en la realización de la investigación, considerando la justificación que cada uno de ellos tiene dentro del procedimiento. La exposición de estos datos es continua, por lo que no se deben separar los párrafos con viñetas o números. No se trata de escribir en forma de receta los pasos seguidos en el

laboratorio. Se prefiere no hacer referencia a procedimientos, valores de concentración o cantidades de sustancias, cuando los métodos son muy comunes y conocidos.

Comience describiendo los reactivos usados (pureza, casa comercial, densidad, normalidad, etc.) Proceda con la descripción de las soluciones empleadas como medio corrosivo. Indique los datos importantes acerca de cada una de las etapas del método. Por ejemplo, tiempo y temperatura de la digestión; tipo de equipo usado para la digestión, etc.

Explique que es un blanco, y que tipo de blanco uso durante su experimento. Por qué debe usarse un blanco durante el análisis de muestras por el Método Kjeldahl. Con base en lo ocurrido en las etapas del método Kjeldahl, deduzca la ecuación que le permitirá determinar el contenido de proteínas y nitrógeno presentes en las muestras analizadas.

Indique cual es la ecuación química del equilibrio de disociación del indicador usado (azul de bromotimol).

Preguntas a las que debe dar respuesta en su discusión de resultados

¿Qué reacciones químicas o fenómenos químicos ocurren en cada una de las etapas del método Kjeldahl? ¿Cuál es el contenido de nitrógeno y proteína esperado para leche pasteurizada y queso fresco? ¿Cuál es el contenido de nitrógeno y proteína medido experimentalmente para las muestras de leche pasteurizada y queso fresco? Indicar las concentraciones con sus respectivos errores aleatorios. ¿Están las concentraciones medidas dentro de los límites esperados para la leche? De no estarlo, ¿Cuál es el error absoluto asociado a la concentración de nitrógeno y proteína hallada experimentalmente para las muestras? ¿Cómo podría reducir este error?

Para demostrar la importancia del análisis del blanco determine cuántos equivalentes de base se neutralizaron en el blanco y a qué porcentaje de nitrógeno se hubieran podido asociar?

¿Qué sugerencias/recomendaciones podría realizar para mejorar el procedimiento experimental seguido en esta práctica?

Referencias

1. Skoog, D. A., D. M. West, F. J. Holler, S. R. Crouch. (2001) Química Analítica. Séptima Edición. McGraw-Hill Interamericana Editores S.A. de C.V. México.

2. Tomar, M. (1999) *Quality Assessment of water and wastewater* Lewis Publishers, USA.
3. Cornell, S.E., Jickells, T.D., Cape, J.N., Rowland, A.P., and Duce, R.A. (2003) Organic nitrogen deposition on land and coastal environments: a review of methods and data. *Atmospheric Environment*, 37, 2173-2191.
4. Bronk, D.A., Lomas, M.W., Glibert, P.M., Schukert, K.J., and Sanderson, M.P. (2000) Total dissolved nitrogen analysis: comparisons between the persulfate, UV and high temperature oxidation methods. *Marine Chemistry*, 69, 163-178.
5. Rose Scientific Ltd. Kjeldahl Chemistry: A Brief Overview Extraído de <http://www.rosesci.com/Products/Chemical%20Analysis/Kjeldahl%20Chemistry%20-%20> el 23 de Marzo del 2010.
6. CATLAB: El Portal de los Laboratorios Analíticos. Cuantificación de Proteínas mediante el método Kjeldahl. Extraído de <http://www.catlab.com.ar/notas.php?idm=319&accion1=notas> el el 23 de Marzo del 2010

Anexos

Debe incluir aquí todos los valores para las variables medidas experimentalmente, así como también la apreciación de los instrumentos usados para medirlas. Registre esta información en las tablas que se incluyen en este documento.

Debe incluir aquí una muestra de cálculo para el porcentaje de nitrógeno y proteína con sus respectivos errores aleatorios

Tablas para la adquisición de datos

Tabla 1. Titulación del producto de digestión de la muestra con solución de Hidróxido de Sodio (NaOH)

| | | |
|--|--------------------|--|
| Fecha: _____ | Analista(s): _____ | Grupo no. _____ |
| Equipo usado: _____ | | Fabricante: _____ |
| Modelo: _____ | | |
| Concentración de la solución titulante: _____ N | | |
| Apreciación de los instrumentos volumétricos usados: | | |
| 1. Instrumento: _____ | Clase (A/B): _____ | Apreciación: _____ mL Tolerancia: _____ mL |
| 2. Instrumento: _____ | Clase (A/B): _____ | Apreciación: _____ mL Tolerancia: _____ mL |
| 3. Instrumento: _____ | Clase (A/B): _____ | Apreciación: _____ mL Tolerancia: _____ mL |
| Características de los reactivos usados: | | |
| Reactivo: _____ | Fabricante: _____ | Pureza: _____ |
| Reactivo: _____ | Fabricante: _____ | Pureza: _____ |
| Reactivo: _____ | Fabricante: _____ | Pureza: _____ |
| Indicador(es) usado(s): _____ | | |

| Tipo de muestra | Número de réplica | Peso (g) o Volumen (mL) de la muestra analizada | Volumen de solución a titular (mL) | Volumen del punto de equivalencia (mL) |
|-----------------|-------------------|---|------------------------------------|--|
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |

Observaciones y/o cálculos:

Práctica 6: Volumetría de Precipitación: Determinación de Cloruros en la sal comestible por el método de Mohr

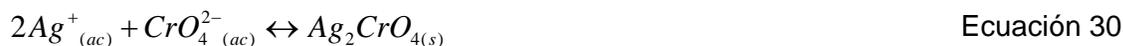
Introducción

El método de Mohr es uno de los procedimientos más aplicados para la determinación de haluros presentes en una muestra tales como los cloruros y los bromuros. Fue inventado en 1865 por el químico farmacéutico alemán K. F. Mohr, pionero en el desarrollo de las valoraciones. Este método consiste en una valoración directa empleando como agente valorante una solución de Nitrato de Plata (AgNO_3) y como indicador una solución de Cromato de Potasio (K_2CrO_4). A medida que la solución de AgNO_3 es añadida a la muestra se forma continuamente un precipitado de color blanco de haluro de Plata (AgCl) tal como se muestra en la siguiente reacción:



Donde X- puede ser: Cl-, Br-.

El punto final de la valoración se detecta por la aparición de un segundo precipitado de Cromato de Plata (Ag_2CrO_4) de color rojizo producto de la reacción ocurrida entre el agente valorante y el indicador una vez que ha terminado de precipitar el analito objeto de cuantificación. La reacción que se lleva a cabo en este punto se muestra a continuación:



La valoración del método de Mohr se debe llevar a cabo a un pH de 7 a 10 ya que si la solución es muy básica precipitará la plata en forma de hidróxido de plata (AgOH), lo cual conduciría a un excesivo consumo de iones Ag^+ en la valoración. Por otro lado, si la solución es muy ácida, se desplazará la reacción de formación del ión cromato hacia la formación de ácido crómico débil y en consecuencia disminuiría la concentración del indicador, afectándose así la sensibilidad del mismo.

La determinación de cloruros en una de las aplicaciones más importantes del método de Mohr. El ion cloruro (Cl^-) es el halógeno más difundido en la naturaleza y generalmente se encuentra combinado en forma de cloruro de sodio (NaCl). Está presente en el agua de mar y en el agua de ríos y estuarios, en donde tiene gran influencia sobre la vida silvestre. Tiene importantes implicaciones en los mecanismos de las reacciones de corrosión y también en el sabor del agua potable. Desempeña un rol muy importante en el cuerpo humano sobre todo en el funcionamiento de las membranas y en la absorción de agua, así como también en los fluidos corporales y en los jugos gástricos. Los iones cloruros, en forma de cloruro de sodio, desempeñan múltiples funciones en los alimentos. Influyen en las características organolépticas de los mismos, definiendo el sabor salado y resaltando el resto de los sabores. Además cumplen un papel fundamental en el proceso de conservación sobre todo en los productos cárnicos, ya que al añadirlos como conservantes, eliminan una gran parte del agua contenida en estos productos, inhibiéndose así el desarrollo de microorganismos y la actividad enzimática. Por todas estas razones es fundamental determinar el contenido de cloruros en el control de calidad de muestras de aguas y alimentos, así como también durante el análisis de muestras biológicas.

Durante la práctica experimental el estudiante deberá determinar el contenido de cloruro de sodio en una muestra alimenticia y la comparará con las especificaciones de calidad que se han establecido para el mismo. Al final de la práctica el estudiante deberá ser capaz de realizar la determinación de cualquier halógeno en una matriz dada aplicando una volumetría directa de precipitación, tal como se hace en el método de Mohr.

Objetivos Generales

- Determinar la concentración de cloruros en una muestra de Ketchup comercial aplicando el método de Mohr.
- Conocer los fundamentos y aplicación del método de Mohr para el análisis de alimentos.
- Conocer el funcionamiento de los indicadores químicos en las titulaciones de precipitación a través de la observación del rol del cromato de potasio en el Método de Mohr

Equipos, Reactivos y Material de Laboratorio

Reactivos

AgNO₃ PA

K₂CrO₄ PA

NaOH PA

Fenolftaleína RE

Soluciones

Solución de AgNO₃ 0,1 N

Solución de NaOH 0,1 N

Solución de K₂CrO₄ al 5% m-V

Solución de Fenolftaleína al 1% m-V

Muestra a analizar

Sal comestible o de uso culinario

Metodología Experimental

Primera Parte: Preparación del patrón primario de cloruro de sodio (NaCl)

Pese en una balanza analítica de precisión ± 0.0001 g, la cantidad requerida de NaCl para preparar 100 ml de una solución de normalidad 0.02 N. Tome cuidadosamente el sólido, trasvase a vaso de precipitado, disuelva en agua destilada y transfiera cuantitativamente al matraz volumétrico. Afore y homogeneice muy bien la solución.

Segunda Parte: Estandarización de la solución titulante de Nitrato de Plata (AgNO_3) con el patrón primario de NaCl

Coloque la solución titulante de AgNO_3 en la bureta, previamente curada. Deberá realizar este ensayo por triplicado, por lo que tendrá que contar con tres erlenmeyer de 50 mL, limpios y secos. Mida con una pipeta volumétrica, previamente lavada y curada, una alícuota de 10 ml de solución patrón de NaCl , transfírala a cada uno de los erlenmeyer. Agregue 1 ml del indicador K_2CrO_4 de concentración 0.01 M. Diluya con 20 ml de agua destilada. Note el color que va tomando la solución desde la adición de la primera gota de titulante.

Titule hasta alcanzar el punto final de la valoración, el cual se logra cuando aparece el precipitado pardo rojizo de Ag_2CrO_4 , que le otorga un color pardo rosáceo a la solución blanquecina del precipitado de cloruro de plata.

Tercera Parte: Preparación de la muestra problema (sal de uso culinario)

Pese en una balanza analítica de precisión ± 0.0001 g, la cantidad requerida de muestra problema (sal de uso culinario) para preparar 100 ml de una solución. Seleccione la masa correcta de muestra de forma tal que la alícuota de su solución, pueda ser titulada con facilidad con la solución titulante de AgNO_3 del paso anterior. Realice los pasos necesarios para la aplicación del Método de Mohr al análisis de la solución problema.

Cuarta Parte: Determinación del contenido de cloruros en la muestra problema

Se transfiere la alícuota tomada a un erlenmeyer y se añaden 1 ml del indicador K_2CrO_4 de concentración 0.01 M y 20 mL de agua destilada. Se valora con solución de nitrato de plata 0.1 N hasta la aparición del color observado en el punto final de la titulación del patrón primario de NaCl . Realice este análisis por triplicado, o hasta que los volúmenes del punto final concuerden en 0.10 mL

Manejo y análisis de datos

Primera Parte: Preparación del patrón primario de cloruro de sodio (NaCl)

Con base en las apreciaciones de todos los instrumentos volumétricos usados y la apreciación de la balanza, debe determinar el error aleatorio asociado a la normalidad de la solución patrón de NaCl. Use las ecuaciones dadas para el caso de soluto sólido, en la práctica sobre preparación de soluciones. Haga uso de la información sobre la apreciación de instrumentos volumétricos ofrecida en la práctica no.1, y de la información recabada en el Laboratorio acerca de este ítem.

Segunda Parte: Estandarización de la solución titulante de Nitrato de Plata (AgNO₃) con el patrón primario de NaCl

Consulte con el Técnico del Laboratorio acerca del error asociado a la normalidad de la solución titulante de AgNO₃. Ya que la estandarización se realiza por triplicado, debe considerar que el volumen de equivalencia es el promedio aritmético de los volúmenes hallados en las réplicas. Recuerde que asumiremos que el error de este volumen será la desviación estándar del trío de valores medidos, según lo indica la ecuación siguiente.

$$v_{promedio} = \frac{\sum_{i=1}^n v_i}{n}$$

Ecuación 31

$$\sigma_{promedio} = \sqrt{\frac{(v_i - v_{promedio})^2}{n-1}}$$

Considerando que en el punto de equivalencia se cumple que los equivalentes de la solución titulante (N_1) y de la solución a titular (N_2) son iguales, determine el error aleatorio asociado a la normalidad de la solución a titular según la expresión:

$$V_1 N_1 = V_{\text{PromedioEquivalencia}} N_2$$

$$\left(\frac{\sigma_{N_2}}{N_2}\right)^2 = \left(\frac{\sigma_{V_{\text{PromedioEquivalencia}}}}{V_{\text{PromedioEquivalencia}}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{N_1}}{N_1}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{V_1}}{V_1}\right)^2$$

$$\sigma_{N_2} = N_2 \times \sqrt{\left(\frac{\sigma_{V_{\text{PromedioEquivalencia}}}}{V_{\text{PromedioEquivalencia}}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{N_1}}{N_1}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{V_1}}{V_1}\right)^2}$$

Ecuación 32

V_1 se refiere al volumen de la alícuota de solución en la fiola para realizar la titulación, N_1 se refiere a la normalidad de la solución titulante, y $V_{\text{PromedioEquivalencia}}$ se refiere al Volumen aritmético promedio para el punto de equivalencia de la titulación.

Cuarta Parte: Determinación del contenido de cloruros en la muestra problema

Use la normalidad de la solución titulante hallada en el ítem anterior, y el promedio aritmético del volumen del punto final, para determinar la normalidad de la muestra problema. Recuerde que el método de Mohr asume que en el punto final de la titulación, el volumen gastado de solución titulante de AgNO_3 contiene una cantidad de equivalentes exactamente igual a los equivalentes presentes en el volumen de muestra problema analizado. Introduzca sus resultados experimentales en la ecuación anterior para determinar la normalidad de la muestra problema y su error asociado.

Determine la pureza de la muestra analizada, haciendo una relación entre la masa de cloruro de sodio equivalente al contenido de cloruros determinado experimentalmente y la masa de la muestra analizada.

Tome los resultados de los otros analistas de su clase, y obtenga el valor promedio para la pureza de la muestra con su respectiva desviación estándar.

Compare la pureza determinada experimentalmente con el valor esperado para la muestra problema, que coincide con la pureza reportada para el producto por el fabricante. Debe verificar este valor en el empaque del producto. Determine el error absoluto porcentual de la variable mediante la siguiente expresión:

$$\text{ErrorAbsoluto}(\%) = \frac{(\text{Pureza})_{\text{experimental}} - \text{ValorEsperado}}{\text{ValorEsperado}} \times 100$$

Ecuación 33

Indicaciones para la elaboración del informe

Contenido teórico que debe estar presente en la introducción y ser usado para la discusión de resultados

¿Cuál es el objetivo del método de Mohr? ¿Quién lo inventó? ¿Por qué se dice que consiste en una valoración por precipitación? ¿Cuáles son los fundamentos de la titulación por precipitación? ¿Cuáles son las desventajas y las ventajas del método de Mohr? En la actualidad, ¿Qué muestras pueden analizarse a través del método? ¿Por qué es importante el análisis de cloruros en muestras de alimentos? ¿Qué importancia tiene el contenido de cloruros en el agua usada para enfriamiento en intercambiadores de calor o en calderas para la producción de vapor? ¿Qué otras aplicaciones del método de Mohr se realizan a nivel industrial? ¿Qué otros métodos para la determinación de cloruros existen?

Información a incluir en la sección de materiales y métodos

Recuerde que aquí debe describir los pasos seguidos en la realización de la investigación, considerando la justificación que cada uno de ellos tiene dentro del procedimiento. La exposición de estos datos es continua, por lo que no se deben separar los párrafos con viñetas o números. No se trata de escribir en forma de receta los pasos seguidos en el laboratorio. Se prefiere no hacer referencia a procedimientos, valores de concentración o cantidades de sustancias, cuando los métodos son muy comunes y conocidos.

Comience describiendo los reactivos usados (pureza, casa comercial, densidad, normalidad, etc.) Proceda con la descripción de las soluciones empleadas como medio corrosivo.

¿Qué indicador usará para estimar el punto de equivalencia en la titulación? ¿Cómo funciona este indicador? (no coloque aquí la reacción química correspondiente al cambio de color, déjelo para la discusión de sus resultados)

Preguntas a las que debe dar respuesta en su discusión de resultados

¿Qué reacciones químicas o fenómenos químicos ocurren antes, en, y después del punto de equivalencia durante la aplicación del método de Mohr al análisis de muestras? ¿Qué

compuestos se forman? ¿Cuál es su solubilidad y producto de solubilidad a la temperatura del análisis?

¿Qué indicador usará para estimar el punto de equivalencia en la titulación? ¿Cómo funciona este indicador?

Usando sus conocimientos sobre precipitación de sales, y sobre la solubilidad y la constante del producto de solubilidad o K_{ps} , explique cómo es que el cromato de plata se puede usar como indicador?

Tabla 2 Solubilidad de algunas sales de plata [2]

| Compuesto | Temp(°C) | Solubilidad(g/L) | Formula | Peso Formula | %Ag | Kps |
|------------------|----------|------------------|----------------------------------|--------------|-------|------------------------|
| Cromato de Plata | 25 | 0.035 | Ag ₂ CrO ₄ | 331.73 | 65.02 | 1.12×10 ⁻¹² |
| Cloruro de Plata | 25 | 0.00193 | AgCl | 143.32 | 75.26 | 1.77×10 ⁻¹⁰ |
| Cloruro de Plata | 10 | 0.00089 | AgCl | 143.32 | 75.26 | |
| Cloruro de Plata | 100 | 0.21 | AgCl | 143.32 | 75.26 | |

¿Cuál es el contenido de cloruros en N y g/L medido experimentalmente para la solución de la muestra problema? (Indicar las concentraciones con sus respectivos errores aleatorios) De acuerdo a esto, ¿Qué pureza tiene la muestra de sal comercial analizada (con su respectivo error aleatorio)? ¿Cuál es el error absoluto asociado a la pureza de la sal hallada experimentalmente? De ser diferentes entre sí, la pureza de la muestra y la reportada por el fabricante, ¿Qué puede concluir acerca de la exactitud del método de Mohr? ¿Qué otras reacciones pudieron haber alterado sus resultados? (indique claramente la reacción de formación de las sales y su constante de producto de solubilidad)

¿Cuál es el valor promedio de la pureza para la sal y su desviación estándar a partir de las experiencias de todos los grupos de su clase? ¿Qué puede decir acerca de la precisión alcanzada durante la aplicación del método de Mohr?

Referencias

1. Skoog, D. A., D. M. West, F. J. Holler, S. R. Crouch. (2001) Química Analítica. Séptima Edición. McGraw-Hill Interamericana Editores S.A. de C.V. México. p.p. 371-375

2. Harris, D. C. (2001) Análisis Químico Cuantitativo. Segunda Edición. Editorial Reverté, S.A. Barcelona, España. p.p.153-158

Anexos

Debe incluir aquí todos los valores para las variables medidas experimentalmente, así como también la apreciación de los instrumentos usados para medirlas. Registre esta información en las tablas que se incluyen en este documento.

Debe incluir aquí los cálculos de todas las variables requeridas en la sección de tratamiento de datos, así como la concentración de cloruros en la muestra problema con su respectivo error aleatorio.

Tablas para la adquisición de datos

Tabla 1. Preparación del patrón primario de NaCl

Fecha: _____ Analista(s): _____ Grupo: _____

Equipo usado: _____ Apreciación: _____

Fabricante: _____ Modelo: _____ País de Fabricación: _____

Apreciación de los instrumentos volumétricos usados:

1. Instrumento: _____ Clase (A/B): _____ Apreciación: _____ mL Tolerancia: _____ mL

2. Instrumento: _____ Clase (A/B): _____ Apreciación: _____ mL Tolerancia: _____ mL

3. Instrumento: _____ Clase (A/B): _____ Apreciación: _____ mL Tolerancia: _____ mL

Características de los reactivos usados:

Reactivo: _____ Fabricante: _____ Pureza: _____

Reactivo: _____ Fabricante: _____ Pureza: _____

Reactivo: _____ Fabricante: _____ Pureza: _____

| Masa de NaCl (g) | Volumen de solución preparada (mL) | Concentración de NaCl en patrón (N) | Error de la concentración del patrón de NaCl (N) |
|------------------|------------------------------------|-------------------------------------|--|
| | | | |
| | | | |

Observaciones y/o cálculos:

Tabla 2. Estandarización de la solución titulante de Nitrato de Plata (AgNO₃) con el patrón primario de NaCl

Fecha: _____ Analista(s): _____ Grupo no. ____

Equipo usado: _____ Apreciación: _____

Fabricante: _____ Modelo: _____ País de Fabricación: _____

Apreciación de los instrumentos volumétricos usados:

1. Instrumento: _____ Clase (A/B): ____ Apreciación: ____ mL Tolerancia: ____ mL

2. Instrumento: _____ Clase (A/B): ____ Apreciación: ____ mL Tolerancia: ____ mL

3. Instrumento: _____ Clase (A/B): ____ Apreciación: ____ mL Tolerancia: ____ mL

Características de los reactivos usados:

Reactivo: _____ Fabricante: _____ Pureza: _____

Reactivo: _____ Fabricante: _____ Pureza: _____

Reactivo: _____ Fabricante: _____ Pureza: _____

| Tipo de muestra | Número de réplica | Peso (g) o Volumen (mL) de la muestra analizada | Volumen de solución a titular (mL) | Volumen del punto de equivalencia (mL) |
|-----------------|-------------------|---|------------------------------------|--|
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |

Observaciones y/o cálculos:

Tabla 3. Determinación del contenido de cloruros en la muestra problema

Fecha: _____ Analista(s): _____ Grupo no. ____

Equipo usado: _____ Apreciación: _____

Fabricante: _____ Modelo: _____ País de Fabricación: _____

Apreciación de los instrumentos volumétricos usados:

1. Instrumento: _____ Clase (A/B): ____ Apreciación: ____ mL Tolerancia: ____ mL

2. Instrumento: _____ Clase (A/B): ____ Apreciación: ____ mL Tolerancia: ____ mL

3. Instrumento: _____ Clase (A/B): ____ Apreciación: ____ mL Tolerancia: ____ mL

Características de los reactivos usados:

Reactivo: _____ Fabricante: _____ Pureza: _____

Reactivo: _____ Fabricante: _____ Pureza: _____

Reactivo: _____ Fabricante: _____ Pureza: _____

Indicador usado: _____ Concentración: _____

| Tipo de muestra | Número de réplica | Peso (g) o Volumen (mL) de la muestra analizada | Volumen de solución a titular (mL) | Volumen del punto de equivalencia (mL) |
|-----------------|-------------------|---|------------------------------------|--|
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |

Observaciones y/o cálculos:

Práctica 7: Volumetría de Complejometría: Determinación de la dureza del agua

Observación Importante: Cada grupo deberá buscar y llevar al laboratorio el día de la práctica, 2 muestras problema: una de agua potable y otra de agua de río.

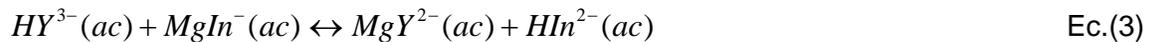
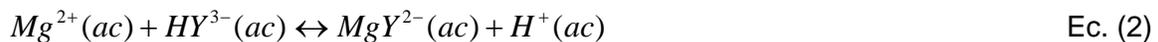
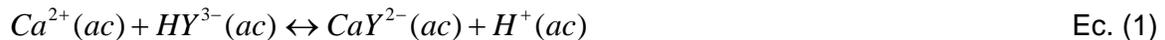
El término dureza se refiere a la concentración total de iones alcalinotérreos que están presentes en el agua, los cuales son los responsables de una gran cantidad de problemas asociados con el uso de la misma. De todos los metales alcalinotérreos, los cationes que principalmente contribuyen a la dureza del agua son el Ca^{2+} y el Mg^{2+} , debido a que la concentración de los mismos es mucho mayor que la de los otros iones presentes.

Los problemas asociados con el uso de agua dura están relacionados principalmente con los procesos de calentamientos domésticos e industriales. Al calentar por largos períodos de tiempo muestras de agua con alta dureza, se promueve la precipitación de sales de Ca^{2+} y Mg^{2+} , generando incrustaciones en las paredes del recipiente que las contiene o de las tuberías por donde circulan. Esto trae como consecuencia una pérdida en la eficiencia de la transferencia de calor, en el caso de calderas o intercambiadores de calor, así como también una disminución en el diámetro interno de las tuberías. Otro de los problemas ocasionados por el uso de agua dura está relacionado con la formación de sales insolubles por reacción entre los iones alcalinos y las moléculas de jabón. Ésta reacción compite con la “reacción” limpiadora de los jabones, requiriéndose mayores cantidades de estos últimos en los procesos industriales o domésticos de limpieza. Adicional a esto, una alta concentración de los iones responsables de la dureza aporta un sabor desagradable al agua potable.

Debido al impacto de los problemas generados con el empleo de aguas con altos contenidos de iones alcalinotérreos, se hace indispensable la determinación de la dureza. Esta determinación se realiza a través de una Valoración Complejométrica, empleando como ligando ácido etilendiaminotetracético (EDTA) estandarizado y negro de eriocromo T como indicador. Éste indicador actúa, al igual que el EDTA, como un compuesto donador de pares de electrones (ligando) por lo que reacciona con los iones metálicos formando compuestos de coordinación o complejos. El negro de eriocromo T (HIn^{2-}), en

su forma libre, imparte una coloración azul cielo a la solución, y combinado en forma de complejo imparte una coloración rojo vino. Por lo tanto, al principio de la titulación, la muestra de agua a analizar, amortiguada a pH 10, mostrará una color rojo vino como resultado de la reacción entre los iones Ca^{2+} y Mg^{2+} presentes en la muestra y el indicador. A medida que avanza la titulación, las moléculas de EDTA (HY^{3-}) añadidas desde la bureta reaccionarán con los iones metálicos libres y al aproximarse al punto de equivalencia romperá las moléculas de complejo Metal-Indicador liberando el indicador a la solución y transformando su coloración a azul cielo. Este cambio físico visible indicará el fin de la titulación.

Las reacciones que se llevan a cabo durante la titulación se muestran a continuación:



A pesar de que los iones Ca^{2+} y el Mg^{2+} son los responsables del resultado obtenido en la titulación, el mismo se reporta solo en función de los iones Ca^{2+} en forma de miligramos de CaCO_3 por litro de solución (mg CaCO_3/L , ppm). Las muestras de agua de diferentes fuentes pueden poseer durezas muy variadas que van desde aguas muy blandas hasta aguas muy duras. En función de los ppm de CaCO_3 reportados las muestras de agua se pueden clasificar como se muestra en la tabla N°3.

Tabla 3 . Clasificación de la Dureza del Agua según los ppm de CaCO₃ de la solución.

| TIPO DE AGUA | mg CaCO ₃ /L |
|----------------------|-------------------------|
| Blanda | Hasta 50 |
| Moderadamente Blanda | 50 – 100 |
| Ligeramente Dura | 100 – 150 |
| Moderadamente Dura | 150 – 200 |
| Dura | 200 – 300 |
| Muy Dura | Más de 300 |

Durante la práctica el estudiante deberá inicialmente estandarizar una solución de EDTA con una solución estándar de CaCO₃ y luego emplear esta solución en la determinación de la dureza de dos muestras problemas que **EL ESTUDIANTE DEBERÁ TRAER AL LABORATORIO**, una muestra de agua potable y otra muestra de agua de río.

Objetivos Generales

- Determinar la dureza del agua en muestras de agua potable y agua de río mediante un ensayo volumétrico de complejometría con EDTA
- Comprender los principios químicos que rigen la formación de complejos a través del estudio de la formación de quelatos entre los iones de metales alcalino-térreos, principalmente calcio y magnesio, y el agente quelante EDTA
- Conocer el funcionamiento de los indicadores químicos en las titulaciones de precipitación a través de la observación del rol del cromato de potasio en el Método de Mohr

Equipos, Reactivos y Material de Laboratorio

Reactivos

Negro de Eriocromo T Indicador para valorar metales

Sodio Cloruro PA (NaCl)

Amonio Cloruro PA (NH₄Cl)

Amoniac 25% PA (Hidróxido de Amonio) ($\text{NH}_3_{ac} = \text{NH}_4\text{OH}$)
EDAT- $\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ PA (Ácido Etilendiaminotetraacético Sal Disódica)
Magnesio Cloruro Hexahidrato PA ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)
Calcio Carbonato PA (CaCO_3)
Ácido Clorhídrico PA
Rojo de Metilo Indicador

Soluciones

Ácido Clorhídrico (1:1)
Amonio Hidróxido 3 N
Rojo de Metilo al 0,1% en Etanol

Muestras a analizar

Agua de río
Agua potable

Metodología Experimental

Primera Parte: Preparación del indicador Negro de Eriocromo

Pese 0.5 g de negro de Eriocromo y 100 gramos de Cloruro de Sodio (NaCl) en una balanza analítica de precisión ± 0.0001 g. Vierta ambos sólidos en un mortero, y triture cuidadosamente hasta obtener un polvo homogéneo. Reserve este sólido en un lugar seguro, para ser utilizado posteriormente como indicador durante la titulación.

Segunda Parte: Preparación de la solución amortiguadora

Pese 6,75 g. de Cloruro de Amonio (NH_4Cl) en una balanza analítica de precisión ± 0.0001 g. Vierta esta sal cuidadosamente en un vaso de precipitado, limpio y seco; con una capacidad de 250 ml. Tome el vaso de precipitado, y movílcese hacia la campana de extracción de gases. Allí, añada 57 ml de hidróxido de amonio concentrado al vaso de precipitado, y agite cuidadosamente, con una varilla de vidrio, hasta disolver la sal en el líquido. Permanezca en la campana, tome la solución de NH_4Cl y trasfírela a un matraz volumétrico de 100 ml. Diluya con agua destilada hasta el aforo. Usando papel indicador, verifique que el pH de esta solución amortiguadora esté ligeramente arriba de 10.

Tercera Parte: Preparación de una solución de EDTA 0,01 M

Usando un vaso de precipitado limpio, pese 3,7224 g. de EDTA o sal disódica dihidratada y 0.1 g. de $\text{MgCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ en una balanza analítica de precisión ± 0.0001 g. Disuelva ambos sólidos con cierta cantidad de agua destilada, agitando con una varilla de vidrio. Transfiera esta solución a un matraz volumétrico de 1000 ml y complete hasta el aforo con agua destilada. Si la solución luce turbia, adicione unas cuantas gotas de hidróxido de sodio 0.1 M hasta aclarar la solución Mezclar bien la solución.

Cuarta Parte: Preparación de la solución estándar de carbonato de Calcio

Ponga a secar en estufa a 105 °C durante 2 horas, unos cuantos gramos de Carbonato de Calcio, patrón primario para este análisis. Deje enfriar este sólido en el interior de un desecador. Pese 0,5 g. de esta sal en una balanza analítica de precisión ± 0.0001 g, y transféralo a un vaso de precipitado de 500 ml de capacidad. Agregue poco a poco solución de HCl (1:1), hasta que el carbonato de Calcio se disuelva o que no aparezca efervescencia y la solución sea clara. Agregue a esta solución 200 ml de agua destilada, hierva por varios minutos para expulsar el CO_2 . Enfríe, agregue 3 gotas del indicador rojo de metilo y agite hasta obtener un color intermedio anaranjado, por la adición de NH_4OH 3 N ó HCl (1:1), según se requiera. Transfiera esta solución a un matraz volumétrico de 500 ml. Complete con agua destilada hasta el aforo y mezcle bien la solución. Cada mililitro de esta solución equivale a un miligramo de Carbonato de Calcio.

Quinta Parte: Estandarización de la solución de EDTA con carbonato de calcio. Determinación del Título de la Solución de EDTA 0,01M

Tome una alícuota de 10 ml de la solución estándar de Carbonato de Calcio en un erlenmeyer de 250 ml y adicione 1 ml de solución amortiguadora de Amonio-Cloruro de Amonio. Luego agregue con una espátula una pequeña cantidad del Indicador Negro de Eriocromo.

Titule con cuidado empleando la solución de EDTA hasta el punto donde el color cambia de rojo vino a azul puro. En la solución no debe aparecer ningún tinte de rojo, realice este procedimiento tres veces.



Figura 2. Coloración de la solución durante la titulación de la solución de EDTA con la solución de Carbonato de calcio. Izquierda) antes del punto de equivalencia. Derecha) después del punto de equivalencia

Sexta Parte: Determinación de la dureza en muestras de agua

Tome una alícuota de 50 ml de la muestra problema, y transfírela a un erlenmeyer de 250 ml, agregue 1 ml de solución amortiguadora y con una espátula agregue un poquito del indicador Negro de Eriocromo T. Titule con la solución estándar de EDTA valorada anteriormente hasta el cambio de color de rojo vino a azul puro, realice este procedimiento tres veces.

Repita el procedimiento para la muestra problema restante.

Manejo y análisis de datos

Primera Parte: Preparación de la solución estándar de carbonato de Calcio

Con base en las apreciaciones de todos los instrumentos volumétricos usados y la apreciación de la balanza, debe determinar el error aleatorio asociado con la concentración de la solución de carbonato de calcio. Use las ecuaciones dadas para el caso de soluto sólido, en la práctica sobre preparación de soluciones. Haga uso de la información sobre la apreciación de instrumentos volumétricos ofrecida en la práctica no.1, y de la información recabada en el Laboratorio acerca de esta variable.

Segunda Parte: Estandarización de la solución de EDTA con carbonato de calcio. Determinación del Título de la Solución de EDTA 0,01M

Ya que la estandarización se realiza por triplicado, debe considerar que el volumen de equivalencia es el promedio aritmético de los volúmenes hallados en las réplicas. Recuerde que asumiremos que el error de este volumen será la desviación estándar del trío de valores medidos, según lo indica la ecuación siguiente.

$$v_{promedio} = \frac{\sum_{i=1}^n v_i}{n}$$

$$\sigma_{promedio} = \sqrt{\frac{(v_i - v_{promedio})^2}{n-1}}$$

Ecuación 34

Para facilitar los cálculos, en lugar de hallar la normalidad de la solución de Carbonato de Calcio, se determina el número de miligramos de CaCO_3 que equivalen a cada mililitro de la solución de EDTA de acuerdo al volumen promedio del punto final de la titulación. La cantidad hallada ($\text{mgCaCO}_3/\text{mL}$ de EDTA) es llamada **Título de la Solución de EDTA**.

$$T = \text{Titulo}(\text{SolEDTA}) = \frac{V_{CaCO_3} \times C_{CaCO_3}}{(V_{\text{Pr medioEquivalencia}})_{EDTA}} \left[\frac{\text{mg}_{CaCO_3}}{\text{mL} - EDTA} \right]$$

$$\left(\frac{\sigma_T}{T} \right)^2 = \left(\frac{\sigma_{V_{\text{Pr medioEquivalencia}}}}{V_{\text{Pr medioEquivalencia}}} \right)^2 + \left(\frac{\sigma_{V_{CaCO_3}}}{V_{CaCO_3}} \right)^2 + \left(\frac{\sigma_{C_{CaCO_3}}}{C_{CaCO_3}} \right)^2$$

$$\sigma_T = T \times \sqrt{\left(\frac{\sigma_{V_{\text{Pr medioEquivalencia}}}}{V_{\text{Pr medioEquivalencia}}} \right)^2 + \left(\frac{\sigma_{V_{CaCO_3}}}{V_{CaCO_3}} \right)^2 + \left(\frac{\sigma_{C_{CaCO_3}}}{C_{CaCO_3}} \right)^2}$$

Ecuación 35

V_{CaCO_3} se refiere al volumen de la alícuota analizada de la solución de carbonato de calcio, C_{CaCO_3} se refiere a la concentración en mg/L de Carbonato de Calcio. $\sigma_{V_{CaCO_3}}$ se refiere a la apreciación del instrumento volumétrico usado para medir la alícuota de solución de carbonato de calcio, y $\sigma_{C_{CaCO_3}}$ se refiere al error aleatorio asociado con la concentración de la solución de carbonato de calcio.

Tercera Parte: Determinación de la dureza en muestras de agua

Usando la ecuación 1, calcule el volumen promedio de solución de EDTA (y su respectiva desviación estándar) para la titulación de cada muestra problema de agua. Determine la dureza de la muestra analizada (en $\text{mgCaCO}_3/\text{L} \sim \text{ppm}$ o partes por millón) con sus respectivo error aleatorio usando la ecuación 3 con base en la apreciación de los instrumentos volumétricos usados.

$$D = \text{Dureza} = \frac{(V_{\text{Pr medioEquivalencia}})_{EDTA} \times T}{V_{\text{muestra}}} \times 1000$$

$$\left(\frac{\sigma_D}{D} \right)^2 = \left(\frac{\sigma_{V_{\text{Pr medioEquivalencia}}}}{V_{\text{Pr medioEquivalencia}}} \right)^2 + \left(\frac{\sigma_T}{T} \right)^2 + \left(\frac{\sigma_{V_{\text{muestra}}}}{V_{\text{muestra}}} \right)^2$$

Ecuación 36

Usando el valor experimental de la dureza para cada muestra problema, defina su posición en la escala de dureza (Tabla 1)

Indicaciones para la elaboración del informe

Contenido teórico que debe estar presente en la introducción y ser usado para la discusión de resultados

¿Qué es una valoración por complejometría? ¿A qué se le llama complejo o quelato? ¿Qué tipo de analitos suelen examinarse a través valoraciones por complejometría? ¿Qué es un agente quelante? ¿Cómo trabaja un agente quelante? ¿De qué variables depende la capacidad de asociación del agente quelante? ¿A qué se define como Dureza de una muestra de agua? ¿De dónde viene el nombre de Dureza para esta variable característica del agua? ¿Cómo puede usarse una valoración de complejometría para determinar el nivel de dureza de una muestra de agua? ¿Qué es el EDTA, cuál es su fórmula molecular y cómo funciona? ¿Cuáles son las desventajas y las ventajas de las valoraciones de complejometría para la determinación de la dureza en el agua?

En la actualidad, ¿Qué otras muestras pueden analizarse a través del método? ¿Por qué es importante el análisis de la dureza en muestras de agua y/o efluentes acuosos en la industria? ¿Qué importancia tiene la dureza en el agua usada para enfriamiento en intercambiadores de calor o en calderas para la producción de vapor?

Información a incluir en la sección de materiales y métodos

Recuerde que aquí debe describir los pasos seguidos en la realización de la investigación, considerando la justificación que cada uno de ellos tiene dentro del procedimiento. La exposición de estos datos es continua, por lo que no se deben separar los párrafos con viñetas o números. No se trata de escribir en forma de receta los pasos seguidos en el laboratorio. Se prefiere no hacer referencia a procedimientos, valores de concentración o cantidades de sustancias, cuando los métodos son muy comunes y conocidos.

Comience describiendo los reactivos usados (pureza, casa comercial, densidad, normalidad, etc.) Proceda con la descripción de las soluciones empleadas como medio corrosivo.

Al indicar el tipo de muestras analizadas, por favor indique la procedencia. Evite usar términos no técnicos como agua de chorro, agua de llave, etc. Por ejemplo... agua de río (Río Albarregas, Sector La Hechicera, Mérida, Edo. Mérida, Venezuela) ¿Qué acidez debe tener la solución antes de ser analizada para determinar la dureza y por qué?

¿Cómo se fija y controla este nivel de acidez? ¿En que forma se encuentra el EDTA a este nivel de acidez? ¿Qué indicador usará para estimar el punto de equivalencia en la titulación? ¿Cómo funciona este indicador y que formula estructural tiene? ¿Qué reacciones y/o fenómenos químicos explican su cambio de coloración?

Preguntas a las que debe dar respuesta en su discusión de resultados

¿Qué reacciones químicas o fenómenos químicos ocurren durante la valoración por complejometría de las muestras de agua? ¿Qué formula estructural tiene el complejo formado entre los iones metálicos (Ca^{+2} y Mg^{+2}) y el EDTA?

¿Cuál es la dureza de las muestras analizadas medido experimentalmente para la muestra problema? (Indicar las concentraciones en ppm con sus respectivos errores aleatorios) De acuerdo a la escala de clasificación de Dureza, ¿en qué nivel se encuentran las muestras analizadas? ¿Cuál puede ser la fuente de los iones de calcio y magnesio detectados en las muestras? Bajo las condiciones del ensayo experimental ¿qué sustancias pudieran haber causado interferencias con la determinación de la dureza total? ¿Qué tipo de desviaciones (positivas o negativas) con respecto al valor real esperarías que ocurrieran durante la determinación de la dureza en presencia de estas sustancias?

¿Qué sugerencias/recomendaciones podría realizar para mejorar el procedimiento experimental seguido en esta práctica?

Referencias

1. Skoog, D. A., D. M. West, F. J. Holler, S. R. Crouch. (2001) Química Analítica. Séptima Edición. McGraw-Hill Interamericana Editores S.A. de C.V. México. p.p. 371-375
2. Harris, D. C. (2001) Análisis Químico Cuantitativo. Segunda Edición. Editorial Reverté, S.A. Barcelona, España. p.p.153-158
3. Comisión Venezolana de Normas Industriales (1986). Agua. Determinación de Dureza Total y Calcio. Metodo Volumétrico. Determinación de Magnesio por Cálculo. Norma Venezolana COVENIN 2408-86. Extraído el 30 de Junio del 2010 del sitio Web del Servicio Autónomo Nacional de Normalización, Calidad,

Metrología y Reglamentos Técnicos (SENCAMER):
<http://www.sencamer.gob.ve/sencamer/action/normas-find>

4. Comisión Venezolana de Normas Industriales (1991). Aguas Naturales, Industriales y Residuales. Determinación de Dureza. Norma Venezolana COVENIN 2771-91. Extraído el 30 de Junio del 2010 del sitio Web del Servicio Autónomo Nacional de Normalización, Calidad, Metrología y Reglamentos Técnicos (SENCAMER): <http://www.sencamer.gob.ve/sencamer/action/normas-find>

Anexos

Debe incluir aquí todos los valores para las variables medidas experimentalmente, así como también la apreciación de los instrumentos usados para medirlas. Registre esta información en las tablas que se incluyen en este documento.

Debe incluir aquí los cálculos de todas las variables requeridas en la sección de tratamiento de datos, así como la concentración de cloruros en la muestra problema con su respectivo error aleatorio.

Tablas para la adquisición de datos

Tabla 1. Preparación de las soluciones a emplear en el análisis de dureza por volumetría de complejometría con EDTA

Fecha: _____ Analista(s): _____ Grupo no. ____

Equipo usado: Fabricante: _____ Modelo: _____
País de Fabricación: _____ Apreciación: _____

Apreciación de los instrumentos volumétricos usados:

1. Instrumento: _____ Clase (A/B): ____ Apreciación: ____ mL Tolerancia: ____ mL

2. Instrumento: _____ Clase (A/B): ____ Apreciación: ____ mL Tolerancia: ____ mL

3. Instrumento: _____ Clase (A/B): ____ Apreciación: ____ mL Tolerancia: ____ mL

Características de los reactivos usados:

Reactivo: _____ Fabricante: _____ Pureza: _____

Reactivo: _____ Fabricante: _____ Pureza: _____

Reactivo: _____ Fabricante: _____ Pureza: _____

| Masa de CaCO ₃ (g) | Volumen de solución preparada (mL) | Concentración de CaCO ₃ en patrón (mg/L) | Error de la Concentración de CaCO ₃ en patrón (mg/L) |
|-------------------------------|------------------------------------|---|---|
| | | | |
| | | | |

Observaciones y/o cálculos:

Tabla 2. Estandarización de la solución de EDTA con carbonato de calcio

Fecha: _____ Analista(s): _____ Grupo no. ____

Equipo usado: Fabricante: _____ Modelo: _____
País de Fabricación: _____Apreciación: _____

Apreciación de los instrumentos volumétricos usados:

1. Instrumento: _____ Clase (A/B): ____Apreciación: ____mL Tolerancia: ____ mL

2. Instrumento: _____ Clase (A/B): ____Apreciación: ____mL Tolerancia: ____ mL

3. Instrumento: _____ Clase (A/B): ____Apreciación: ____mL Tolerancia: ____ mL

Características de los reactivos usados:

Reactivo: _____ Fabricante: _____ Pureza: _____

Reactivo: _____ Fabricante: _____ Pureza: _____

Reactivo: _____ Fabricante: _____ Pureza: _____

| Número de réplica | Volumen (mL) de la muestra analizada | Volumen del punto de equivalencia (mL) |
|-------------------|--------------------------------------|--|
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |

Observaciones y/o cálculos:

Tabla 3. Determinación de la dureza en muestras de agua

Fecha: _____ Analista(s): _____ Grupo no. ____

Equipo usado: Fabricante: _____ Modelo: _____
País de Fabricación: _____Apreciación: _____

Apreciación de los instrumentos volumétricos usados:

1. Instrumento: _____ Clase (A/B): ____Apreciación: ____mL Tolerancia: ____ mL

2. Instrumento: _____ Clase (A/B): ____Apreciación: ____mL Tolerancia: ____ mL

3. Instrumento: _____ Clase (A/B): ____Apreciación: ____mL Tolerancia: ____ mL

Características de los reactivos usados:

Reactivo: _____ Fabricante: _____ Pureza: _____

Reactivo: _____ Fabricante: _____ Pureza: _____

Reactivo: _____ Fabricante: _____ Pureza: _____

Indicador usado: _____ Concentración: _____

| Tipo de muestra | Número de réplica | Volumen (mL) de la muestra analizada | Volumen del punto de equivalencia (mL) |
|-----------------|-------------------|--------------------------------------|--|
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |

Observaciones y/o cálculos:

Práctica 8: Volumetría de Oxido-Reducción: Determinación de la concentración de peróxido de hidrogeno en agua oxigenada comercial

Introducción

En la volumetría de óxido reducción se utiliza soluciones patrones de agentes oxidantes o de agentes reductores como valorantes de sustancias reductoras u oxidantes.

En todas las reacciones de óxido reducción (o proceso redox) hay una sustancia reaccionante que se oxida y otro que se reduce, puesto que las dos reacciones se complementan entre sí y son simultáneas; una no tienen lugar sin que suceda la otra.

En las reacciones de óxido reducción los electrones se transfieren del reductor al oxidante. Por lo tanto el agente oxidante (reductor) gana (pierde) electrones y se reduce (oxida) a un estado de menor (mayor) valencia.

La concentración de las soluciones de agentes oxidantes y reductores se expresa preferiblemente en normalidad. El peso equivalente de una sustancia oxidante o reductora se calcula:

Dividiendo el peso fórmula de la sustancia por el cambio total en el número de oxidación que se produce en el proceso de óxido- reducción.

Dividiendo el peso formula de la sustancia por el número de electrones que se transfieren con este peso.

METODO PERMANGANIMETRICO.

El permanganato de potasio es un poderoso oxidante y como tal se utilizan sus soluciones para valorar agentes reductores. La reducción del permanganato de potasio en medio ácido, puede representarse mediante la siguiente ecuación:



Por lo que el equivalente gramo del permanganato de potasio es de 1/5 de mol o sea $158.03/5 = 31.606$.

El KMnO_4 es conocido por actuar durante la titulación como un autoindicador ya que el color violáceo del ion MnO_4^- desaparece al reducirse al ion Mn^{2+} el cual es incoloro. En

consecuencia la titulación puede ser llevada a cabo sin necesidad de emplear ningún tipo de indicador.

El permanganato de potasio no es considerado una estándar primario ya que se descompone fácilmente por la acción de reductores tales como el amoníaco, sustancias orgánicas y polvo que pueden estar presentes en el agua destilada, promoviendo la producción de MnO_2 . Por tal motivo, una vez preparada la solución de permanganato, su concentración disminuirá. Para impartirle cierta estabilidad a la solución, el MnO_2 formado debe ser eliminado por filtración empleando crisoles de vidrio sinterizado. El $KMnO_4$ debe ser almacenado al abrigo de la luz.

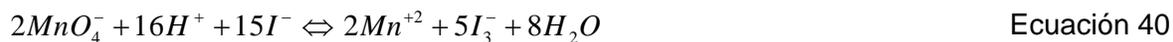
Para determinar la normalidad exacta de una solución de $KMnO_4$ es necesario estandarizarla con una sustancia patrón reductora como el oxalato de sodio ($Na_2C_2O_4$).

YODOMETRIA.

Las titulaciones yodométricas consisten en una titulación indirecta que emplea el yoduro de potasio (KI) como agente reductor. En ésta técnica la concentración de agente oxidante (analito) no se determina directamente a través de la titulación con KI sino que se determina de manera indirecta por la titulación del ion triyoduro (I_3^-) que se forma durante la reacción del KI con el analito. En éste proceso de determinación de la concentración del analito, el KI es añadido en exceso y como resultado de ésta reacción se libera I_3^- , el cual es valorado con solución de tiosulfato de sodio ($Na_2S_2O_3$) en presencia de almidón como indicador. Las reacciones que tienen lugar durante la titulación son las siguientes:



La yodometría se puede utilizar para la determinación de la concentración del $KMnO_4$. Durante éste análisis ocurren las siguientes reacciones (Harris, 2001):



Durante la práctica experimental el estudiante deberá estandarizar (determinar la concentración exacta) una solución de permanganato de potasio por medio de la titulación redox con dos patrones primarios: uno de oxalato de potasio y uno de tiosulfato de sodio. Una vez estandarizada la solución de permanganato de potasio, deberá usarla para determinar a través de un ensayo permanganométrico, la concentración de peróxido de hidrogeno en el agua oxigenada de uso doméstico.

Objetivos Generales

- Determinar la normalidad exacta de una solución de permanganato de potasio por titulación con un patrón primario de oxalato de sodio
- Determinar la normalidad exacta de una solución de permanganato de potasio por valoración indirecta a través del método yodimétrico
- Comparar la exactitud y apreciación de los métodos para la estandarización de la solución de permanganato potásico con oxalato de sodio y tiosulfato de sodio con base en los errores aleatorios asociados a la titulación redox
- Determinar la concentración de peróxido de hidrogeno en el agua oxigenada comercial por titulación permanganométrica

Equipos, Reactivos y Material de Laboratorio

Reactivos

Permanganato de potasio pa

Oxalato de sodio pa

Ácido sulfúrico 95 – 97% pa

Yoduro de potasio pa

Ácido clorhídrico 37% pa

Tiosulfato de sodio pa

Almidón soluble

Soluciones

Permanganato de potasio 0,1 N

Ácido sulfúrico 1,5 N

Ácido sulfúrico 2 N

Ácido clorhídrico 0,5 N

Almidón 0,5% p/v

Tiosulfato de sodio 0,1 N

Muestras a analizar

Agua oxigenada comercial

Metodología Experimental

Primera Parte: Preparación de una solución 0.1N de KMnO_4 .

Pese de 3.2 a 3.5 g de KMnO_4 p.a en un vidrio de reloj. Páselo a un vaso de precipitado de 1.500 ml, agregue 1 litro de agua destilada, tape el vaso con un vidrio de reloj grande, hierva la solución suavemente por 15 – 30 minutos y déjela enfriar a temperatura ambiente. Filtre la solución fría con un filtro de GOOCH de porosidad fina y guárdela en un frasco limpio con tapa esmerilada y mantenga el frasco en la oscuridad o utilice un frasco de color ámbar.

Segunda Parte: Estandarización de la solución de KMnO_4 con $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

Pese con exactitud cerca de 0,1 g de $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ seco en un erlenmeyer de 250 ml, disuelva la muestra en 75ml de ácido sulfúrico 1.5 N. Caliente la solución de $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ entre 80 °C y 90 °C y titule lentamente con la solución de KMnO_4 agitando constantemente con movimientos circulares. El punto final lo determina la aparición de un color rosa tenue que persiste por lo menos 30 segundos. Durante la titulación no debe descender la temperatura por debajo de 60 °C. Realice 3 determinaciones. Determine la normalidad de la solución de KMnO_4 .

Tercera Parte: Determinación del contenido de Peróxido de Hidrógeno (H_2O_2) en el Agua Oxigenada Comercial.

Pipete 1 ml de agua oxigenada comercial (cuyo contenido de H_2O_2 es aproximadamente de un 3%) en un erlenmeyer de 250 ml; diluya con 25 ml de agua destilada y mezcle bien. Acidule con 20 ml de ácido sulfúrico 2 N. Titule esta solución en frío con la solución valorada de $KMnO_4$ hasta la aparición del primer tono rosado permanente. Realice 3 determinaciones.

Cuarta Parte: Valoración de una solución de $KMnO_4$ con tiosulfato de sodio (Valoración por retroceso).

Pesar 2,4 gramos de yoduro de potasio en un erlenmeyer para yodometría se disuelven con 20 ml de ácido clorhídrico 0,5 N. Se añaden 10 ml de solución valorada de $KMnO_4$ por medio de la bureta, aproximadamente 0.1 N y se deja que la reacción transcurra por 10 minutos al abrigo de la luz. Valore el yodo resultante de la reacción, el cual es equivalente al permanganato de potasio contenido en la solución utilizada, con solución de $Na_2S_2O_3$ de normalidad conocida (aproximadamente 0.1 N), usando como indicador 2 ml almidón 0,5%, añadirlos a la solución cuando está presente una coloración amarillo pálido, casi al finalizar la valoración. La solución se tornará de color azul o negro, que desaparecerá en el punto final.

Determine la cantidad de yodo liberado en la reacción y de este valor la normalidad exacta de la solución de $KMnO_4$ y compare el valor con el dado por el técnico del laboratorio.

Manejo y análisis de datos

Primera Parte: Valoración de la solución de $KMnO_4$ con $Na_2C_2O_4$

Consulte con el Técnico del Laboratorio acerca del error asociado a la normalidad de la solución titulante de $Na_2C_2O_4$. Ya que la estandarización se realiza por triplicado, debe considerar que el volumen de equivalencia es el promedio aritmético de los volúmenes hallados en las réplicas. Recuerde que asumiremos que el error de este volumen será la desviación estándar del trío de valores medidos, según lo indica la ecuación siguiente.

$$v_{promedio} = \frac{\sum_{i=1}^n v_i}{n}$$

Ecuación 38

$$\sigma_{promedio} = \sqrt{\frac{\sum (v_i - v_{promedio})^2}{n-1}}$$

Considerando que en el punto de equivalencia se cumple que los equivalentes de la solución titulante (N_1) y de la solución a titular (N_2) son iguales, determine el error aleatorio asociado a la normalidad de la solución a titular según la expresión:

$$V_1 N_1 = V_{PromedioEquivalencia} N_2$$

$$\left(\frac{\sigma_{N_2}}{N_2}\right)^2 = \left(\frac{\sigma_{V_{PromedioEquivalencia}}}{V_{PromedioEquivalencia}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{N_1}}{N_1}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{V_1}}{V_1}\right)^2$$

Ecuación 39

$$\sigma_{N_2} = N_2 \times \sqrt{\left(\frac{\sigma_{V_{PromedioEquivalencia}}}{V_{PromedioEquivalencia}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{N_1}}{N_1}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{V_1}}{V_1}\right)^2}$$

V_1 se refiere al volumen de la alícuota de solución en la fiola para realizar la titulación, N_1 se refiere a la normalidad de la solución titulante, y $V_{PromedioEquivalencia}$ se refiere al Volumen aritmético promedio para el punto de equivalencia de la titulación.

Segunda Parte: Determinación del contenido de Peróxido de Hidrógeno (H_2O_2) en el Agua Oxigenada Comercial.

Use la normalidad de la solución titulante hallada en el ítem anterior, y el promedio aritmético del volumen del punto final, para determinar la normalidad de la muestra problema. Recuerde que en el punto final de la titulación, se asume que el volumen gastado de solución titulante de $KMnO_4$ contiene una cantidad de equivalentes exactamente igual a los equivalentes presentes en el volumen de muestra problema analizado.

Introduzca sus resultados experimentales en las ecuaciones 3 y 4 para determinar la normalidad de la muestra de agua oxigenada y su error asociado.

Usando la normalidad determinada experimentalmente para la muestra de agua oxigenada, determine el porcentaje %p/p de H_2O_2 y compare el contenido reportado por el

fabricante. Verifique que este contenido es de aproximadamente 3 g de H₂O₂ por cada 100 gramos de producto. Determine el error absoluto porcentual de la variable mediante la siguiente expresión:

$$ErrorAbsoluto(\%) = \frac{\left(\% \frac{P}{p}\right)_{experimental} - ValorEsperado}{ValorEsperado} \times 100 \quad \text{Ecuación 40}$$

Otra forma común de expresar el contenido de H₂O₂ en el agua oxigenada comercial es a través del número de unidades de volumen de O₂ (medidos a condiciones estándar de 0°C y 1 atm) que podrían producirse por descomposición de una unidad de volumen de solución de H₂O₂ según la reacción:



De esta forma, cuando se tiene agua oxigenada 30 volúmenes es que al descomponer un litro de solución de H₂O₂ se producen 30 litros de oxígeno a 0°C y 1 atm. Debe determinar para la muestra de agua oxigenada analizada, su concentración equivalente en volúmenes de oxígeno. Compare con la información reportada por el fabricante

Tercera Parte: Valoración de una solución de KMnO₄ con tiosulfato de sodio.

Consulte con el Técnico del Laboratorio acerca del error asociado a la normalidad de la solución titulante de tiosulfato de sodio. Ya que la estandarización se realiza por triplicado, debe calcular el volumen promedio de equivalencia y su desviación estándar usando las ecuaciones 2 y 3. Así mismo debe determinar la normalidad de la solución de permanganato de potasio y su error aleatorio asociado usando la ecuación 4. Adicionalmente debe determinar la molaridad de la solución de permanganato de potasio considerando el conjunto de reacciones redox y/o químicas que ocurren durante cada etapa del análisis yodométrico. No olvide tomar en cuenta el número de electrones cedidos/ganados por las especies reductora y oxidante en cada semi-reacción.

Indicaciones para la elaboración del informe

Contenido teórico que debe estar presente en la introducción y ser usado para la discusión de resultados

¿Cuál es el objetivo de una valoración REDOX? ¿Qué tipo de analitos pueden valorarse a través de una titulación REDOX y por qué? ¿Cuáles son los fundamentos de la titulación REDOX? ¿Cuáles son las desventajas y las ventajas de una titulación REDOX? Con base en los agentes reductores y oxidantes, ¿Cuáles son las titulaciones redox más usadas en ensayos analíticos? En la actualidad, ¿Qué muestras pueden analizarse a través del método? ¿Por qué es importante el análisis del contenido de peróxido de hidrogeno en el agua oxigenada de uso doméstico?

Información a incluir en la sección de materiales y métodos

Recuerde que aquí debe describir los pasos seguidos en la realización de la investigación, considerando la justificación que cada uno de ellos tiene dentro del procedimiento. La exposición de estos datos es continua, por lo que no se deben separar los párrafos con viñetas o números. No se trata de escribir en forma de receta los pasos seguidos en el laboratorio. Se prefiere no hacer referencia a procedimientos, valores de concentración o cantidades de sustancias, cuando los métodos son muy comunes y conocidos.

Comience describiendo los reactivos usados (pureza, casa comercial, densidad, normalidad, etc.) Proceda con la descripción de las soluciones empleadas como medio corrosivo.

¿Por qué se considera que el oxalato de potasio y el tiosulfato de sodio trabajan como un patrón primario para la estandarización de la solución de permanganato de potasio?

En los ensayos permanganométricos ¿Qué reacciones y/o fenómenos químicos explican el cambio de coloración del sistema titulante? ¿Por qué se dice que el permanganato es un indicador redox? En el ensayo iodométrico ¿Cuál es la fórmula estructural del almidón? ¿Por qué se dice que actúa como un indicador de adsorción?

Preguntas a las que debe dar respuesta en su discusión de resultados

Para el ensayo permanganométrico de respuestas en forma continua a las siguientes preguntas: ¿Qué reacciones de oxidación y reacciones de reducción ocurren durante la aplicación del método permanganométrico a la determinación del contenido de peróxido de hidrógeno en la muestra de agua oxigenada comercial de uso doméstico? Con base en la acidez del medio y los potenciales estándares de reducción, indique ¿Quién se oxida y quien se reduce? ¿Cuál es la reacción REDOX para el sistema titulante+muestra? ¿Cuál es la concentración de peróxido de hidrógeno en la muestra analizada de agua oxigenada comercial? Indique claramente si se refiere a %(p/p) o %(v/v). ¿Cuál es el error aleatorio asociado con esta variable? ¿Cuánto dista del valor verdadero reportado por el fabricante del agua oxigenada? ¿Cuál es el valor de la concentración reportado como volúmenes de oxígeno? ¿Cuánto dista del valor verdadero reportado por el fabricante del agua oxigenada?

Para el ensayo de estandarización con oxalato de sodio de respuestas en forma continua a las siguientes preguntas: ¿Qué reacciones de oxidación y reacciones de reducción ocurren durante la aplicación del método permanganométrico a la estandarización de la solución preparada de permanganato de potasio? Con base en la acidez del medio y los potenciales estándares de reducción, indique ¿Quién se oxida y quien se reduce? ¿Qué reacciones y/o fenómenos químicos explican el cambio de coloración del sistema titulante? ¿Cuál es la normalidad de permanganato de potasio en la muestra analizada? ¿Cuál es el error aleatorio asociado con esta variable? ¿Cuánto dista del valor verdadero reportado por el técnico del laboratorio?

Para el ensayo yodimétrico: ¿Qué reacciones de oxidación, reacciones de reducción y/o reacciones químicas ocurren durante la aplicación del método yodimétrico a la estandarización de la solución preparada de permanganato de potasio? Con base en la acidez del medio y los potenciales estándares de reducción, indique ¿Quién se oxida y quien se reduce? ¿Cuál es la reacción REDOX para el sistema titulante+muestra? ¿Cuál es la normalidad de permanganato de potasio en la muestra analizada? ¿Cuál es el error aleatorio asociado con esta variable? ¿Cuánto dista del valor verdadero reportado por el técnico del laboratorio?

¿Cuál método le permitió alcanzar un error aleatorio más bajo para la concentración de permanganato y por qué? ¿Cómo se comparan los resultados de la estandarización de la solución de permanganato potásico con oxalato de sodio y tiosulfato de sodio? Que

pueden decir al respecto? Cual es más precisa con respecto al valor verdadero y por qué? En el futuro... que método de estandarización usaría para las soluciones de permanganato y por qué? Razone sus respuestas.

¿Qué sugerencias/recomendaciones podría realizar para mejorar el procedimiento experimental seguido en esta práctica?

Referencias

1. Skoog, D. A., D. M. West, F. J. Holler, S. R. Crouch. (2001) Química Analítica. Séptima Edición. McGraw-Hill Interamericana Editores S.A. de C.V. México. p.p. xxx-xxx
2. Harris, D. C. (2001) Análisis Químico Cuantitativo. Segunda Edición. Editorial Reverté, S.A. Barcelona, España. p.p.407-427
3. Harvey, David. (2002) Química Analítica Moderna. McGraw Hill. Madrid. p.p. 239-240.

Anexos

Debe incluir aquí todos los valores para las variables medidas experimentalmente, así como también la apreciación de los instrumentos usados para medirlas. Registre esta información en las tablas que se incluyen en este documento.

Debe incluir aquí los cálculos de todas las variables requeridas en la sección de tratamiento de datos, así como la concentración de cloruros en la muestra problema con su respectivo error aleatorio.

Tablas para la adquisición de datos

Tabla 1. Preparación de una solución de $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

Fecha: _____ Analista(s): _____ Grupo no. ____

Equipo usado: _____ Apreciación: _____

Fabricante: _____ Modelo: _____ País de Fabricación: _____

Apreciación de los instrumentos volumétricos usados:

1. Instrumento: _____ Clase (A/B): ____ Apreciación: ____ mL Tolerancia: ____ mL

2. Instrumento: _____ Clase (A/B): ____ Apreciación: ____ mL Tolerancia: ____ mL

3. Instrumento: _____ Clase (A/B): ____ Apreciación: ____ mL Tolerancia: ____ mL

Características de los reactivos usados:

Reactivo: _____ Fabricante: _____ Pureza: _____

Reactivo: _____ Fabricante: _____ Pureza: _____

Reactivo: _____ Fabricante: _____ Pureza: _____

| Masa de reactivo (g) | Volumen de solución preparada (mL) | Concentración (N) | Error de la concentración (N) |
|----------------------|------------------------------------|-------------------|-------------------------------|
| | | | |
| | | | |

Observaciones y/o cálculos:

Tabla 2. Estandarización de la solución titulante de KMnO_4 con el patrón primario de $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

Fecha: _____ Analista(s): _____

Equipo usado: _____ Apreciación: _____

Fabricante: _____ Modelo: _____ País de Fabricación: _____

Apreciación de los instrumentos volumétricos usados:

1. Instrumento: _____ Clase (A/B): _____ Apreciación: _____ mL Tolerancia: _____ mL

2. Instrumento: _____ Clase (A/B): _____ Apreciación: _____ mL Tolerancia: _____ mL

3. Instrumento: _____ Clase (A/B): _____ Apreciación: _____ mL Tolerancia: _____ mL

Características de los reactivos usados:

Reactivo: _____ Fabricante: _____ Pureza: _____

Reactivo: _____ Fabricante: _____ Pureza: _____

Reactivo: _____ Fabricante: _____ Pureza: _____

| Tipo de muestra | Número de réplica | Peso (g) o Volumen (mL) de la muestra analizada | Volumen de solución a titular (mL) | Volumen del punto de equivalencia (mL) |
|--------------------|-------------------|---|------------------------------------|--|
| Solución titulante | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |

Observaciones y/o cálculos:

Tabla 3. Determinación del contenido de Peróxido de Hidrógeno (H₂O₂) en el Agua Oxigenada Comercial

Fecha: _____ Analista(s): _____

Equipo usado: _____ Apreciación: _____

Fabricante: _____ Modelo: _____ País de Fabricación: _____

Apreciación de los instrumentos volumétricos usados:

1. Instrumento: _____ Clase (A/B): _____ Apreciación: _____ mL Tolerancia: _____ mL

2. Instrumento: _____ Clase (A/B): _____ Apreciación: _____ mL Tolerancia: _____ mL

3. Instrumento: _____ Clase (A/B): _____ Apreciación: _____ mL Tolerancia: _____ mL

Características de los reactivos usados:

Reactivo: _____ Fabricante: _____ Pureza: _____

Reactivo: _____ Fabricante: _____ Pureza: _____

Reactivo: _____ Fabricante: _____ Pureza: _____

Indicador usado: _____ Concentración: _____

| Tipo de muestra | Numero de réplica | Peso (g) o Volumen (mL) de la muestra analizada | Volumen de solución a titular (mL) | Volumen del punto de equivalencia (mL) |
|--------------------------|-------------------|---|------------------------------------|--|
| Agua Oxigenada comercial | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |

Observaciones y/o cálculos:

Tabla 5. Estandarización de la solución titulante de KMnO_4 valorada en la segunda parte con tiosulfato de sodio $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Fecha: _____ Analista(s): _____

Equipo usado: _____ Apreciación: _____

Fabricante: _____ Modelo: _____ País de Fabricación: _____

Apreciación de los instrumentos volumétricos usados:

1. Instrumento: _____ Clase (A/B): _____ Apreciación: _____ mL Tolerancia: _____ mL

2. Instrumento: _____ Clase (A/B): _____ Apreciación: _____ mL Tolerancia: _____ mL

3. Instrumento: _____ Clase (A/B): _____ Apreciación: _____ mL Tolerancia: _____ mL

Características de los reactivos usados:

Reactivo: _____ Fabricante: _____ Pureza: _____

Reactivo: _____ Fabricante: _____ Pureza: _____

Reactivo: _____ Fabricante: _____ Pureza: _____

| Tipo de muestra | Número de réplica | Peso (g) o Volumen (mL) de la muestra analizada | Volumen de solución a titular (mL) | Volumen del punto de equivalencia (mL) |
|-----------------------------|-------------------|---|------------------------------------|--|
| Solución titulante valorada | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |

Observaciones y/o cálculos:

Práctica 9: Marcha Analítica de Cationes: Grupos I y III

NOTA: El Técnico del Laboratorio le proveerá de las soluciones almacenadas de la práctica no. 3 correspondientes a la disolución de especímenes metálicos, para la respectiva determinación cualitativa de los cationes presentes.

Introducción

La marcha analítica de cationes es una técnica de análisis cualitativo que permite la separación e identificación de los cationes presentes en una muestra. Consiste en una serie de pasos sistemáticos basados en reacciones químicas las cuales me permiten en primer lugar separar cada catión constituyente de la muestra aprovechando ciertas propiedades particulares como lo es la solubilidad y el pH, y en segundo lugar identificarlos mediante reacciones específicas de cada catión.

Los cationes son clasificados en cinco grupos de acuerdo a su comportamiento frente a ciertos reactivos, principalmente frente al ácido clorhídrico, sulfuro de hidrógeno, sulfuro de amonio y carbonato de amonio. La clasificación se basa en si la reacción entre los cationes y el reactivo promueve o no la formación de un precipitado, es decir, se basa en la diferencia de solubilidades de los cloruros, sulfuros y carbonatos formados. Los cinco grupos que constituyen la marcha analítica de cationes son los siguientes:

Grupo I: éste grupo está constituido por iones plata (Ag^+), mercurioso (Hg_2^{2+}) y plomo (Pb^{2+}), los cuales se caracterizan por formar precipitados en presencia de ácido clorhídrico diluido.

Grupo II: los iones que conforman éste grupo generan precipitados al hacerlos reaccionar con sulfuro de hidrógeno en un medio ligeramente ácido. Los cationes que integran el mismo son: mercurio (Hg^{2+}), cobre (Cu^{2+}), bismuto (Bi^{3+}), cadmio (Cd^{2+}), antimonio III y V (Sb^{3+} y Sb^{5+}), arsénico III y V (As^{3+} y As^{5+}) y estaño II y IV (Sn^{2+} y Sn^{4+}). A su vez, dichos cationes se clasifican en dos subgrupos: el subgrupo IIa que incluye los primeros cuatro cationes y el subgrupo IIb que incluye los seis cationes restantes. Esta sub clasificación responde a la diferencia de solubilidad que tienen ambos grupos en presencia de polisulfuro de amonio. El grupo IIb se caracteriza por ser soluble en dicho reactivo mientras que el grupo IIa no lo es.

Grupo III: éste grupo está integrado por los iones cobalto (Co^{2+}), níquel (Ni^{2+}), hierro II y III (Fe^{2+} y Fe^{3+}), cromo (Cr^{3+}), aluminio (Al^{3+}), zinc (Zn^{2+}) y manganeso (Mn^{2+}). En éste grupo los cationes precipitan al hacerlos reaccionar con sulfuro de amonio en medio neutro o amoniacal.

Grupo IV: en conformado por los cationes calcio (Ca^{2+}), estroncio (Sr^{2+}) y bario (Ba^{2+}) los cuales reaccionan con carbonato de amonio en presencia de cloruro de amonio en medio neutro o ligeramente ácido para generar un precipitado.

Grupo V: éste grupo está conformado por aquellos cationes comunes que no reaccionan con los reactivos mencionados en los grupos anteriores. Estos cationes son: el litio (Li^+), el magnesio (Mg^{+2}), el sodio (Na^+), el potasio (K^+), el hidrógeno (H^+) y el ion amonio (NH_4^+).

En este trabajo experimental se pretende que el estudiante lleve a cabo la separación e identificación de los cationes del grupo I y III de una muestra problema suministrada haciéndola reaccionar con los reactivos apropiados. Al finalizar la experiencia el estudiante debe ser capaz de identificar los componentes de una muestra cualquiera aplicando los reactivos característicos de cada grupo.

Objetivos Generales

- Conocer y aplicar el método analítico de identificación cualitativa de iones en solución acuosa conocido como Marcha analítica
- Separar e identificar los iones Plata, Plomo, Mercurioso presentes en el lixiviado de un espécimen metálico
- Separar e identificar los iones ferroso y Níquel presentes en el lixiviado de un espécimen metálico
- Distinguir los diferentes grupos de cationes de acuerdo a su reactividad, solubilidad y capacidad de formar complejos
- Usar los conceptos de solubilidad y constante de producto de solubilidad para explicar los fenómenos observados durante la aplicación de la marcha analítica

Equipos, Reactivos y Material de Laboratorio

Equipos

Campana de extracción de Gases

Centrifuga

Plancha de Calentamiento con Agitación

Reactivos

HCl 37% Concentrado

NH₃ 25% Concentrado (NH₄OH)

HNO₃ 65% Concentrado

H₂SO₄ 95 – 97%

CH₃COOH Glacial

K₂CrO₄ pa

H₂O₂ 35%

Tioacetamida pa

NH₄Cl pa

NaOH pa

CH₃COONH₄ pa

KSCN pa

Dimetilglioxima

Soluciones

1) HCl 6M

2) H₂SO₄ 9M

3) CH₃COONH₄ 3 M

4) K₂CrO₄ 0,5M

5) HNO₃ 3M

6) H₂O₂ al 3%

7) HCl 3M

8) Tioacetamida al 10%

9) NH₄Cl 4M

10) NaOH 6M

- 11) $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ 1 M
- 12) HCl 6 M
- 13) KSCN 0,2 M
- 14) Dimetilglioxima 1%

Material de Laboratorio

Papel indicador de pH
Varillas de vidrio
Tubos de Ensayo
Rejilla Porta-Tubos
Pinza de madera para tubos
Goteros

Metodología Experimental

ANÁLISIS DEL GRUPO I DE CATIONES: Ag^+ (plata); Hg_2^{+2} (mercurioso); Pb^{+2} (plomo)

Precipitación de cationes del grupo I. (Se identifica únicamente plata y Plomo)

A 10 gotas (0,5ml) de la solución que contiene solo cationes del grupo I agregue 15 gotas de agua destilada y 2 gotas de solución de HCl 6M. Agite y centrifugue. Sin descartar la solución sobrenadante deje escurrir una gota de HCl 6M, por las paredes del tubo de ensayo. Si la solución no se enturbia todos los cationes del grupo I precipitaron completamente.

Si se forma más precipitado (solución turbia), agregue otra gota de HCl 6M, agite y centrifugue. Repita la operación hasta tanto no se forme más precipitado en el líquido sobrenadante. Descarte la solución clara que queda sobre el precipitado.

“NOTA”: Si se les ha dicho que en la solución original solo existen cationes del grupo I, esta solución clara se puede desechar. Si existen cationes de otros grupos, debe guardarla para su análisis posterior.

Separación de $PbCl_2$ del $AgCl$ y Hg_2Cl_2

Agregue al precipitado que queda en el tubo de ensayo 20 gotas de agua destilada. Caliente el tubo de ensayo por 4 minutos en un baño de María, agitando el contenido del tubo con un agitador de vidrio para disolver el $PbCl_2$ precipitado, tratando de no perder precipitado ni solución.

Saque rápidamente el tubo de ensayo del baño María y centrifugue por no más de 30 segundos. Separe en otro tubo de ensayo la solución clara (S2) que contiene el $PbCl_2$ disuelto. El precipitado que queda (P2) será $AgCl + Hg_2Cl_2$ y no habrá $PbCl_2$ si todo se ha solubilizado.

La solución (S2) contendrá $PbCl_2$ solubilizado y deberá guárdala para identificar en ella la presencia del Pb^{+2} .

Identificación de Plomo (Pb^{+2})

A la solución S2 agregue 6 gotas de H_2SO_4 9M. La formación de un precipitado blanco, granuloso de $PbSO_4$ es evidencia de que el plomo está presente.

Centrifugue, decante y descarte la solución, al precipitado agréguele gota a gota solución CH_3COONH_4 3M hasta que se disuelva todo el precipitado, a esta solución agregue 1 gota de K_2CrO_4 0.5M. La formación de un precipitado amarillo de $PbCrO_4$ confirma la presencia del Ion Plomo.

Separación del $AgCl$ y del Hg_2Cl_2 .

Lave el precipitado P2 con 1ml de agua caliente, agite. Centrifugue. Decante y descarte la solución; repita el procedimiento.

Agregue al precipitado lavado 5 gotas de agua destilada y agregue 5 gotas de solución de NH_3 concentrado. Agite. Centrifugue y decante la solución (S3) en otro tubo de ensayo. El precipitado (P3) remanente, gris oscuro o negro prueba la presencia de iones mercurioso (Hg_2^{+2}) en la muestra. Si el precipitado formado es blanco o al agregar el NH_3 concentrado se disuelve todo el precipitado existente indica que en la muestra no había iones de Hg_2^{+2} . La solución (S3) contiene el complejo amoniacal $Ag(NH_3)_2^+$ y Cl^- .

Identificación de la Plata (Ag^+)

A la solución (S3), con mucha precaución, agregue HNO_3 3M dejando escurrir 3 gotas por las paredes del tubo, y agite en cada adición suavemente con el agitador de vidrio, pruebe la acidez de la solución tocando con el agitador un trozo de papel indicador de pH. Si la

solución no está ácida, continúe la adición de ácido hasta acidificarla; si se forma un precipitado blanco será AgCl, lo cual prueba que había Ion plata en la muestra.

Identificación del Mercurioso (Hg_2^{+2})

El precipitado (P3) está formado por una mezcla de $(NH_2Hg)Cl$ + Hg. Disuélvalo con 12 gotas de agua regia (3 gotas de HNO_3 concentrado y 9 gotas de HCl concentrado). Coloque el líquido en una cápsula de porcelana y evapórelo a llama pequeña hasta casi sequedad, enfríe. Añada 5 gotas de agua, transfiera a un tubo de ensayo, centrifugue y añada a la solución clara 3 gotas $SnCl_2$. Un precipitado blanco que puede pasar a gris o negro confirma la presencia de Ion mercurioso.

ANÁLISIS DEL GRUPO III DE CATIONES: Fe^{+++} (hierro); Ni^{+2} (níquel); Co^{+2} (cobalto); Mn^{+2} (manganeso); Cr^{+2} (cromo);

Precipitación del grupo III

A 1 ml de la solución que contiene solo los cationes del Grupo III agregue 10 gotas de solución 4M de NH_4Cl y agite la solución, añada NH_4OH (NH_3) concentrado gota a gota agitando y probando la acidez con papel indicador el pH después de cada adición, hasta un pH aproximado de 9 (justo alcalina), añada 1 gota más de NH_4OH .

Añada 20 gotas de agua destilada caliente y mezcle bien. Centrifugue (observe el color de la solución y del precipitado) y sin decantar el líquido agregue 8 – 10 gotas de solución de tioacetamida al 10%, agite vigorosamente, caliente el tubo a B.M por 2 minutos, observando los diferentes colores que toma la solución a medida que ocurre la precipitación de los diferentes sulfuros.

Centrifugue y agregue a la solución sobrenadante, con cuidado, 1 gota de tioacetamida, si se forma precipitado agregue 2 gotas más, agite, centrifugue, decante.

Lave el precipitado con solución 1M de acetato de amonio y agua.

Al precipitado (P1) que se encuentra en el tubo de ensayo agregue 10 gotas de HCl concentrado, y agite; si el precipitado no se disuelve completamente añada HNO_3 concentrado, gota a gota agitando hasta su completa disolución (obtención de una solución verdosa transparente), Solución S1.

Separación del Grupo III en los subgrupos III A y III-B

Añada a S1 solución de NaOH 6M, mezclando bien, hasta que la solución sea fuertemente alcalina. Si se forma una pasta añada 10 a 20 gotas de agua destilada y agite bien. Centrifugue pero no decante, note el color del precipitado.

Añada 4 gotas de H₂O₂ al 3% y agite muy bien, caliente a B.M. por 4 - 5 minutos, hasta que el H₂O₂ se descomponga (Cuidado! cuando la solución hierve; puede salpicar, por tanto mientras calienta agite el contenido del tubo con una varilla de vidrio y mantenga la boca del tubo, lejos de Ud. y de sus compañeros). Reponga el agua evaporada

Centrifugue y decante la solución (S2) (que será de un color amarillo y contendrá el subgrupo III-A) a otro tubo de ensayo. El Precipitado (P2) (verde negruzco, contendrá los cationes del Subgrupo III-B).

Disolución del precipitado (P2) e Identificación del subgrupo III-B

Al precipitado (P2) añada 20 gotas de HNO₃ 6M, mezcle bien, Caliente el tubo de ensayo a B.M. durante 1 minuto, agregue 1 ó 2 gotas de H₂O₂ al 3% y caliente hasta que el precipitado se disuelva totalmente. Añada 10 gotas de agua y enfríe. Note el color de la solución y divídala en 4 porciones aproximadamente iguales.

1ª Porción: Identificación del Fe.

A una de las porciones, añada solución de KSCN 0,2M hasta que la solución se torne de color rojo sangre, por la formación del Fe(SCN)₆³⁻ que prueba la presencia del ión Hierro.

2ª Porción: Identificación del Co.

Añada NaF a otra de las porciones hasta saturar la solución, mezcle bien. Añada solución saturada de NH₄SCN en alcohol etílico hasta que la solución se torne de color azul, por la formación de Co(SCN)₄²⁻, que prueba la presencia del ión cobalto.

3ª Porción: Identificación del Ni

A la tercera porción, añada 12 gotas de NH₃ concentrado, cerciórese que la solución está básica, si se forma algún precipitado, centrifugue y decante y descarte el precipitado. A la solución clara, añada 2 - 4 gotas de dimetilglioxima, mezcle y deje reposar por 1 minuto. La formación de un precipitado rojo fresa de dimetilglioxamato de níquel prueba la presencia del ión Níquel.

4ª Porción: Identificación del Mn

Diluya la cuarta porción con un volumen igual de agua. Añada 2 gotas de HNO_3 3M, mezcle bien. Con la punta de la varilla de vidrio, bien limpia, tome una pequeña cantidad de NaBiO_3 y añádala a la solución, mezcle bien y deje reposar por 1 minuto. La solución se tornará rosada-violeta por la formación de MnO_4^- que prueba la presencia del ión Manganeseo.

ANALISIS del SUBGRUPO III-A***Separación del Aluminio***

Agregue a la mitad de la solución que contiene los cloro-complejos de los cationes del subgrupo III-B (S2), HNO_3 concentrado gota a gota y agitando (probando la acidez con papel indicador a cada adición) hasta que la solución sea ligeramente ácida (pH aproximado a 4 - 5). Añada entonces NH_3 concentrado hasta que la solución sea fuertemente alcalina. Agite por alrededor de un minuto, si el aluminio está presente se forma un precipitado gelatinoso y opaco casi imperceptible de $\text{Al}(\text{OH})_3$. Centrifugue y decante la solución (que debe ser amarilla y contener al cromo y al zinc) a otro tubo de ensayo. Si el precipitado es verde, debe tratarlo con algunas gotas de H_2O_2 , centrifugar y decantar.

Identificación del Aluminio (Al^{+3})

Lave el precipitado de $\text{Al}(\text{OH})_3$ 2 veces con 5 gotas de agua caliente, centrifugue y descarte las aguas de lavado. Agregue, al precipitado, 5 gotas de solución 3M de HNO_3 , agite, todo el precipitado se debe disolver, si no, centrifugue y decante y al líquido claro añada 2 - 3 gotas de solución de almidón, agite bien, agregue solución 6M de NH_4OH , gota a gota, agitando hasta que la solución sea ligeramente alcalina (pH aproximado de 8). Centrifugue. La formación de un precipitado rojo fresa indica la presencia del ión Aluminio.

Separación del cromo (Cr^{+3}) del Zinc (Zn^{+2})

A la solución amarilla añadale 6 - 7 gotas de solución 0,2M de cloruro de bario (BaCl_2). Agite vigorosamente, centrifugue y decante la solución sobrenadante, que debe ser clara,

a otro tubo de ensayo. El precipitado contendrá el cromo como cromato de bario (BaCrO_4) y la solución clara contendrá al zinc.

Identificación del (Cr^{+3})

Lave el precipitado con agua caliente, añada 3 gotas de HNO_3 3M, caliente a B.M. suavemente y agite por un minuto, el precipitado debe disolverse. Agregue 10 gotas de agua destilada, mezcle bien y enfríe el tubo bajo el chorro del grifo y añada 10 gotas de algún solvente orgánico (éter u octanol). Agregue 1 gota de H_2O_2 al 3%, mezcle vigorosamente de inmediato, y deje en reposo. La coloración de la capa de solvente orgánico, azul intenso, debida al CrO_5 confirma la presencia del ión Cromo.

Identificación del Zinc (Zn^{+2})

A 3 gotas de la solución que contiene el Zn^{+2} agregue HCl 6M gota a gota hasta que la solución esté ligeramente ácida. Añada 2 - 3 gotas de solución de Na_2S al 5%, agite. La formación de un precipitado blanco o casi blanco confirma la presencia del ión Zinc.

Manejo y análisis de datos

Debido a la naturaleza cualitativa de los procedimientos realizados, no tiene ningún resultado numérico. Sin embargo, debe registrar todas las observaciones acerca del color y apariencia de los precipitados y soluciones, la liberación de gases y calor, etc. Estas observaciones deben ser usadas para enriquecer las explicaciones de los fenómenos químicos que se aprovechan para separar los grupos de cationes y cada una de las especies iónicas entre sí.

Indicaciones para la elaboración del informe

Contenido teórico que debe estar presente en la introducción y ser usado para la discusión de resultados

¿Qué es la solubilidad y de que variables depende? ¿Cuáles de las sales de cationes metálicos son solubles en medios acuosos y por qué? ¿Qué es el producto de solubilidad K_{ps} y que relación guarda con la solubilidad de las sales? ¿Cómo se puede usar el K_{ps} para determinar el orden de precipitación de una serie de sales? ¿Cómo se clasifican los cationes en la marcha analítica y en que se basa la clasificación? ¿Qué cationes forman parte de los Grupos I y III? ¿Qué características distinguen a los cationes del Grupo I de

los cationes del Grupo III? ¿Cuál es la utilidad de la marcha analítica como análisis químico cualitativo? ¿En qué casos se usaría?

Información a incluir en la sección de materiales y métodos

SOLO PARA ESTA PRÁCTICA, puede sustituir la descripción del procedimiento experimental por un flujo grama donde indique las diferentes etapas de la marcha analítica. Observe la figura de referencia que se muestra a continuación. Puede elaborarlo a mano o usando las herramientas de su software favorito (Word, Power Point, Visio, etc.) No indique cantidades de gotas, solo nombre y concentración de los reactivos usados.

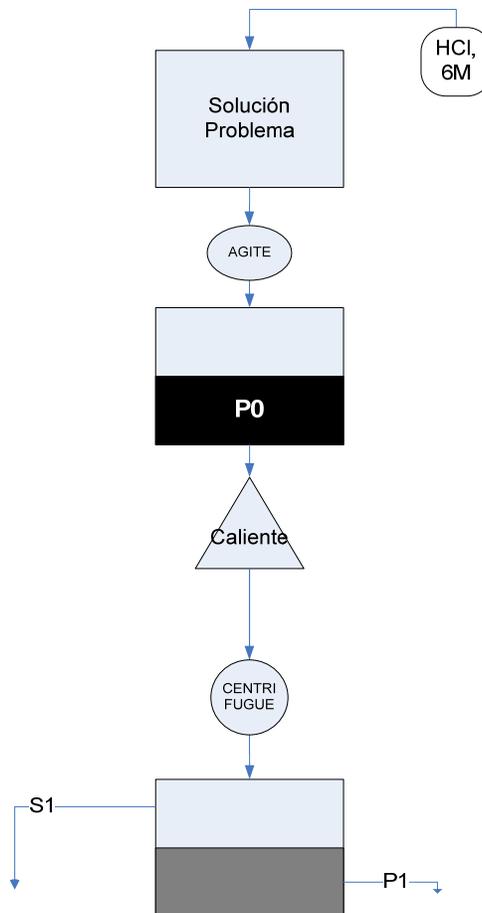


Figura 3 Ejemplo para la elaboración del flujo grama Descriptivo del Procedimiento Experimental

En un aparte responda a las siguientes preguntas ¿Qué es una centrifuga? ¿Cómo funciona? ¿Cuál es su utilidad en los procedimientos analíticos?

Preguntas a las que debe dar respuesta en su discusión de resultados

En esta sección debe ofrecer una explicación basada en fenómenos químicos, para todos y cada uno de los pasos de la marcha analítica. Por ejemplo, de existir dilución de sales por calentamiento, ¿Cuál es el cambio en la solubilidad, expresado en g/L? En el caso de la precipitación simultánea de sales/hidróxidos insolubles ¿Cuál es el orden de precipitación de acuerdo al valor del K_{ps} de los compuestos? En el caso de formación/dilución de precipitados por reacción, debe indicar el estado de existencia de cada reactivo y producto, por ejemplo, sólido (s), gas(g), solución (ac). En caso de que un producto de reacción permanezca en solución, debe explicar por qué. En caso de que ocurra la formación de un precipitado debe indicar su color y apariencia esperada (por ejemplo blanco gelatinoso). Use sus observaciones experimentales para enriquecer la información presentada en esta sección.

¿Cuáles son los cationes del Grupo I y del Grupo III? ¿Cuál es la configuración electrónica de los cationes de los Grupos I y III? ¿Qué semejanzas y/o diferencias observa entre las configuraciones? ¿Qué influencia tiene esta configuración electrónica sobre la solubilidad de las sales de los cationes?

¿En que fenómenos está basada la separación entre sí de los cationes del grupo I? Explique detalladamente si se trata de diferencias de solubilidad, formación de complejos, formación de precipitados, etc. ¿Qué rol juega el ion amonio en la separación del ion Plata de la solución? ¿Qué comportamiento presenta el complejo amoniacal del ion plata? ¿Qué reacciones permiten confirmar la presencia de los cationes del grupo I?

¿Qué reacciones permiten confirmar la presencia de los iones Fe^{+3} y Ni^{+2} del grupo III? ¿Qué es un quelato y un agente quelante? ¿Por qué los quelatos presentan color al estar en solución? ¿Qué rol juega el tiocianato de potasio en la identificación del ion ferroso? ¿Qué rol juega la dimetilglioxima en la identificación del ion níquel en solución? ¿Cuál es la fórmula de la dimetilglioxima?

¿Qué sugerencias/recomendaciones podría realizar para mejorar el procedimiento experimental seguido en esta práctica?

Referencias

1. Alexéiev, V.N. (1975). Semimicroanálisis Químico Cualitativo. Editorial MIR, Moscú, URSS, Capítulo VI
2. Curtman, Luís J. (1959). Análisis Químico Cualitativo. Manuel Marín y Cía, Editores. España, p.p.143-160, 198-238

Anexos

Debe incluir en esta sección una tabla con las propiedades fisicoquímica de todas las sales/hidróxidos precipitadas durante la marcha (temperatura de fusión, color, forma cristalina, etc.) Use un manual de propiedades para compuestos químicos.

Debe incluir las observaciones realizadas en el laboratorio. Puede escanear las hojas e introducirlas aquí o entregarlas en físico en la próxima práctica

PRÁCTICA 10. ANÁLISIS GRAVIMÉTRICO. PRECIPITACIÓN DE Ni CON DIMETILGLIOXIMA.

Introducción

Los métodos de análisis gravimétricos se basan en la medida de la masa de un producto mediante la cual se calcula la cantidad de analito que hay en la muestra. Las masas atómicas de elementos como la Ag, el Cl y el Ni, fueron determinadas a principios del siglo XX por T. W. Richards y su grupo, empleando este tipo de análisis.

Los métodos gravimétricos se clasifican en: Métodos de precipitación y métodos de volatilización. En los primeros el analito se convierte en un precipitado poco soluble y de composición conocida que se filtra, se lava para eliminar impurezas y se pesa.

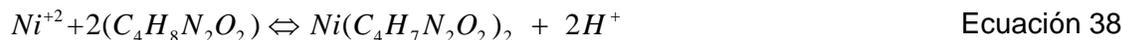
De suma importancia es conocer la pureza del precipitado y/o su composición química, pues a partir de su masa y con la relación estequiométrica adecuada es posible calcular el porcentaje de analito de la muestra original. Comúnmente la masa de analito presente en una unidad másica de precipitado se conoce como factor gravimétrico. De manera general se tiene:

$$A = P \times FG \quad \text{Ecuación 37}$$

Donde A = pesor del analito, P = peso del precipitado y FG = factor gravimétrico.

Por su parte, en los métodos de volatilización, el analito o sus productos de descomposición se volatilizan a una temperatura adecuada. El producto volátil se recoge y se pesa o, de otra manera, se determina la masa del producto indirectamente por la pérdida de peso de la muestra.

En esta práctica se hará la determinación de níquel mediante la precipitación con dimetilgloxima, para formar dimetilgloximato de níquel, de acuerdo a la reacción:



Llevada a cabo en medio amoniacal entre 60 y 70°C. Una vez comprobada la precipitación completa, el dimetilgloximato se filtra, se seca y se pesa; finalmente se

calcula, por relaciones estequiométricas, la cantidad de níquel presente en la muestra original.

Objetivos generales

- Determinar el porcentaje de níquel de una muestra de composición conocida, empleando métodos gravimétricos de análisis.
- Calcular la cantidad de níquel precipitado como dimetilgloximato, a través del peso del precipitado y relaciones las estequiométricas correspondientes.
- Comparar la masa de níquel obtenido por gravimetría con la contenida en la muestra (solución) original.

Equipos, Reactivos y Material de Laboratorio

Soluciones

$\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 5. 35 g/l

HCl, 1:1.

NH_4OH , 1:1.

Material de Laboratorio

Vasos de precipitado

Varillas de vidrio

Plancha de calentamiento

Papel de filtro

Estufa

Balanza analítica

Metodología Experimental

Colocar 50 ml de solución de $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ de concentración 5,35 g/l en una vaso de precipitado de 1000ml, agregue 150 ml de agua destilada y 3 ml de HCl 1:1. Calentar entre 70 y 80 °C. Retirar del mechero y agregar 25 ml solución de dimetilgloxima al 1%, agitar y agregar solución de NH_4OH 1:1 hasta precipitación completa, 20 ml. Colocar el

vaso de precipitado en baño de Maria por 30min. Deje reposar, fuera del baño por 1 hora. Filtre y coloque el precipitado a secar en la estufa. Monitorear el peso de la muestra y registrar su valor cuando éste sea constante.

Manejo y análisis de datos

Con el peso del dimetilglioximato de níquel y la respectiva relación estequiométrica, se determina la masa de níquel en el precipitado (ecuación 39). Con esta masa y la masa de $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, se calcula el porcentaje de níquel en la muestra inicial, y se compara con el valor teórico, empleando las ecuaciones 40 a 43.

$$mNip = Px \frac{58.7}{288.91} \quad \text{Ecuación 39}$$

$$mNimi = VmxCmx \frac{58.7}{290.7} \quad \text{Ecuación 40}$$

En este caso los errores aleatorios asociados a la determinación del níquel en el precipitado y en la muestra inicial, corresponden a la apreciación de la balanza y del instrumento volumétrico empleado, respectivamente.

$$\%Nimip = \frac{mNip}{VmxCmx} \times 100 \quad \text{Ecuación 41}$$

El error aleatorio asociado al porcentaje de níquel en la muestra inicial calculado a partir de la masa del precipitado se calcula como sigue:

$$\sigma_{\%Nimip} = \%Nimip \times \sqrt{\left(\frac{\sigma_{mNip}}{mNip}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{Vm}}{Vm}\right)^2} \quad \text{Ecuación 42}$$

$$\%Errorabsoluto = \frac{(mNip - mNimi)}{mNimi} \times 100 \quad \text{Ecuación 43}$$

Donde $mNip$ = masa del níquel en el precipitado (dimetilglioximato) (g), P = masa del precipitado (g), $mNimi$ = masa de níquel en la muestra inicial (g), Vm = volumen de la muestra (solución) inicial (l), Cm = concentración de la muestra inicial (g/l), $\%Nimip$ = % de níquel en la muestra inicial en función al níquel precipitado.

Indicaciones para la elaboración del informe

Contenido teórico que debe estar presente en la introducción y ser usado para la discusión de resultados

¿Qué es un método gravimétrico de análisis?, Principales propiedades de los precipitados y agentes precipitantes, ¿Cómo se forman los precipitados?, ¿Qué es coprecipitación?, Tipos de impurezas asociadas a los precipitados, Principales métodos de purificación de los precipitados, Aplicaciones de los métodos gravimétricos de análisis, Principales agentes precipitantes orgánicos e inorgánicos, ¿Qué es la dimetilglioxima?, ¿Cuál es su fórmula molecular? y ¿Para qué se utiliza?.

Información a incluir en la sección de materiales y métodos

Recuerde que aquí debe describir los pasos seguidos en la realización de la investigación, considerando la justificación que cada uno de ellos tiene dentro del procedimiento. La exposición de estos datos es continua, por lo que no se deben separar los párrafos con viñetas o números. No se trata de escribir en forma de receta los pasos seguidos en el laboratorio. Se prefiere no hacer referencia a procedimientos, valores de concentración o cantidades de sustancias, cuando los métodos son muy comunes y conocidos.

Comience describiendo los reactivos usados (pureza, casa comercial, densidad, normalidad, etc).

Indique el tipo de instrumento volumétrico y balanza usados, con sus respectivas apreciaciones y datos de fabricante.

Especifique los datos a recolectar y qué cálculos serán realizados.

Preguntas a las que debe dar respuesta en su discusión de resultados

¿Qué reacción ocurre durante la precipitación de níquel con dimetilglioxima?, Masa de níquel en el precipitado y porcentaje níquel en la muestra original con sus respectivos errores aleatorios, Error absoluto del porcentaje de níquel determinado por métodos gravimétricos respecto al teórico, ¿Por qué el precipitado adquiere esa coloración característica?, ¿Por qué la solución madre se acidula y luego alcaliniza, para la precipitación del níquel?, ¿Por qué una vez que se añade la dimetilglioxima y el NH_4OH se deja la solución en baño de maría por 30 minutos y luego en reposo durante una hora

a temperatura ambiente?, de acuerdo al rendimiento obtenido, ¿La separación del níquel por el método empleado es efectiva?.

Referencias

Skoog, D. A., West, D. M., Holler, F. J., Crouch, S. R. (2001) Química Analítica. Séptima Edición. McGraw-Hill Interamericana Editores S.A. de C.V. México. p.p. 187 – 206.

Harris, D. C. (2001) Análisis Químico Cuantitativo. Segunda Edición. Editorial Reverté, S.A. Barcelona, España. p.p. 680 - 689.

Day, R. A., Underwood, A. L. (1989) Química Analítica Cuantitativa. Quinta Edición. Pearson Educación. México. p.p. 90 – 113.

Anexos

Debe incluir aquí todos los valores para las variables medidas experimentalmente, así como también la apreciación de los instrumentos usados para medirlas. Registre esta información en las tablas que se incluyen en este documento.

Tabla para la adquisición de datos

Tabla 1. Precipitación de níquel con dimetilglioxima

Fecha: _____ Analista(s): _____ Grupo no. ____

Equipo usado: Fabricante: _____ Modelo: _____
País de Fabricación: _____ Apreciación: _____

Apreciación de los instrumentos volumétricos usados:

1. Instrumento: _____ Clase (A/B): ____ Apreciación: ____ mL Tolerancia: ____ mL

2. Instrumento: _____ Clase (A/B): ____ Apreciación: ____ mL Tolerancia: ____ mL

3. Instrumento: _____ Clase (A/B): ____ Apreciación: ____ mL Tolerancia: ____ mL

Características de los reactivos usados:

Reactivo: _____ Fabricante: _____ Pureza: _____

Reactivo: _____ Fabricante: _____ Pureza: _____

Reactivo: _____ Fabricante: _____ Pureza: _____

| Volumen de solución de Ni(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O (ml) | Masa del dimetilglioximato precipitado (g) | Error del % de níquel en la muestra original en base al níquel precipitado |
|--|--|--|
| | | |
| | | |

Observaciones y/o cálculos:

BIBLIOGRAFÍA GENERAL

- PLUNKETT, E.R., “Manual de Toxicología Industrial”, URMO, S.A. de Ediciones. Bilbao-España. 1974.
- Rodulfo de Gil, Eldys et. All, “Manual de Laboratorios de Química General”. Facultad de Ciencias. Mérida-Venezuela, 1982.
- Sienko, M. y Plane, R. “Experimental Chemistry”. Aguilar. Madrid-España. 1973.
- Hamilton, L.y Simpson, Stephen, S. “Cálculos de Química Anlítica”. Mc Gran Hill. Naucalpan de Juarez – México. 1972.
- Dreisbach, R y Robertson, W. “Manual de Toxicología Clínica”. Editorial El Manual Moderno S.A. 6^{ta} Ed. Copilco del Alto - ---México. 1988.
- El Manual Moderno S.A. 6^{ta} Ed. Copilco del Alto- México. 1988
- Skoog, D. y West, D. “Química Analítica”. McGran Hill. 4^{ta} Ed. Madrid – España. 1988.
- Arenson S., “Como resolver problemas en Análisis Cuantitativo”. Manuel María y Cia. Barcelona – España. 1964.
- Vogel, A., “Química Analítica Cuantitativa”. Teoría y Práctica. Editorial Kapeluz, S.A. Buenos Aires – Argentina. 1961.
- Curtman, L. “Análisis Químico Cualitativo”. Manuel María y Cia. Editores Barcelona – España. 1965.
- KOLTHOFF, I.M y SANDELL, E.B, Editorial Nigar. Buenos Aires – Argentina. 1965.
- Perry, R. “Manual del Ingeniero Químico”. McGran Hill 6^{ta} Ed. Tomos 1 al 16. Bogotá – Colombia. 1998.
- Poweranz, Y. & Melvan, C. “Food Analysis: Theory and Practice”. AVI Publishing Company, I.N.C. Connecticut – USA. 1978.
- Earle, R.L. “Ingeniería de los Alimentos” Editorial Acribia.
- Leferne, M.J. “Manual de los Primeros Auxilios de Emergencia”. Editorial Científica Médica. Barcelona – España, 1977.
- Harvey D. “Química Analítica Moderna”, Ms Gran Hill. Madrid – España. 2002.
- Gabb, M.H. & Latchem, N. E. “Manual de Soluciones de Laboratorio”. Ediciones Bellalena, Barcelona – España. 1973.
- Fernandez, Dionisio M. “Química; Disoluciones”. Publicaciones Caracas. Caracas – Venezuela. 1981.
- Hiscox – Hopkins. “Recetas Industriales y Fórmulas Domésticas”. Tomos 1 al 5. 2^{da} Ed. Editorial Gretaw Gili S.A. M