

**UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR  
FACULTAD DE QUIMICA Y FARMACIA**



**RECOPIACION DE MECANISMOS DE REACCION DE LOS INDICADORES  
QUIMICOS Y SU APLICACION EN LOS DIFERENTES METODOS  
CLASICOS DE ANALISIS**

**TRABAJO DE GRADUACION PRESENTADO POR:**

**VERONICA PATRICIA ALFARO MARTINEZ  
JULISSA CAROLINA GUADRON CORDOVA**

**PARA OPTAR AL GRADO DE  
LICENCIATURA EN QUIMICA Y FARMACIA**

**ABRIL DE 2010**

**SAN SALVADOR, EL SALVADOR, CENTROAMERICA.**

**UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR**

**RECTOR**

MSc. RUFINO ANTONIO QUEZADA SANCHEZ

**SECRETARIO GENERAL**

LIC. DOUGLAS VLADIMIR ALFARO CHAVEZ

**FACULTAD DE QUIMICA Y FARMACIA**

**DECANO**

LIC. SALVADOR CASTILLO AREVALO

**SECRETARIA**

MSc. MORENA LISSETTE MARTINEZ DE DIAZ

**COMITE DE TRABAJO DE GRADUACION**

**COORDINADORA GENERAL**

Licda. María Concepción Odette Rauda Acevedo

**ASESORA DEL AREA DE CONTROL DE CALIDAD DE PRODUCTOS  
FARMACEUTICOS, COSMETICOS Y VETERINARIOS**

MSc. Rocio Ruano de Sandoval.

**ASESORA DEL AREA DE GESTION AMBIENTAL. TOXICOLOGIA Y  
QUIMICA LEGAL**

Licda. María Luisa Ortíz de López

**DOCENTE DIRECTOR**

Lic. Arturo Alfonso García Mazzini

## **AGRADECIMIENTOS**

A Diosito Todopoderoso por darnos fuerza y sabiduría durante toda la carrera y permitirnos culminar nuestro trabajo de graduación.

A nuestros Padres, Hermanos, Hermanas y demás Familia, por su ayuda incondicional, comprensión y sacrificio. Por estar a nuestro lado en todo momento y darnos aliento para seguir adelante. A nuestros amigos y maestros que estuvieron siempre dándonos su aliento y confiaban en que seríamos profesionales.

Al Lic. Arturo García Mazzini por acompañarnos a lo largo de nuestro trabajo de graduación, por su paciencia y conocimientos transmitidos. Por orientarnos y apoyarnos en todo momento.

**PATRICIA ALFARO Y JULISSA GUADRON**

## **DEDICATORIA**

Dedicatoria Especial: A Mi Jesús Sacramentado por ser el principal motor de mi vida, por estar conmigo siempre y por permitirme culminar con satisfacción esta etapa de mi vida. Infinitamente Gracias mi Jesús.

A mis bellos padres Rafael Guadrón y Morena Córdova de Guadrón por su amor, por su apoyo incondicional y por brindarme una de las grandes oportunidades de superarme y luchar por lo que quiero. Gracias, los Amo!.

A mi Hermano Faly y su esposa Yesenia por estar pendiente de mi, a mis queridos sobrinos y ahijada, Rony, Andreita y Carmen por ser parte de mi vida; A mi Hermana Katy por ser mi amiga, por brindarme su apoyo incondicional en todos los momentos. Los quiero mucho.

A una persona muy especial que también forma parte importante de mi vida, por estar siempre pendiente de mi, por su amor, y por su apoyo total. Gracias Mi Amor. (Nanchy).

A mis amigos y demás familia por su apoyo; A mamá de Patty, María Luisa de Alfaro y Familia por abrirme las puertas de su casa y por hacerme sentir como que fuera la mía. Muchas Gracias. Y por supuesto a ti Patty por brindarme tu amistad sincera, por confiar en mí, por comprenderme y por tu paciencia, te quiero mucho.

**JULISSA**

## **DEDICATORIA**

Diosito Gracias por ser mi soporte, por guiar nuestro trabajo y por llevarnos en tus brazos cuando nuestras fuerzas no eran suficientes. Sin ti todo esto no hubiera sido posible. Mil Gracias Mi Señor, Mi Dios y mi todo por poner tus manos en nuestro trabajo y permitirnos culminarlo de la mejor manera.

Gracias Madre Linda por tu paciencia y tu apoyo, por tu comprensión y tus sacrificios para permitirme ser lo que soy ahora. Que Dios te Bendiga siempre Mamita.

A mis Hermanas Rosi y Lupi por su amor y su comprensión. Y por ser parte importante en mi vida. A mis Niñas Lisito y Karlita por darme muchas alegrías.

A mis amigas y demás personas por su amistad incondicional que perduro en la distancia. Gracias por estar pendiente de mí a pesar de las circunstancias.

Al Lic. Mazzini por su ayuda, por su paciencia y sobre todo por su amistad. Gracias, que Diosito lo Bendiga.

A ti Yuli por ser mi compañera en todo esto y por darme aliento cuando ya no lo tenía y por tener paciencia cuando yo ya no creía tenerla.

**PATTY**

## INDICE

	<b>Pág.</b>
Resumen	
Capitulo I	
1.0 Introducción	xx
Capítulo II	
2.0 Objetivos	
Capitulo III	
3.0 Marco Teórico	25
3.2 Indicadores. Generalidades	31
3.3 Errores relaciones con la detección del Punto Final	34
3.4 Titulaciones Acido-Base en medio acuoso	48
3.4.1 Indicadores Acido-Base	41
3.4.2 Reacciones Generales de los Indicadores Acido-Base	42
3.4.3 Constante de Ionización para los Indicadores Acido-Base	44
3.4.4 Intervalo de Transición de pH	46
3.4.5 Concentración del Indicador	47
3.4.6 Selección de un Indicador	47
3.5 Clasificación de las Titulaciones Acido-Base en medio Acuoso	48
3.6 Titulaciones de Acido Fuerte con una Base Fuerte	49
3.6.1 Indicadores utilizados en la Titulación de Acido Fuerte y una Base Fuerte	51
3.7 Titulaciones de Acido Fuerte con una Base Débil	53
3.7.1 Método de Kjeldahl	54

3.7.2	Secuencia de reacciones que se llevan a cabo en el método Kjeldahl	57
3.7.3	Indicadores utilizados en la Titulación de Acido Fuerte y una Base Débil	58
3.8	Titulaciones de Acido Débil con una Base Fuerte	60
3.8.1	Indicadores utilizados en las Titulaciones Acido Débil y una Base Fuerte	61
3.9	Titulación de un Acido Débil con una Base Débil	64
3.10	Titulaciones por Precipitación o Argentométricos	65
3.11	Tipos de Métodos por Precipitación o Argentométricos	66
3.12	Métodos de Indicadores utilizados para detectar el punto final en las titulaciones de Precipitación	68
3.12.1	Método de Morh	68
3.12.2	Método de Charpentier-Voldhard	72
3.12.3	Valoración de Fahans	75
3.13	Titulación Complejométrica	79
3.13.1	Los Colores en iones Complejos	80
3.13.2	EDTA utilizado como titulante en valoraciones Complejométricas	81
3.14	Métodos de Titulación con EDTA	85
3.14.1	Titulación Directa	85
3.14.2	Titulación Indirecta	87
3.14.3	Titulación Retroceso	88
3.14.4	Titulación Sustitución o Desplazamiento	90
3.15	Mecanismos de acción de los Indicadores usados en el análisis Complejométrico	91
3.15.1	Indicadores Metalocrómicos	92

3.15.2 Indicadores Metálicos Incoloros	94
3.16 Titulaciones de Oxido-Reducción	94
3.17 Relación entre potencial y concentración: la Ecuación de Nerst	97
3.18 Indicadores de Oxido-Reducción	100
3.19 Titulantes como Indicadores Propios	105
3.20 Indicadores Internos Redox	107
3.20.1 Indicadores Reversibles	108
3.20.2 Indicadores Irreversibles	110
3.21 Indicadores Externos	113
Capitulo IV	
4.0 Diseño Metodológico	115
4.1 Tipo de Estudio	115
4.2 Investigación Bibliográfica	116
4.3 Investigación de Campo	116
4.4 Parte Experimental	120
4.5 Procedimientos desarrollados en la parte Experimental	124
4.5.1 Titulaciones de Acido -Base	124
4.5.2 Titulaciones por Precipitación	130
4.5.3 Titulación Complejométrica	136
4.5.4 Titulaciones de Oxido-Reducción	141

Capitulo V	
5.0 Resultados y Discusión de Resultados	147
5.1 Análisis e interpretación de los resultados de la encuesta	147
5.2 Métodos de Valoración de Tipo Volumétrico desarrollados en la parte Experimental	157
5.2.1 Titulacion Acido Fuerte-Base Débil	157
5.2.2 Titulaciones de Acido Débil con una Base Fuerte	165
5.2.3 Titulaciones por Precipitación	172
5.2.4 Titulación Complejométrica	188
5.2.5 Titulaciones de Oxido-Reducción	204
Capitulo VI	
6.0 Conclusiones	223
Capitulo VII	
7.0 Recomendaciones	227
Bibliografía	
Anexos	

## INDICE DE CUADROS

Cuadro N <sup>o</sup>	Pág.
1. Indicador óptimo e Indicadores Sustitutos a ser Utilizados en los Métodos Acido – Base	122
2. Indicador óptimo e Indicador Sustituto a ser utilizado en el Método de Morh	123
3. Indicador óptimo e Indicadores Sustitutos a ser utilizados en el Método de Fajans	123
4. Indicador óptimo e Indicadores Sustitutos a ser utilizados en los Métodos Complejométricos	123
5. Estudiantes y Profesionales que utilizan Métodos Clásicos de Valoración de tipo volumétrico para la cuantificación de muestras en su sitio de trabajo.	147
6. Ventajas de la aplicación de los Métodos Clásicos de valoración de tipo Volumétrico.	148
7. Tipos de muestras que se analizan frecuentemente	149
8. Reactivos utilizados frecuentemente como Valorantes	151
9. Sustancias Químicas utilizadas frecuentemente como Indicadores	153
10. Valores de pH y cambio de color obtenidos mediante la adición del Titulante en la Valoración Acido Fuerte(HCl 0.1N)-Base Fuerte (NaOH 0.1N), utilizando Fenolftaleína como Indicador.	159
11. Valores de pH y cambio de color obtenidos mediante la adición del Titulante en la valoración Acido Débil (CH <sub>3</sub> COOH 0.1N) – Base Fuerte (NaOH 0.1N), con Fenolftaleína como indicador.	167
12. Formación de un precipitado coloreado mediante la adición del titulante, en la valoración de Precipitación por el método de Morh, utilizando Cromato de Potasio como indicador, para determinar Cloruros.	174

13.	Cambio de color obtenido mediante la adición del Titulante en la valoración de Precipitación por el Método de Morh, utilizando Cromato de Potasio como indicador en el Blanco.	178
14.	Cambio de color obtenido mediante la adición del titulante en la valoración de precipitación por el Método de Fahans, utilizando 2,7-Diclorofluoresceína como indicador.	182
15.	Cambio de color obtenido mediante la adición del Titulante en la valoración complejométrica por el método directo, utilizando Negro de Eriocromo (Net) como indicador, para la determinación de $\text{Ca}^{+2}$	190
16.	Cambio de color obtenido mediante la adición del Titulante en la valoración Complejométrica, Método por Retroceso, utilizando Negro de Eriocromo (Net) como indicador, para la determinación de $\text{Al}^{+3}$	198
17.	Cambio de color obtenido, utilizando Permanganato de Potasio ( $\text{KMnO}_4$ ) como Titulante y Autoindicador, para la determinación de $\text{Fe}^{+2}$ en el Método de Oxido Reducción	206
18.	Virajes de color obtenidos durante la Titulación Yodométrica utilizando Almidón al 1% como Indicador y como valorante $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.1 N, para la determinación de $\text{Cu}^{+2}$ .	213
19.	Recopilación de los Métodos por Titulación desarrollados en la Parte Experimental y resultados obtenidos de la Cuantificación.	220

## INDICE DE FIGURAS

Figura N°	Pág.
1. Procedimiento General para realizar una Titulación Volumétrica	29
2. Grafica de curva de valoración de 50 mL de NaOH con 50 mL de HCl a diferentes concentraciones	41
3. Secuencia de Reacciones en una Titulación Acido Fuerte-Base Fuerte	52
4. Estructura del Anaranjado de Metilo	58
5. Secuencia de Reacciones que ocurren durante la Titulación Ácido Fuerte- Base Débil	59
6. Especies Químicas de la Fenolftaleína en diferentes Condiciones	62
7. Secuencia de Reacciones que ocurren durante la Titulación Acido Débil - Base Fuerte	63
8. Secuencia de Reacciones que ocurren durante La Titulación de Precipitación utilizando el Método de Morh	71
9. Secuencia de Reacciones que ocurren durante La Titulación de Precipitación, utilizando el Método de Charpentier-Volhard	72
10. Estructura de la 2',7'-Diclorofluoresceína ( $C_{20}H_{10}Cl_2O_5$ )	75
11. Estructura del Indicador Eosina	76
12. Secuencia de Reacciones que ocurren durante La Titulación de Precipitación, utilizando el Método de Fajans.	78
13. Estructura del EDTA que muestra sus seis sitios Ligandos	82
14. Diferentes especies de EDTA disociado en medio acido.	84
15. Estructura de un quelato de Metal-EDTA.	85
16. Secuencia de Reacciones que ocurren durante la Titulación Complejométrica por el Método Directo.	86

17.	Secuencia de reacciones durante la Titulación Indirecta de Sulfatos.	88
18.	Secuencia de Reacciones que ocurren durante La Titulación por Retroceso en la determinación del ion $Al^{+3}$	89
19.	Secuencia de Reacciones que ocurren durante La Titulación por Desplazamiento en la determinación de $Fe^{+3}$	90
20.	Estructura del Negro de Eriocromo T (NET).	93
21.	Reacción de oxidación de la Difenilbenzidina.	101
22.	Estudiantes y Profesionales que utilizan Métodos Clásicos de Valoración de tipo volumétrico para la cuantificación de muestras en su sitio de trabajo.	147
23.	Ventajas de la aplicación de los Métodos Clásicos de valoración de tipo Volumétrico	149
24.	Tipos de muestras que se analizan frecuentemente	150
25.	Reactivos utilizados frecuentemente como Valorantes	152
26.	Sustancias Químicas utilizadas frecuentemente como Indicadores	153
27.	Viraje de color del Indicador Químico Fenolftaleína al 1% en el Punto Final y cambio de pH en el transcurso de la Titulación Acido Fuerte-Base Fuerte.	158
28.	Viraje de color del Indicador Químico Fenolftaleína al 1% en el Punto Final y cambio de pH en el transcurso de la Titulación Acido Debil-Base Fuerte.	166
29.	Formación de un precipitado coloreado en la valoración por el método de Morh utilizando Dicromato de potasio al 5% como Indicador, para determinar el punto final.	173
30.	Comparación de la muestra y el blanco en el punto final de la valoración por el Método de Morh utilizando Dicromato de potasio al 5% como Indicador.	174

31. Cambio de color obtenido mediante la adición del titulante en la valoración de precipitación por el Método de Fahans, utilizando 2,7-Diclorofluoresceína como indicador para detectar el Punto Final. 181
32. Virajes de color del Indicador Químico Negro de Eriocromo al 1% durante el transcurso de la Titulación Complejométrica para la determinación de  $\text{Ca}^{+2}$  por el Método Directo. 189
33. Virajes de color obtenidos mediante la adición del Titulante (EDTA 0.01) en la valoración complejométrica, método por retroceso, utilizando Negro de Eriocromo (Net) al 1% como Indicador, para la determinación de  $\text{Al}^{+3}$ . 197
34. Cambio de color obtenido, utilizando Permanganato de Potasio ( $\text{KMnO}_4$  0.1N) como Titulante y Autoindicador, para la determinación de  $\text{Fe}^{+2}$  en el Método de Oxido Reducción. 205
35. Virajes de color obtenidos durante la Titulación Yodométrica utilizando Almidón al 1% como Indicador para la determinación de  $\text{Cu}^{+2}$ . 212
36. Punto Final de la Titulación Yodométrica, detectado por el viraje de color del Indicador a incoloro (Solución blanca). 213
37. Porción de  $\beta$ -amilosa del Almidón y su reacción esquemática con el yodo. 214

## INDICE DE ANEXOS

### Anexo N<sup>o</sup>

- 1.0 Rango de viraje de algunos Indicadores Químicos según la Temperatura del Medio.
- 2.0 Resumen de Teorías de Ácidos y Bases
- 3.0 Indicadores Acido-Base con su respectivo Rango de Viraje y forma de preparación.
- 4.0 Indicadores de Absorción y su cambio de color con diferentes sustancias valorantes y valoradas.
- 5.0 Indicadores de Metales específicos con su respectivo viraje de color a un rango determinado de pH y su forma de preparación.
- 6.0 Indicadores REDOX con sus cambios de color ha determinado Potencial Normal.
- 7.0 Métodos Clásicos por Titulación utilizados frecuentemente en la cuantificación de las sustancias
- 8.0 Preparación de los indicadores Óptimos y Sustitutos
- 9.0 Tabla Periódica de los Elementos Químicos
- 10.0 Grafica de potencial durante la titulación de 50.0mL de  $\text{Fe}^{+2}$  0.1M con  $\text{Ce}^{+4}$  0.1M
- 11.0 Aparato utilizado para llevar a cabo el Método de Kjeldahl
- 12.0 Material para preparar los reactivos
- 13.0 Criterios para la selección de Indicadores en los Métodos Clásicos de Valoración.
- 14.0 Modelo de la Encuesta utilizada en la Fase Experimental
- 15.0 Cálculos y Preparación de los Reactivos utilizados en la Parte Experimental
- 16.0 Hoja de seguridad para el manejo del Nitrato de Plata.
- 17.0 Certificados de Calidad.

## RESUMEN

El presente trabajo de graduación tiene como objetivo la recopilación de los diferentes mecanismos de reacción de los Indicadores Químicos, su aplicación práctica en los diferentes Métodos Clásicos de Análisis y la comparación de la pureza de los analitos contra especificaciones de los Certificados de Calidad dados por el proveedor de las materias primas.

Se realizó la investigación en tres etapas, en la primera etapa se llevo a cabo la recopilación y síntesis de la información proporcionada por libros de consulta sobre el uso de los Indicadores Químicos, conceptos básicos y desarrollo de métodos de valoración de tipo clásico.

En la Segunda etapa se realizo la investigación de campo en la cual se utilizo una encuesta como instrumento de recolección de datos, cuyo propósito era establecer el grado de conocimiento que tanto estudiantes como profesionales tenían sobre los Métodos Clásicos de Análisis, para así seleccionar aquellos métodos de uso frecuente a ser realizados en la tercera etapa. Los resultados de la población encuestadas nos indicaron que aplican frecuentemente los Métodos por Titulación Acido Base y los Complejométricos y que tienen poco conocimiento sobre los Métodos argentométricos o por precipitación y de oxido reducción.

En la tercera etapa el trabajo experimental se desarrollo en los laboratorios de la Facultad de Química y Farmacia, llevándose a cabo ocho métodos de

Análisis de aplicación frecuente, en los cuales se comprobó la aplicación de la teoría encontrada. Se utilizaron cinco sales y dos ácidos como analitos a cuantificar en los Métodos por Valoración, durante la práctica se le dio mayor énfasis al cambio de pH o potencial que se presentó en el medio, los cambios de color de los Indicadores y los cálculos respectivos.

A los porcentajes de pureza de los analitos obtenidos en la parte práctica, se les asignó el  $\pm 1$  % como margen de error, esto debido a que se trabajó con muestras que pueden ser catalogadas como materias primas. Posteriormente se compararon los resultados de pureza de los analitos contra los valores teóricos proporcionados por los Certificados de Calidad de Merck.

En base a los resultados obtenidos se puede concluir que los Métodos Clásicos de Análisis de tipo volumétrico sí poseen aplicación práctica, todos se utilizan para cuantificar analitos de diferentes propiedades y naturaleza química, estos proporcionan resultados precisos, requieren poco tiempo y son económicos comparados con los métodos instrumentales.

Por lo que se recomienda investigar las propiedades físico-químicas de los analitos a cuantificar, para poder determinar el tipo de Método Analítico de tipo volumétrico a utilizar, tomando en cuenta que este trabajo de investigación sirve como consulta para los ocho tipos de métodos por Titulación realizados en la parte experimental.

**CAPITULO I**  
**INTRODUCCION**

## 1.0 INTRODUCCION

El Análisis Químico constituye una de las herramientas más importantes para la Identificación y Cuantificación de las Sustancias. El Análisis Químico se divide en dos tipos: Análisis Cualitativo y Análisis Cuantitativo. El Análisis Cualitativo es aquel que orienta sobre la identidad de una sustancia, mientras que el Análisis Cuantitativo determina la cantidad de uno o varios elementos presentes en una muestra.

Los Métodos Clásicos de Valoración de tipo Volumétrico se realizan en los sitios en los cuales no existe suficiente capacidad económica para adquirir los equipos de análisis, o cuando el Método sugerido por las Normativas Oficiales lo requiere. El Método Clásico Analítico de Tipo Volumétrico se puede llevar a cabo mediante cuatro tipos de Valoraciones: Acido-Base, Precipitación o Argentométricas, Complejométricas y de Oxido- Reducción.

La presente investigación tuvo como objetivo la recopilación de los Mecanismos de Reacción de los Indicadores Químicos y su aplicación en los diferentes Métodos Clásicos de Análisis. Para esto el estudio se llevo a cabo en tres etapas: En la Primera etapa se realizó una Investigación Bibliográfica para verificar la Información abundante y dispersa y unificarla en un solo trabajo. Mientras que en la segunda etapa se llevo a cabo la investigación de campo en donde se hizo uso de una encuesta dirigida a estudiantes y a profesionales

analistas, esto fue preliminar al desarrollo de la tercera etapa o parte experimental,

En la tercera etapa, se aplicó de manera experimental la teoría encontrada sobre los Indicadores Químicos, verificándose los cambios de color y las condiciones necesarias para apreciar estos cambios, tomando como muestra el desarrollo de Ocho Métodos Clásicos de Titulación de uso frecuente. Esta etapa se desarrolló en las instalaciones del Laboratorio de Química Analítica II, de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador. Las dos Etapas se llevaron a cabo en el periodo comprendido entre Enero 2008 - Junio 2009.

Con esta investigación se beneficia a docentes, estudiantes y demás analistas en el conocimiento de las Reacciones Químicas y el uso adecuado de los Indicadores Químicos en los diferentes Métodos Clásicos de Análisis por Titulación.

## **CAPITULO II**

### **OBJETIVOS**

## **2.0 OBJETIVOS**

### **2.2 OBJETIVO GENERAL.**

Recopilación de Mecanismos de Reacción de los Indicadores Químicos y su Aplicación en los diferentes Métodos Clásicos de Análisis.

### **2.2 OBJETIVOS ESPECIFICOS.**

**2.2.1** Revisar Bibliográficamente los diferentes Métodos de Titulación y el uso de los Indicadores Químicos en cada uno de ellos.

**2.2.2** Dar a conocer las Reacciones Químicas que ocurren en las Titulaciones y los cambios de color que producen los Indicadores Químicos.

**2.2.3** Seleccionar los Métodos Volumétricos y los Indicadores Químicos de uso frecuente que serán desarrollados en forma experimental.

**2.2.4** Presentar los Métodos de Preparación de los Indicadores Químicos usualmente utilizados y los Indicadores sustitutos en los Métodos Volumétricos de Análisis.

**2.2.5** Establecer Experimentalmente los Virajes de color de los Indicadores Químicos a determinados valores de pH en los Puntos Finales de las Valoraciones.

**CAPITULO III**  
**MARCO TEORICO**

### 3.0 MARCO TEORICO

#### 3.1 GENERALIDADES DE LAS TITULACIONES (11, 13, 18, 26)

Los métodos por titulación son procedimientos cuantitativos los cuales se basan en la determinación de la concentración del analito (sustancia a analizar) mediante la adición de un reactivo de concentración conocida (solución patrón o titulante patrón), el cual debe reaccionar de forma equivalente con la especie analizada.

Estos métodos analíticos se utilizan con frecuencia debido a que son rápidos, convenientes, precisos y pueden automatizarse fácilmente. (18)

Por lo general las titulaciones se realizan añadiendo de una bureta o instrumento automatizado el reactivo de concentración conocida o titulante hasta que la reacción con el analito se considere completa.

Para poder conocer la concentración del titulante añadido es necesario compararlo en primer lugar con un Estándar Primario.

Estándar Primario: Es una sustancia de concentración conocida, que parte de un compuesto de elevada pureza, y sirve como referencia de las demás sustancias. Los requisitos para que se considere a un Estándar Primario son los siguientes.

- Máxima pureza

- Estabilidad atmosférica
- Ausencia de agua de hidratación
- Fácil adquisición
- Bajo precio
- Solubilidad en el medio de titulación
- Elevado peso molecular

Estándar Secundario: Es aquel de concentración conocida por medio de la comparación con un estándar primario, este estándar secundario es el que normalmente se utiliza como titulante. (18, 26)

Los Métodos volumétricos se pueden clasificar de acuerdo a las Reacciones Químicas que ocurren entre el analito y el titulante. Estas Reacciones químicas permiten a su vez clasificar las Titulaciones en cuatro tipos. (13,18)

### **1- Titulación Acido Base en Medio Acuoso**

Reacción Química: Neutralización; Formación de Sal + Agua

Sub-tipos de Titulación:

- Titulación Acido Fuerte-Base Fuerte
- Titulación Acido Fuerte-Base Débil

- Titulación Acido Débil -Base Fuerte
- Titulación Acido Débil -Base Débil

## **2- Titulación por Precipitación o Argentométrica**

Reacción Química: Formación de un Precipitado

Sub-tipos de Titulación:

- Método de Morh
- Método de Charpentier – Volhard
- Método de Fajans

## **3- Titulación Complejométrica**

Reacción Química: Formación de un Complejo Coloreado

Sub-tipos de Titulación:

- Titulación Directa
- Titulación Indirecta
- Titulación por Retroceso
- Titulación por Sustitución o Desplazamiento

#### 4- Titulación de Oxido-Reducción (Redox)

Reacción Química: Oxidación- Reducción, mediante la transferencia de electrones de una especie a otra.

Cada uno de estos tipos de reacciones posee características propias, entre las cuales podemos mencionar: la solución valorante, la sustancia analizada, el Indicador Químico, y los estándares primarios. (13,18)

El Procedimiento General para realizar una Titulación de tipo Volumétrica se muestra en la Figura N° 1. (13) En el literal a) Se observa el montaje típico de un aparato de titulación, en b) se muestra la forma en que debe observarse la bureta graduada para leer el volumen de titulante, en c) se puede identificar la muestra colocada en el erlenmeyer junto con el indicador (si este es de tipo interno) y el valorante en la bureta antes de comenzar a titular, en d) El procedimiento se realiza añadiendo el titulante de la bureta al erlenmeyer (con movimientos circulares de la mano) , abriendo la válvula de la bureta de forma controlada para permitir que se observen los cambios de color con mayor precisión a través del erlenmeyer, en e) se alcanza el punto final y en f) se observa un exceso del titulante con lo que se rebasa el Punto Final y se aumenta el Error de Titulación. (13)

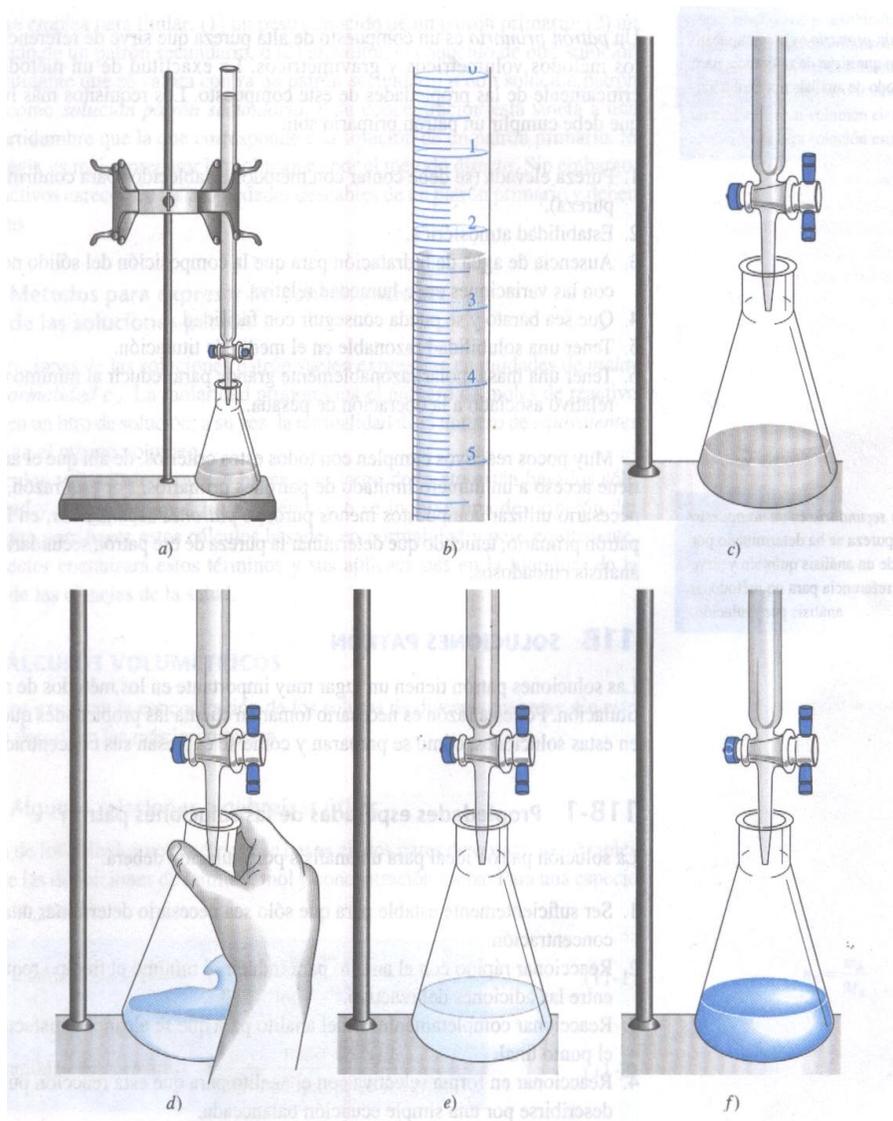


Figura N° 1. Procedimiento General para realizar una Titulación Volumétrica. (13)

Para poder llevar a cabo una cuantificación volumétrica del analito o muestra es necesario contemplar ciertos requisitos:

- La reacción entre el valorante y el analito debe ser rápida, detectable y completa.

- Se debe poseer un método adecuado para detectar el punto final de la valoración.
- La reacción debe ser específica, y no deben producirse reacciones secundarias que induzcan a error, es decir que el reactivo debe reaccionar con la sustancia a analizar y no con otras sustancias acompañantes, o con impurezas de esta. (3, 18, 26)

Para entender el mecanismo de las titulaciones es necesario considerar términos como el punto de equivalencia y el punto final, de los cuales el primero obedece a un equilibrio estequiométrico entre las cantidades de los reactantes, para detectarlo se utilizan procedimientos gráficos o instrumentales con el fin de determinar el volumen gastado de titulante en el punto de equilibrio, mientras que el punto final obedece a una propiedad física detectable o cambio colorimétrico, producto del exceso de uno de los reactantes, este cambio de concentración genera un cambio en la estructura química del indicador o el cambio de potencial de un electrodo.

El punto de equivalencia no concuerda exactamente con el punto final de la titulación debido a cambios físicos insuficientes o la incapacidad del ojo humano para apreciarlos. A esta diferencia entre ambos se le conoce como Error de valoración. (3,11)

Con el objeto de encontrar algún error, mejorar la detección del punto final y determinar el punto de equivalencia se construye una curva de titulación la cual

es una representación gráfica de una variable como el pH, pM (Metal), absorbancia, entre otras, en función del volumen de titulante añadido. (11)

### **3.2 INDICADORES. GENERALIDADES** (25)

Un indicador es un ácido o base débil orgánica que responde a un cambio de color de acuerdo a determinado pH o potencial.

A la hora de seleccionar un indicador este debe ser lo suficientemente exacto, sensible y selectivo para que cumpla su función en la determinación analítica. El viraje del indicador de un estado observable a otro, debe ser lo suficientemente grande o nítido para ser exacto. Mientras que al ser sensible consume una cantidad mínima o insignificante del analito o titulante patrón.

También es necesario que este sea selectivo para que pueda reaccionar con la sustancia objeto del análisis y que no interfieran otros componentes de la solución en los resultados obtenidos. (25)

#### **3.2.1 CLASIFICACION DE LOS INDICADORES** (2, 5, 8, 9)

Según el Mecanismo de Reacción que poseen los Indicadores Químicos durante el transcurso de una titulación estos pueden clasificarse en:

## **INDICADORES DE pH**

Los indicadores de pH son Ácidos y Bases Orgánicas Débiles que cambian su color o absorción espectral debida a la transferencia de protones (se forman o desaparecen grupos cromóforos). Al añadir un acido o una base no se produce el cambio de color de inmediato a un cierto valor de pH, sino de que estos ocurren de forma continua, dentro de un rango de cambio de aproximadamente 2 unidades de pH. Dentro de esta clasificación podemos encontrar un gran número de indicadores, entre ellos: Anaranjado de metilo, Rojo de fenol, Fenolftaleina, Azul de bromotimol, Eosina amarillenta. (5,9)

## **INDICADORES DE ADSORCION**

Los indicadores de adsorción son ácidos o bases que en gran medida actúan dependiendo del pH del medio, se usan para la determinación del punto final en las titulaciones de precipitación o Argentométrica, estos se adsorben o desorben cerca del punto de equivalencia de un precipitado, cambiando de color. El cambio de color se debe a que el precipitado que se ha formado recoge preferentemente iones que se encuentran en exceso en la solución. (9)

## **INDICADORES DE pH FLUORESCENCIA**

Los indicadores fluorescentes ven afectada su configuración molecular de acuerdo al pH en el que actúen, en algunos casos cambia únicamente el tono

de color de la fluorescencia, en cambio otros fluorescen por la excitación UV que pueden recibir.

Estos indicadores son usualmente utilizados para soluciones turbias o coloreadas, en donde no puede utilizarse otro indicador ya que dificulta observar el punto final.

Para la valoración se irradia la solución con luz UV a una longitud de onda de 300-400 nm, se debe tomar en cuenta el uso de envases de vidrio fino y la solución debe ser protegida de la luz. (9)

### **INDICADORES DE OXIDO-REDUCCION (REDOX)**

Los indicadores redox son colorantes que en el punto final de la valoración se oxidan o se reducen debido a un leve exceso del valorante, estos se utilizan para la determinación del punto final en valoraciones de oxido reducción, así como para encontrar el potencial redox de algunas soluciones.

Entre algunos indicadores utilizados en este análisis podemos mencionar: Azul de metileno, Difenilbencidina, Ferroina, Thionina. (2,9)

### **INDICADORES PARA METALES**

Los indicadores para metales son sustancias que poseen en su forma libre un color diferente al que presentan en su forma combinada, permitiendo que por el cambio de color perceptible se pueda determinar el punto final en las

valoraciones complejométricas. La formación del complejo entre el metal del analito y el indicador debe ser menos estable que aquel que se forme con el titulante. Los indicadores utilizados deben presentar una selectividad por el metal correspondiente, es por esto que dependiendo del análisis así será el indicador a utilizar. Ejemplo de ello tenemos: para la determinación de Aluminio, se puede utilizar el Eriocromocianina, para determinar Bario se puede utilizar Negro de Eriocromo T, el Bismuto se puede cuantificar usando como indicador el Anaranjado de Xilenol. (8,9)

### **3.3. ERRORES RELACIONADOS CON LA DETECCION DEL PUNTO FINAL (9)**

Debido a que el grado de disociación de un indicador se ve modificado por ciertos factores como los componentes de la solución y la temperatura, surge la posibilidad de cometer errores relacionados con el color o cambio físico observable del indicador. Entre los errores más importantes cabe mencionar (9) :

- Error salino
- Error del indicador
- Error proteico
- Error por alcaloides

- Error alcohólico

- Error de temperatura

### **ERROR SALINO**

Depende del tipo y de la concentración de las sales neutras presentes en la solución, dado que por la presencia de estas sales, el equilibrio del indicador se desplaza levemente. En diferentes soluciones salinas pueden presentarse diferentes desviaciones en la medida del pH. En soluciones con concentraciones salinas por debajo de 0.2 mol/L el error salino se puede despreciar.

El error salino es individual para cada indicador; depende de su estructura o de su carga. De ahí que el error salino de indicadores a base de sulfoftaleina sea relativamente grande en soluciones concentradas, ya que la forma alcalina de estos indicadores iónicos tiene dos cargas negativas.

En soluciones con fuerza iónica mediana o débil, los indicadores con una estructura bipolar, tales como el anaranjado o rojo de metilo, el error salino es despreciable, ya que el ion bipolar se comporta como una molécula neutra.

Se puede decir que en presencia de sales neutras el rango de cambio en los indicadores ácidos tiende a desplazarse hacia mayores concentraciones de iones hidrogeno, es decir en dirección hacia valores de pH menores y los

básicos tienden hacia menores concentraciones de iones hidrógeno, es decir en dirección a valores de pH mayores. (9)

### **ERROR DEL INDICADOR**

Se basa en la naturaleza acida o básica de los indicadores y se presenta solamente en soluciones no o levemente tamponadas. Si el valor tampón a medir de la solución es pequeño, como ocurre por ejemplo: con agua potable o de río, agua destilada o soluciones salinas neutras altamente diluidas, pueden presentarse en casos muy desfavorables desviaciones de hasta una unidad de pH.

El error del indicador se puede evitar parcialmente si se emplea para la medición no el indicador en forma acida, sino en forma de sal. Además, para la medición de este tipo de soluciones es aconsejable emplear un indicador líquido y no un papel, porque en este último la concentración local del indicador sería demasiado elevada. Hay que tomar en cuenta que en este caso no se puede establecer en un tiempo suficientemente corto el equilibrio del indicador. (9)

### **ERROR PROTEICO**

Se produce por unión de los colorantes indicadores, o sustancias proteicas: las proteínas debidas a su carácter anfótero, unen a los indicadores ácidos con sus grupos básicos y viceversa. También algunas soluciones coloidales pueden trastornar las medidas del pH debido a efectos de adsorción. El error proteico

depende tanto del tipo y concentración de la proteína, como también de la naturaleza del indicador. Cuanto más sencilla la estructura del mismo, como por ejemplo, la de los nitrofenoles, menos trastornos aparecerán en la medición del pH. La realidad del error proteico se hace patente en su utilización para medir la concentración de proteínas en líquidos. Dado que las varillas indicadoras que no destiñen, hasta ahora no han producido errores proteicos, se pueden utilizar para las mismas medidas de pH de líquidos corporales, tales como orina y saliva. (9)

### **ERROR POR ALCALOIDES**

Aparece de forma similar al error proteico, se produce por formación de uniones de puentes de hidrogeno. (9)

### **ERROR ALCOHOLICO**

Se presenta en soluciones que aparte de agua, contiene un solvente orgánico, que en la mayoría de los casos es el alcohol.

El cambio en el sistema acuoso puro por adición del solvente orgánico, tiene como consecuencia un cambio en las constantes de disociación por la más reducida constante de di-electricidad de esta solución y por ello sufre un cambio también en el equilibrio acido-base. Mientras que en soluciones acuosas, metanolicas o etanolicas, la variación no es considerable (Un contenido de 10 % de etanol corre el valor del pH solo en 1/15 de unidad de pH), con el aumento

del contenido de alcohol aumenta (Un contenido alcohólico de 70% produce un desplazamiento de 1.5 unidades). Con otros solventes pueden aparecer otros efectos complementarios nuevos. (9)

### **ERROR DE TEMPERATURA**

Se hace presente cuando se realiza la medición del pH en soluciones templadas o calientes, dado que los papeles indicadores y las varillas indicadoras que no destiñen, están elaboradas para trabajar de forma óptima a 20° C, el error de la temperatura es consecuencia de que el producto iónico del agua varia considerablemente con la temperatura, Así por ejemplo:

$$pK_w = 14,2 \text{ a } 18^\circ \text{ C}$$

$$pK_w = 12,2 \text{ a } 100^\circ \text{ C}$$

Debido a esto, se corre el rango de viraje de los indicadores (Ver Anexo N° 1).(9)

### **3.4 TITULACIONES ACIDO - BASE EN MEDIO ACUOSO** (2,18,19,28)

Las reacciones acido base se ubican entre las más importantes y comunes en los sistemas químicos y biológicos. Es necesario conocer primero las definiciones y propiedades generales de los ácidos y las bases. (Ver Anexo N° 2). (28)

Según Arrhenius: Un Acido es aquella sustancia que en Solución acuosa desprende iones  $H^+$ . Un ácido según Bronsted; se define como un donador de protones, mientras que un acido de Lewis; se conoce como una sustancia capaz de recibir pares electrónicos. Entre las propiedades de los ácidos se pueden mencionar:

- Tienen un sabor agrio
- Producen cambio de color en los pigmentos vegetales
- Reaccionan con ciertos metales como Cinc, Magnesio y Hierro para la producción de  $H_{(g)}$
- Reaccionan con carbonatos y bicarbonatos, produciendo  $CO_{2(g)}$
- Las soluciones acuosas de los ácidos conducen la corriente eléctrica

Según Arrhenius una base es aquella sustancia que en solución acuosa libera iones  $OH^-$ . Una base según Bronsted se define como un aceptor de protones, mientras que una base de Lewis, la constituye una sustancia capaz de donar o aportar pares electrónicos. Entre las propiedades de las bases se pueden mencionar:

- Tienen sabor amargo
- Son jabonosas al tacto

- Producen cambio de color en los pigmentos vegetales
- Las soluciones acuosas de las bases conducen la corriente eléctrica

Una disolución ácida puede neutralizarse con otra básica (y viceversa) parcial o totalmente. La neutralización total, lleva consigo la pérdida de propiedades de ácido o de base en la disolución, esto resulta cuando se igualan sus concentraciones de iones  $\text{H}_3\text{O}^+$  y  $\text{OH}^-$  (2,18). Debido a esta circunstancia, será posible determinar la cantidad de ácido o de base presente en una disolución desconocida midiendo el volumen de base o de ácido de una disolución de concentración conocida o disolución patrón que es necesario añadir para conseguir la neutralización. Se puede determinar el punto final de una valoración ácido-base de dos maneras:

- 1- Se puede seguir el curso de la valoración con un medidor de pH de electrodo de vidrio y registrarse así toda la curva de valoración.

Con un examen visual o un método gráfico, se puede localizar el punto de inflexión o punto de máxima pendiente de la curva de valoración y aceptar el punto como punto final. (Figura N° 2). (18)

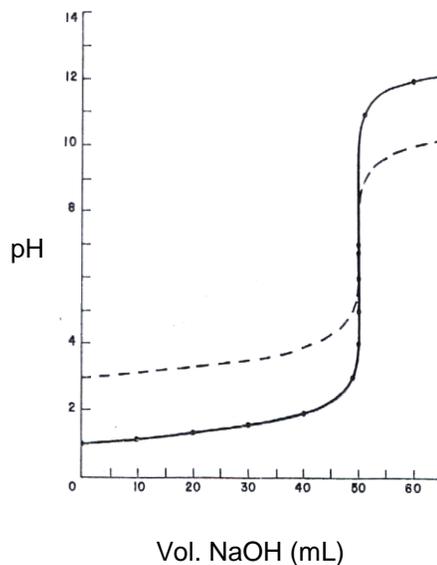


Figura N° 2. Curva de valoración de 50 mL de NaOH con 50 mL de HCl a diferentes concentraciones. (18)

2- Usando indicadores, llamados indicadores ácido-base, las cuales son moléculas de un colorante orgánico.

La sustancia que hace observable el cambio físico se conoce como indicador y para su selección se debe tomar en cuenta que la diferencia entre el punto final y el punto de equivalencia debe ser mínima, para que el error de titulación también sea pequeño. (19)

### 3.4.1 INDICADORES ACIDO-BASE (21,22, 25)

Los indicadores ácido-base son generalmente compuestos orgánicos de naturaleza compleja que en agua u otro solvente se comportan como ácidos o bases débiles. Dependiendo del pH del medio, el equilibrio se encontrará



desplazado hacia la formación no disociada ( $\text{HIn}$ ) o hacia la formación de la forma disociada ( $\text{In}^-$ ):

Normalmente la forma disociada y la no disociada presentan coloraciones distintas y el predominio de una de ellas va a depender de la concentración de iones hidrógeno presentes en la solución. (21)

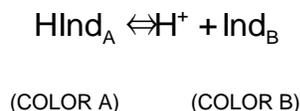
Los indicadores ácido-base o por neutralización son materiales coloreados, con frecuencia colorantes, los cuales son de un color en un rango de pH y de otro color o incoloros en un rango diferente de pH. Todos los indicadores ácidos-básicos son ácidos débiles o bases débiles, con un valor característico en su constante de ionización. Por consiguiente muestra un cambio de color a un pH que es característico para cada uno de ellos. (25,22)

Es claro que los cambios de color se deben a cambios de iones a moléculas o al caso inverso. Los indicadores utilizados en las Titulaciones Acido-base en medio acuoso, presentan cambios de color a un rango determinado de pH. Se pueden encontrar ordenados según rangos de viraje crecientes. (25,22)  
(Ver Anexo N° 3).

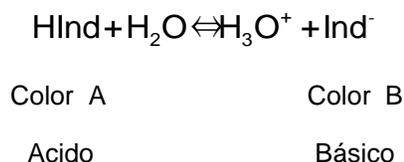
### **3.4.2 REACCIONES GENERALES DE LOS INDICADORES ACIDO-BASE (2)**

Un indicador ácido-base sirve como indicador de pH por el hecho de que existe en dos formas; la forma ácida posee un color, y por pérdida de un protón se

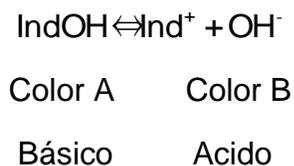
convierte a la forma básica que tiene color diferente. El equilibrio químico correspondiente es:



En donde  $\text{HInd}_A$  es la forma ácida del indicador con color "A", mientras que  $\text{Ind}_B^-$  es la forma básica del mismo indicador, el cual tiene un color diferente, "B". Para un indicador del tipo ácido, la siguiente ecuación representa el cambio químico que origina el cambio de color:



HInd, Representa la forma molecular, como acido, con el color "A".  
 Ind<sup>-</sup>, representa el ion derivado del ácido, teniendo dicho ion el color "B" básico.  
 Para un indicador tipo básico:



IndOH Representa la forma molecular del indicador básico, mientras que  $\text{Ind}^+$  representa el ion derivado de la base.

Tanto para los indicadores ácidos como básicos, los colores A y B deben ser de dos colores diferentes o uno de ellos puede ser incoloro. (2)

### 3.4.3 CONSTANTE DE IONIZACION PARA LOS INDICADORES ACIDO-BASE <sup>(2,6)</sup>

En la expresión del equilibrio para un indicador ácido-base, cada reacción deberá ser reversible, se puede encontrar una constante de ionización del indicador  $K_{\text{Ind}}$ .

Para un indicador ácido:



$$K_{\text{Ind}} = \frac{(\text{H}^+)(\text{Ind}_B)}{(\text{HInd}_A)}$$

En donde  $K_{\text{Ind}}$  es completamente análoga a la constante de ionización de un ácido débil monotrópico. <sup>(2)</sup>

La ecuación anterior puede ordenarse de la siguiente forma:

$$\frac{(\text{H}^+)}{(K_{\text{Ind}})} = \frac{\text{HInd}_A}{(\text{Ind}_B)}$$

La sustancia  $\text{HInd}_A$  es de color A y cuya intensidad de color A ha de ser directamente proporcional a la concentración  $\text{HInd}_A$  en la solución. De igual forma, la sustancia  $\text{Ind}_B$  es de color B y su intensidad estará relacionada directamente con la concentración de  $\text{Ind}_B$  presente en la solución.

Por lo que la expresión precedente puede escribirse de la siguiente manera:

$$\frac{(H^+)}{(K_{Ind})} = \frac{(\text{Intensidad del Color "A"})}{(\text{Intensidad del Color "B"})}$$

Para el ojo Humano normal, una solución que contiene dos especies coloreadas A y B aparecerá de color A, si la intensidad de color A es 10 veces mayor que la intensidad de color B; en cambio si la intensidad de color B es 10 veces mayor que la de color A, la solución será de color B. (6)

Esto se representa por las siguientes ecuaciones:

$$\text{Donde } = \frac{(Ind_B)}{(HInd)} = \frac{K_{HInd}}{(H^+)} = \frac{10ColorA}{1ColorB}. \text{ La solución será de color A}$$

$$\text{Donde } = \frac{(Ind_B)}{(HInd)} = \frac{K_{HInd}}{(H^+)} = \frac{1ColorA}{10ColorB}, \text{ La solución será de color B}$$

En base a lo anterior se puede comprobar que:

1. Un indicador de dos colores presenta una "transición" de color cerca de una mezcla 50-50 de estas dos formas coloreadas, esto ocurre cuando.

$$\frac{K_{Ind}}{(H^+)} \cong 1 \qquad H^+ \cong K_{Ind} \qquad pH \cong pK_{Ind}$$

2. Visualmente, la transición de una forma coloreada a otra, será completada cuando la concentración del ion Hidrogeno cambie de:

$$(H^+) = 10K_{HInd} \quad \text{a} \quad (H^+) = \frac{1}{10}K_{HInd}$$

$$\text{ó de } pH = pK_{HInd} - 1 \quad \text{a} \quad pH = pK_{HInd} + 1$$

La curva de titulación incluye el pH en el punto de equivalencia y este indica la constante de equilibrio óptima para el indicador. Antes será evaluado el mejor indicador a ser seleccionado, la incertidumbre del punto final de la titulación será determinado si un indicador ácido teniendo una constante  $K_{HInd}$  es seleccionado, la transición ocurrirá entre el pH evaluado:

$$pH = pK_{HInd} \pm 1$$

El color que el ojo humano percibe es visto como una mezcla de dos sustancias coloreadas A y B (como anteriormente se planteó). entre las variables que podrían influir para que no se observara bien un cambio de color dependerá de:

- La sensibilidad relativa del ojo
- La intensidad relativa de color de cada partícula
- Y del número relativo de partículas presentes. (2,6)

#### **3.4.4 INTERVALO DE TRANSICION DE pH**

El Intervalo de transición de pH incluye ciertos valores a través de los cuales se ve el cambio de color o viraje del indicador, la causa de esto es que el ojo humano responde más fácilmente a ciertos colores que a otros y también se

debe al hecho de que algunos indicadores son por naturaleza de color más intenso que otros aún en idéntica concentración. (6)

### **3.4.5 CONCENTRACION DEL INDICADOR**

La concentración del indicador debe de ser la más baja posible, siempre y cuando sea compatible con un cambio de color aceptablemente visible. El indicador consume reactivo al estar cambiando de forma y color. El error introducido en una titulación por una reacción de este tipo, por lo general puede ser despreciado. No obstante si dicho error pudiera ser apreciable, se debe correr una muestra testigo (“blanco”) con la cantidad apropiada del indicador que se va a titular. (2)

### **3.4.6 SELECCIÓN DE UN INDICADOR**

El hecho de que el indicador se consuma justo después de que se acabe el ácido de la disolución, no es una casualidad, sino una consecuencia de la correcta elección de éste. Debe advertirse que no cualquier indicador sirve para cualquier valoración; debe elegirse aquel indicador cuyo intervalo de pH de cambio de color (intervalo de pH al que el indicador cambia de color) contenga el pH del punto de equivalencia de la valoración a realizar.

Al seleccionar un indicador se deben considerar tres factores:

- pH en el punto de equivalencia.
- Rango pH del indicador.

-Dirección de la titulación, en el sentido de que el acercamiento al punto de equivalencia sea a partir del lado ácido o del lado alcalino. (14,22)

### 3.5 CLASIFICACION DE LAS TITULACIONES ACIDO - BASE EN MEDIO

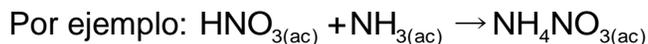
#### ACUOSO (16,19)

Las reacciones entre un ácido y una base se conoce como reacciones de neutralización. (16) De acuerdo a los diferentes tipos de reacción que pueden sufrir ambas especies, estas se han clasificado en las siguientes categorías:

- Reacción Acido Fuerte- Base Fuerte



- Reacciones Acido Fuerte- Base Débil



- Reacción Acido Débil- Base Fuerte



- Reacciones Acido Débil- Base Débil



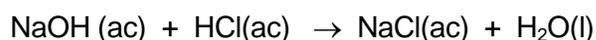
De acuerdo a las reacciones que pueden llevarse a cabo entre ácidos y bases, las titulaciones pueden clasificarse de la siguiente manera:

- Titulaciones de ácido fuerte y base fuerte
- Titulaciones de ácido fuerte y base débil
- Titulaciones de ácido débil y base fuerte
- Titulaciones de ácido débil y base débil. (19)

### 3.6 TITULACIONES DE ACIDO FUERTE Y BASE FUERTE (2,10,14,18,25)

Como su nombre lo indica una valoración Ácido Fuerte -Base Fuerte es un procedimiento que consiste en añadir poco a poco una solución de concentración conocida (Base Fuerte) a una disolución de concentración desconocida; muestra a analizar (Ácido Fuerte). (14,18)

Como ejemplo de este tipo de valoraciones tenemos: una solución de ácido fuerte como el ácido clorhídrico en agua de concentración desconocida; en esa disolución la concentración de  $\text{H}_3\text{O}^+$  será mayor de  $10^{-7}$  M por lo tanto el pH será menor de 7. Y a esta solución se le añade poco a poco una disolución de una base fuerte como el Hidróxido de sodio de concentración conocida, la cual irá produciendo la siguiente reacción de neutralización.



Este ácido y esta base se encuentra en una relación molar 1: 1.

Al ir adicionando el Hidróxido de sodio la concentración de  $\text{H}_3\text{O}^+$  en la disolución de ácido clorhídrico irá disminuyendo y por tanto aumentando el pH. Si

continuamos añadiendo Hidróxido de sodio nos iremos acercando lentamente a pH 7; en este punto puede considerarse que todos los  $\text{H}_3\text{O}^+$  del ácido se han consumido y que sólo permanecen los que provienen del disolvente (agua).

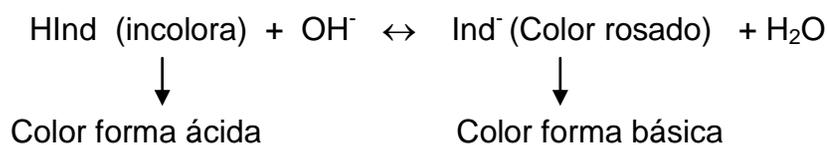
Además en las proximidades de ese punto la concentración de  $\text{H}_3\text{O}^+$  es muy pequeña y por tanto pequeñas adiciones de base ( $\text{OH}^-$ ) producen grandes variaciones de pH. Si se sobre pasa a este punto de pH 7, llamado punto de equivalencia, seguimos añadiendo disolución básica se sigue produciendo una brusca variación del pH. (2, 10,18)

El número de  $\text{OH}^-$  añadidos en el punto de equivalencia puede ser conocido porque conocemos la concentración de la disolución básica y el volumen añadido hasta llegar al punto de equivalencia ( $V_{\text{eq}}$ ), tendremos los datos suficientes para calcular la concentración inicial de ácido AH. Si la reacción de neutralización se produce mol a mol tendremos.

$$V_a M_a = V_{\text{eq}} M_b$$

Donde  $V_a$  es el volumen de la disolución de ácido colocada en el erlenmeyer,  $V_{\text{eq}}$  es el volumen gastado de base hasta llegar al punto de equivalencia (se lee en la bureta),  $M_b$  es la molaridad de la disolución de base y  $M_a$  es la incógnita a calcular. El punto de equivalencia se observará utilizando indicadores Acido-Base, para este tipo de valoración se utilizará fenolftaleína como indicador. Al adicionarle 2 ó 3 gotas de fenolftaleína a la disolución problema (ácido

clorhídrico en agua) se encontrará inicialmente en forma ácida, produciendo en toda la disolución una coloración que corresponderá al color de la forma ácida del indicador (incolora). Cuando se comience a añadir disolución básica se comenzará a consumir primero el ácido presente en la disolución. Cuando este se haya consumido, las siguientes gotas de disolución básica añadidas producirán en el indicador la reacción:



El punto final de la valoración se observa mediante el cambio de color del indicador (incolora) en su forma ácida y al cambio de color su forma básica (Color rosado) en la disolución. (2,25)

### 3.6.1 INDICADORES UTILIZADOS EN LA TITULACION DE UN ACIDO FUERTE Y UNA BASE FUERTE (2,19,25)

La lista de indicadores ácido-base es grande y comprende numerosos compuestos orgánicos. En la valoración de un ácido fuerte y una base fuerte, el indicador está inicialmente presente en su forma ácida, de manera que el punto final se señalará por la súbita aparición del color de la forma básica del indicador. Por el contrario al valorar a la inversa; una base fuerte con un ácido fuerte. Aquí como el indicador está inicialmente en su forma básica, en esta ocasión se identificará el punto final cuando aparezca el color de la forma ácida

del indicador. (2,19) El pH en el punto de equivalencia es de 7, aunque basta una cantidad muy pequeña de reactivo para originar un cambio en pH. Como ejemplo de un indicador utilizado para las titulaciones de ácidos fuertes con bases fuertes se tiene fenolftaleína. Aunque también puede utilizarse otros tipos de indicadores como rojo de metilo; dependiendo de la naturaleza del medio a analizar. La fenolftaleína tiene forma ácida incolora a pH 8.0 y por debajo de este valor, mientras la forma básica, es de color rosado y predomina a pH 10 y por encima de este valor. (2,15) En la Figura N° 3. Se observa la Secuencia de Reacciones que ocurren en las titulaciones Acido Fuerte – Base Fuerte. (2,25)

Acido Clorhídrico + Indicador en forma Ácida



(pH < 7)

Hidróxido de Sodio

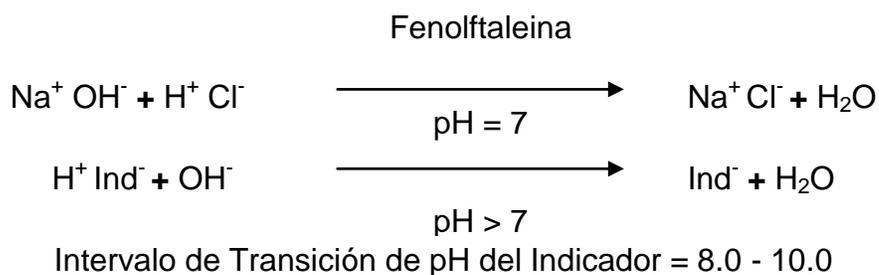


Figura N° 3. Secuencia de Reacciones en una Titulación Acido Fuerte – Base Fuerte. (2,25)

### 3.7 TITULACIONES DE ACIDO FUERTE CON UNA BASE DEBIL (2,13,14,17)

Estas titulaciones tienen puntos de equivalencia en valores de pH menores de 7. Esto debido a que predomina el pH del ácido fuerte. (2)

Para este tipo de valoraciones tomamos como ejemplo la titulación de una disolución de ácido fuerte; como el Ácido clorhídrico de concentración desconocida con una disolución de amoníaco de concentración conocida. (14,17)

Las únicas diferencias respecto a las valoraciones ácido fuerte-base fuerte son:

1. Al ir adicionando el ácido, la reacción que se produce es



Cuando toda la base se ha consumido, es decir estemos en el punto de equivalencia, tendremos una disolución de  $\text{NH}_4^+$  cuyo pH no será siete. Efectivamente, el  $\text{NH}_4^+$  produce la reacción de hidrólisis con el disolvente (agua)



A causa de esta reacción, el pH del punto de equivalencia se da en una zona ligeramente ácida. Esto deberá ser tomado en cuenta a la hora de elegir el indicador adecuado;

2. Además el cambio de pH que se produce en las proximidades del punto de equivalencia no es brusco como en las Valoraciones de Ácido Fuerte – Base

Fuerte. Esta circunstancia se da siempre que se valora un ácido o una base débil y hace que sea más fácil cometer errores en la valoración. (13,17)

### **3.7.1 METODO DE KJELDAHL** (13,17)

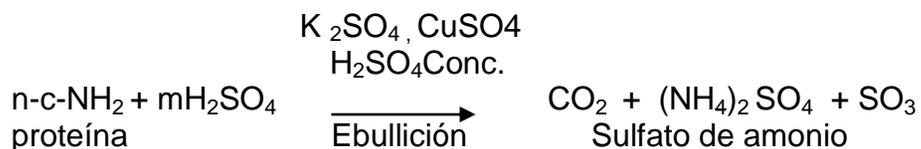
Otra forma de aplicar este tipo de titulaciones es utilizando el Método de Kjeldahl, este Método consiste en la determinación del nitrógeno de las proteínas que se encuentran en alimentos, bebidas, carnes y cereales. También se utiliza el Método Kjeldahl para la determinación de nitrógeno en aguas residuales, suelos y otras muestras.

El fundamento de este Método se basa en tres partes: Digestión, Destilación y Titulación.

A continuación se presenta un ejemplo de la aplicación del Método de Kjeldahl: determinación del nitrógeno presente en una muestra de harina. (El aparato utilizado se muestra en el Anexo N° 11. Figura N° 40)

1. Digestión. - la muestra (harina) es pesada y colocada en un frasco de kjeldahl el cual contiene un volumen pequeño de  $H_2SO_4$  concentrado es mezclado con una cantidad de  $K_2SO_4$  y un catalizador de  $CuSO_4$ , luego el frasco es colocado en un hot-plate y es calentado, el  $H_2SO_4$  ebulle y la muestra es digerida por un periodo de tiempo necesario hasta evidenciar que la muestra se ha disuelto, el nitrógeno de la proteína es con vertido en

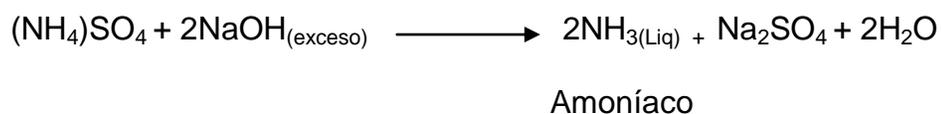
amonio ( $\text{NH}_4^+$ ); hasta obtener una solución clara. según la siguiente reacción:



n-c-NH<sub>2</sub> : Cadena de la proteína (ejemplo de la cadena que conforma la Harina)

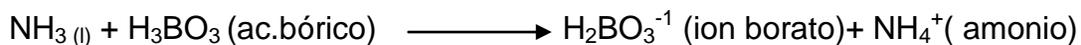
m: Moles de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

2. Destilación.- A la mezcla obtenida anteriormente (que contiene sulfato de amonio), se le adiciona agua destilada y una cantidad equivalente de NaOH 50%, para neutralizar al ácido. En este punto el amonio ( $\text{NH}_4^+$ ) es convertido en amoníaco ( $\text{NH}_{3(\text{Liq})}$ ) cuando el H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> es neutralizado con NaOH, el amoníaco ( $\text{NH}_{3(\text{Liq})}$ ) obtenido es destilado y recibido dentro de un beaker receptor. Según la siguiente reacción:



Al beaker receptor que contiene el amoníaco destilado se le adiciona una solución de ácido bórico (H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> al 4%) este reacciona con el amoníaco ( $\text{NH}_{3(\text{Liq})}$ ) (13,17)

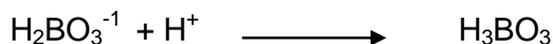
Produciendo la sal del ácido bórico (H<sub>2</sub>BO<sub>3</sub><sup>-1</sup>). Según la siguiente reacción:



3. Titulación.- En esta etapa, se lleva a cabo una titulación indirecta a la disolución de borato ( $\text{H}_2\text{BO}_3^{-1}$  ion borato), formado por la neutralización de amoníaco con ácido bórico.

Se le agrega 3 gotas de una mezcla de un indicador mixto (rojo de metilo y azul de metileno (1:2) en alcohol etílico). Luego es titulada con HCl 0.1N (previamente estandarizado) hasta observar el cambio de viraje del indicador de verde a azul.

Al titular con el ácido estandarizado (HCl 0.1N) se obtiene:



La cantidad de ácido estandarizado (HCl 0.1N) que se necesita es proporcional a la cantidad de amonio formado. Esto es un método indirecto porque el amonio es determinado pero no titulado por lo cual es determinado indirectamente por la titulación de  $\text{H}_2\text{BO}_3^{-1}$ ; en una titulación directa el analito presenta una reacción directa con el titulante. (13,17)

La concentración del  $\text{H}_3\text{BO}_3$  presente en el beaker receptor no es necesario conocerla por lo que no se tomará en cuenta dentro del cálculo.

$$\% \text{Nitrogeno} = \frac{V_{\text{HCl}} \times N_{\text{HCl}} \times 0.0014}{\text{Peso de muestra}} \times 100$$

$$\text{PE} = \frac{\text{PM}_{\text{Nitrogeno}}}{\text{N}^{\circ} \text{ de H}^{+} \text{acido}}$$

$$\text{PE} = \frac{14.0067}{1}$$

$$\text{PE} = 14.0067$$

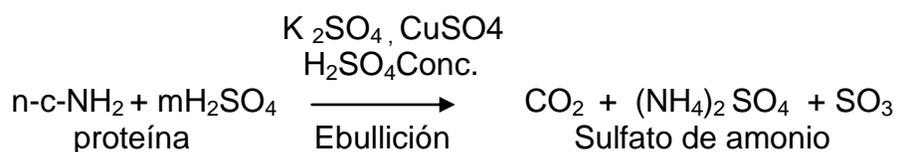
$$\text{Meq} = \frac{\text{PE}}{1000}$$

$$\text{Meq} = \frac{14.0067}{1000}$$

$$\text{Meq} = 0.0014$$

### 3.7.2 SECUENCIA DE REACCIONES QUE SE LLEVAN A CABO EN EL METODO DE KJELDAHL <sup>(13,17)</sup>.

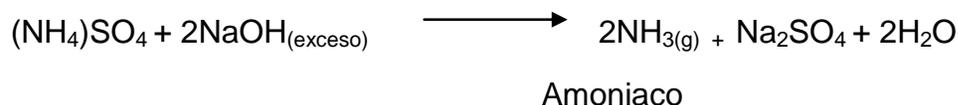
#### Reacción de Digestión:



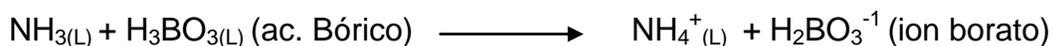
n-c-NH<sub>2</sub>: Cadena de la proteína (ejemplo de la cadena que conforma la Harina)

m: Moles de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

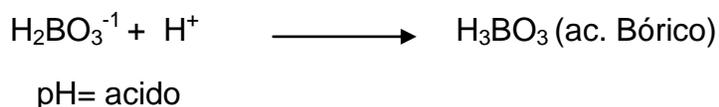
#### Reacción de Neutralización:



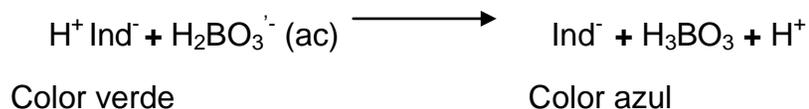
#### Reacción de Destilación:



#### Reacción de Titulación:



#### Reacción del Indicador:

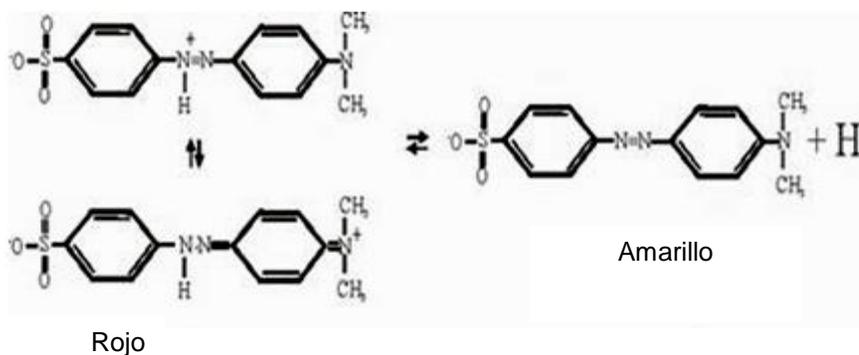


Cambio del Indicador de su forma Ácida a Básica en un Medio Ligeramente Ácido.

### 3.7.3 INDICADORES UTILIZADOS EN LAS TITULACIONES ACIDO FUERTE-BASE DEBIL. (2,13,20,21)

Durante la titulación se puede detectar un cambio de color en el indicador cuando aproximadamente la décima parte de este ha sido cambiada de una forma a la otra. Al adicionar poco a poco la disolución valorante (Amoniac) de concentración conocida a la disolución de Acido clorhídrico predominará el pH ácido de la disolución por el acido clorhídrico por ser un acido fuerte por lo que el amoniaco se vuelve acido en la disolución (manteniendo su basicidad).

En este tipo de valoraciones se deben considerar indicadores tales como el anaranjado de metilo. (Figura N° 4) ya que tiene un rango de pH de 3.1 en su forma acida a 4.4 en su forma básica. (2,20)



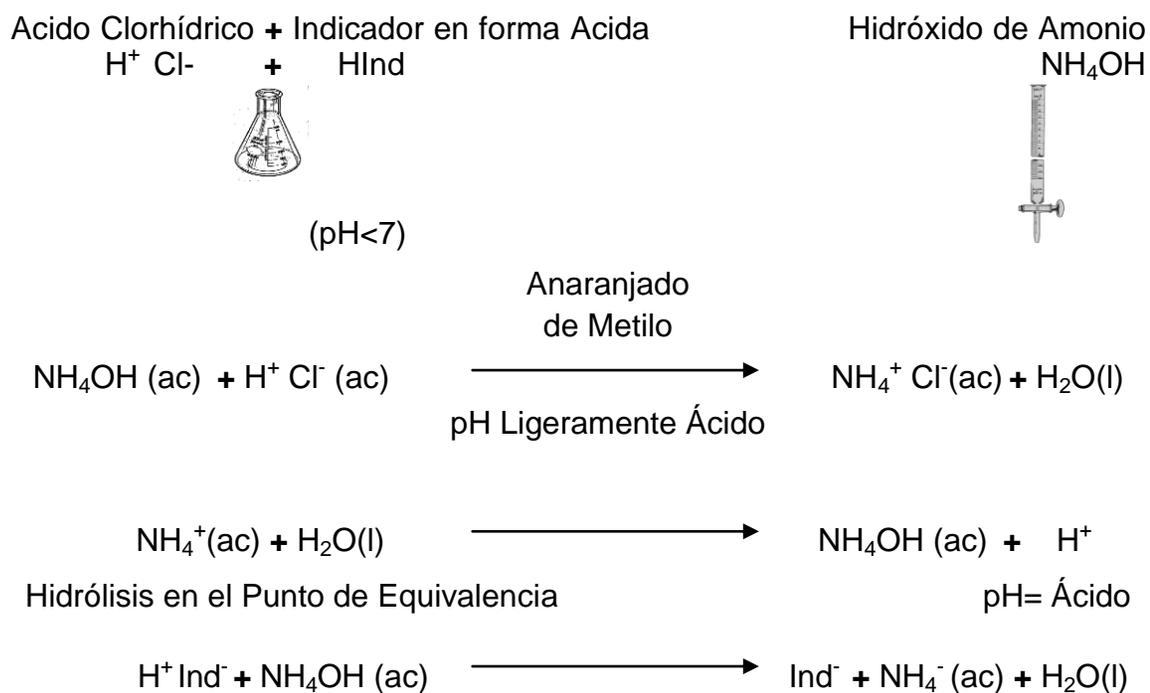
Rojo

Anaranjado de Metilo pK = 3.8

Figura N° 4. Estructura del Anaranjado de Metilo. (2,20)

El Anaranjado de metilo presenta un color Rojo en su forma ácida a pH de 3.1 en la disolución del ácido Clorhídrico, cuando se va adicionando la solución valorante de amoniaco (en exceso) el pH del medio (de la disolución del ácido Clorhídrico) va cambiando y es aquí cuando la estructura del indicador anaranjado de metilo se transforma a su forma básica por el pH del medio y es en donde se produce el cambio de color. El punto final de la valoración se observa cuando en su forma básica presenta un color amarillo a un pH de 4.4.

(13, 21) En la Figura N° 5 se muestra la Secuencia de Reacciones (13, 21)



Cambio del Indicador de su forma Acida a Básica en un Medio Ligeramente Ácido. Intervalo de Transición de pH del Indicador: 3.1- 4.4

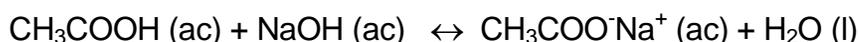
Figura N° 5. Secuencia de Reacciones que ocurren durante la Titulación Ácido Fuerte- Base Débil. (13, 21)

### 3.8 TITULACIONES DE ACIDO DEBIL Y BASE FUERTE (2,13,15,21)

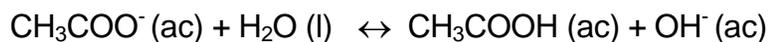
Estas titulaciones tienen puntos de equivalencias en valores de pH mayores de 7. Esto es debido a que predomina el pH de la base fuerte. (2)

Este tipo de titulaciones se aplican a una disolución de un ácido débil con una base fuerte, como ejemplo de este tipo de titulación tenemos: valoración de una disolución de un ácido débil; como el ácido acético, de concentración desconocida con una disolución de una base fuerte de concentración conocida como el Hidróxido de sodio. (15) La adición del hidróxido de sódico neutraliza parte del ácido acético; por lo tanto, en puntos de la curva de valoración antes del punto de equivalencia, la solución contiene ácido acético y acetato sódico en cantidades varias y el pH es prácticamente el de un amortiguador ácido acético – acetato sódico. Las características de esta valoración serían:

En las cercanías del punto de equivalencia, podemos considerar que todo el ácido se ha consumido, según la reacción siguiente:



Por tanto lo que tendremos en ese punto será una disolución de ión acetato que puede producir la reacción de hidrólisis:

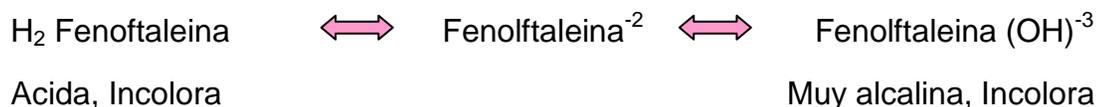


Por tanto el punto de equivalencia se da en una zona ligeramente básica; esto deberá ser tomado en cuenta a la hora de elegir correctamente el indicador; de la misma forma que ocurría antes, el salto de pH que se produce en las proximidades del punto de equivalencia es mucho más pequeño que en la valoración ácido fuerte-base fuerte; esto como ya se mencionó hace más difícil la valoración y aumenta la posibilidad de error. (13, 21)

### 3.8.1 INDICADORES UTILIZADOS EN LAS TITULACIONES ACIDO DEBIL BASE FUERTE (4, 17,19)

Al titular en el lado alcalino con ácido, el indicador debe de tener un rango que vaya desde una cuantas décimas de unidad de pH por arriba del punto de equivalencia, hasta abajo del mismo. (2) En general, la dirección de la titulación establece muy poca diferencia, en la selección del indicador, excepto en soluciones mas bien diluidas, tales como 0.01N o menores. (4)

En este tipo de titulaciones se deben de considerar indicadores tales como la fenolftaleina. Durante una titulación, habrá un cambio visible de color en el indicador cuando la décima parte de éste ha sido cambiada de una forma a la otra. (19) La fenolftaleina tiene una forma ácida incolora, una forma básica color rosa y cuyo intervalo de viraje se encuentra entre un pH de 8 y 10, que se encuentran en mutuo equilibrio como se presenta a continuación:



La Fenolftaleína posee diferentes rangos de acción, coloraciones y conformación de su estructura, como se muestra en la Figura N° 6. (19)

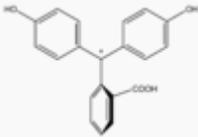
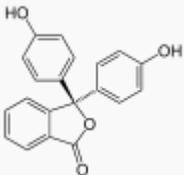
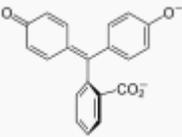
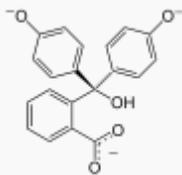
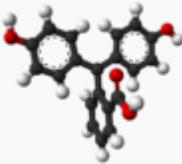
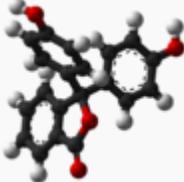
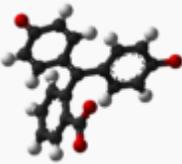
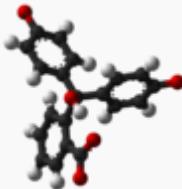
Especies	In	H <sub>2</sub> In	In <sup>2-</sup>	In(OH) <sup>3-</sup>
Estructura				
Modelo				
pH	< 0	0-8.2	8.2-12.0	>12.0
Condiciones	fuertemente ácidas	ácidas o neutra	alcalinas	fuertemente alcalinas
Color	Naranja	Incoloro	Rosa	Incoloro
Imagen				

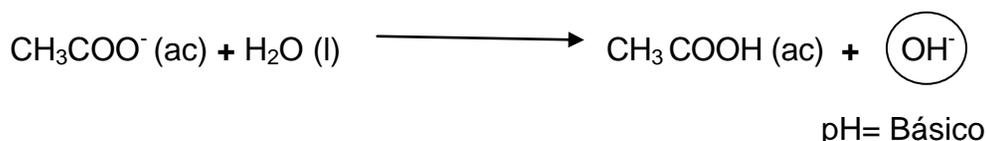
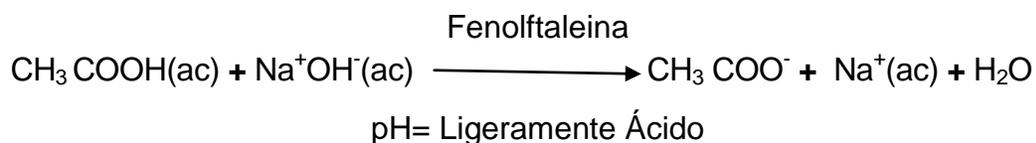
Figura N° 6. Especies Químicas de la Fenolftaleína en diferentes Condiciones. (19)

La fenolftaleína es un ácido débil que pierde cationes  $H^+$  en solución. La molécula de fenolftaleína es incolora, en cambio el anión derivado de la fenolftaleína es de color rosa. Cuando se agrega una base la fenolftaleína (siendo esta inicialmente incolora) pierde  $H^+$  formándose el anión y haciendo que tome coloración rosa. (17) En la Figura N° 7 Se muestra la Secuencia De Reacciones que Ocurren Durante La Titulación Acido Débil - Base Fuerte. (17)

Ácido acético + Indicador en forma Ácida



Hidróxido de Sodio



Hidrólisis en el Punto de Equivalencia



Cambio del Indicador de su forma Ácida a Básica en Medio Básico.

Intervalo de Transición de pH del Indicador: 8.0-10.0

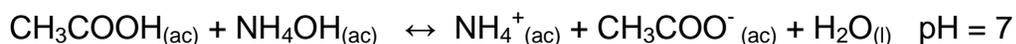
Figura N° 7. Secuencia de Reacciones que ocurren durante la Titulación Acido

Débil - Base Fuerte (17)

### 3.9 TITULACION DE UN ACIDO BEBIL Y UNA BASE DEBIL. (1)

La valoración de un ácido débil y una base débil (o la valoración inversa) utilizando indicadores en el punto final no es realizable. Cerca del punto de equivalencia el ritmo de variación del pH por adición de pequeños incrementos de reactivo diluido es muy pequeño y el cambio de color del indicador por lo que resulta imposible decidir la localización del punto final, incluso realizando por comparación con una disolución de referencia que contenga la sal y el indicador. Este comportamiento es una consecuencia de la naturaleza de la disolución en las proximidades y ambas la del punto de equivalencia.

Como ejemplo de este tipo de valoraciones tenemos: titulación de Ácido acético ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) de concentración desconocida con Hidróxido de Amonio ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) de concentración conocida. Si va adicionando poco a poco la solución valorante ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) a la disolución de Amonio se producirá la siguiente reacción:



La valoración de pH a lo largo de la titulación antes del punto de equivalencia es análoga a la valoración Ácido débil (Ácido acético) Base fuerte (Hidróxido de sodio). (1)

### 3.10 TITULACIONES POR PRECIPITACION O ARGENTOMETRICAS <sup>(12,15)</sup>

De la misma manera que es posible determinar la concentración de una sustancia desconocida por neutralización, se puede hacer para una sustancia que precipita totalmente, como las precipitaciones generalmente son reacciones lentas, con frecuencia se efectúan con titulaciones por retroceso. Estas consisten en añadir a la solución problema un exceso de reactivo medido con exactitud, esperar a que la precipitación se complete y titular con bureta el exceso con un titulante adecuado.

Una reacción en la cual se forma un precipitado puede ser la base para la titulación, siempre que la reacción sea rápida y cuantitativa, y además exista una forma de indicar cuando se ha alcanzado el punto de equivalencia. <sup>(12)</sup>

En la práctica, estas condiciones limitan seriamente el número de reacciones de precipitación que se pueden emplear en el análisis volumétrico.

En el análisis volumétrico el producto de solubilidad debe ser suficientemente pequeño de manera que la precipitación sea cuantitativa, dentro del error experimental, cuando solamente se agrega una gota en exceso de reactivo titulante.

Por supuesto, deben estar ausentes las reacciones laterales. La coprecipitación, que provoca errores en el análisis gravimétrico, provocará los mismos errores en el análisis volumétrico. <sup>(12)</sup>

La mayor limitación en el número de reacciones de precipitación que se puede emplear en las titulaciones es, sin embargo, la elección del indicador adecuado. Dado que esta es una restricción muy importante, es adecuado clasificar las titulaciones por precipitación de acuerdo con los medios que se emplean para detectar el punto final.

Las titulaciones de precipitación se basan en reacciones que forman compuestos iónicos con solubilidad restringida. El titulante más reactivo es el  $\text{AgNO}_3$  y es, también, uno de los más utilizados en las determinaciones de halogenuros,  $\text{SCN}^-$ ,  $\text{CN}^-$ ,  $\text{CON}^-$ , mercaptanos, ácidos grasos y varios aniones inorgánicos divalentes.

### **3.11 TIPOS DE METODOS POR PRECIPITACION O ARGENTOMETRICAS<sup>(12)</sup>**

En las Titulaciones Argentométricas se utilizan 3 métodos para visualizar el punto final o de equivalencia:

- Indicadores Químicos
- Método potenciométrico
- Método amperométrico

De estos métodos se utilizará el de los Indicadores Químicos.

La diferencia entre los distintos métodos argentométricos, dentro de los correspondientes a indicadores químicos, se basa en la determinación del punto final. El punto final que produce un indicador químico suele evidenciarse por cambio de color y, a veces, por la aparición o desaparición de turbidez en la solución que se titula. <sup>(12)</sup> Los requerimientos de un indicador para una titulación de precipitación son similares a los que se utilizan en una titulación de neutralización:

- El cambio de color deberá ocurrir en un margen estrecho de la función del reactivo o del analito
- El cambio debe darse dentro de la porción más pronunciada de la curva de titulación del analito. Por ejemplo, vemos que el indicador dará un punto final satisfactorio en la titulación de iones yoduro y bromuro, pero no de los iones cloruro. Sin embargo, éstos se pueden titular satisfactoriamente con un indicador que tenga un intervalo de pAg de 6.0 a 4.0. A continuación se discuten tres indicadores que son ampliamente utilizados en las titulaciones argentométricas. <sup>(12,15)</sup>

### **3.12 METODOS DE INDICADORES UTILIZADOS PARA DETECTAR EL PUNTO FINAL EN LAS TITULACIONES DE PRECIPITACION.** <sup>(15)</sup>

Dentro de los métodos utilizados para determinar el punto final en las titulaciones de precipitación o argentométricas están:

- Método de Morh: formación de un precipitado coloreado.
- Método de Volhard: formación de una sustancia coloreada en el seno de la disolución.
- Método de Fahans: indicadores coloreados de adsorción que se adhieren al precipitado que se forma.

En el Anexo N° 4, se presentan diferentes Indicadores de Absorción, los cambios de color con diferentes sustancias valorantes y valoradas.

#### **3.12.1 METODO DE MORH: (formación de un precipitado coloreado)** <sup>(1,12,23)</sup>

De la misma forma que un sistema ácido-base se puede emplear como indicador de una titulación ácido-base, y un sistema redox para las titulaciones redox, se puede usar la formación de otro precipitado para indicar que se alcanzó el punto final de la titulación por precipitación. El mejor ejemplo conocido de este caso es el llamado Método de Morh para la titulación de ion cloruro con ion plata, en el que se usa ion cromato como indicador. <sup>(23)</sup> La sal

del cromato de sodio ( $\text{Na}_2\text{CrO}_4$ ) es un buen indicador para la determinación argentométrica de iones cloruro, bromo y cianuro debido a que, en el punto de equivalencia, reacciona con los iones plata y forma un precipitado de cromato de plata ( $\text{Ag}_2\text{CrO}_4$ ) de color rojo ladrillo.

Es necesario, por supuesto, que la precipitación del indicador ocurra en o cerca del punto de equivalencia de la titulación. El punto final los iones cromato se combina con el exceso de iones plata originando un precipitado rojizo de cromato de plata. <sup>(1)</sup> El cromato de plata es más soluble ( $6,9 \times 10^{-5}\text{M}$ ) que el cloruro de plata ( $1,34 \times 10^{-5}\text{M}$ ). <sup>(1)</sup> Si se agrega iones plata a una solución que contiene una concentración considerable de ion cloruro y una pequeña concentración de ion cromato, precipitará primero el cloruro de plata, y no se formará el cromato de plata hasta que la concentración del ion plata alcance un valor lo suficientemente grande como para exceder el producto de solubilidad del cromato de plata. A partir de los productos de solubilidad del  $\text{AgCl}$  y del  $\text{Ag}_2\text{CrO}_4$  es posible calcular la concentración de ion cromato que provocará la precipitación del cromato de plata en el punto de equivalencia del cloruro de plata; lo que hará aparecer el punto final de la reacción de valoración.

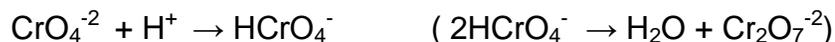
Ya se ha dicho que en el punto estequiométrico  $(\text{Ag}^+) = (\text{Cl}^-) = 1,34 \times 10^{-5}$ .

Para el cromato de plata,  $K_{ps} = (\text{Ag}^+)^2 (\text{CrO}_4^{2-}) = 1,3 \times 10^{-12}$ .

El producto de solubilidad para la concentración de iones  $\text{CrO}_4^{2-}$  en equilibrio con  $\text{Ag}^+$   $1,34 \times 10^{-5}\text{M}$  viene dada por:

$$(\text{CrO}_4^{2-}) = \frac{K_{ps}}{(\text{Ag}^+)^2} = \frac{1,3 \times 10^{-12}}{(1,34 \times 10^{-5})^2} = 7,2 \times 10^{-3}$$

Según este resultado, la concentración del ion cromato debe ser ligeramente superior a 0,007 M para que se forme  $\text{Ag}_2\text{CrO}_4$  en el punto estequiométrico de la valoración de cloruro con ion plata. En la práctica se toma una concentración de cromato 0,005 M. La concentración de  $\text{Ag}^+$  en equilibrio con esta concentración de cromato es  $1,6 \times 10^{-5}$  M, cantidad que satura exactamente la disolución de cromato de plata y se necesita una débil concentración adicional del ion plata para dar lugar a la precipitación de una cantidad visible del cromato de plata, rojo anaranjado. El punto final se presenta inmediatamente después del punto estequiométrico de la precipitación del cloruro. (1, 12, 25) Normalmente se emplea una concentración de ion cromato menor, una disminución de la concentración del ion cromato hace necesario un exceso de ion plata para lograr la precipitación del cromato de plata y esto conduce a un error por exceso, por lo que hay que realizar un blanco para corregir el error. Este tipo de titulación por el Método de Mohr se limita a soluciones con valores de pH comprendidos entre 6 y 10. A  $\text{pH} < 5$  el punto final aparece muy lentamente de manera poco clara debido a la disminución de iones plata presentes; por lo que la disolución problema debe de ser neutra o ligeramente acida. En soluciones ácidas, disminuye mucho la concentración de cromato por reaccionar con los iones hidrógenos, dado que el ion  $\text{HCrO}_4^-$  está poco ionizado:



Y el cromato de plata no precipita hasta que se haya añadido el ion plata en gran exceso respecto a la cantidad estequiométrica para la precipitación del cloruro. La precipitación del cromato de plata se puede impedir por completo con suficiente ácido. Si la disolución a valorar estuviera alcalina, podría precipitar hidróxido de plata ( $K_{ps} = 2,6 \times 10^{-8}$ ) antes que el cromato de plata. En Método de Mohr también se puede aplicar a la titulación de ion bromuro y de ion cianuro con ion plata. Los efectos de adsorción hacen que no sea adecuado para ion yoduro y tiocianato. (1, 12, 25) En la Figura N° 8 Se muestra la Secuencia de Reacciones que ocurren durante La Titulación de Precipitación, utilizando el Método de Mohr. (1, 12, 25)

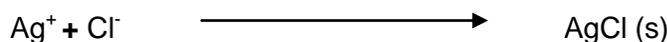
Ion Cloruro + Cromato de Sodio



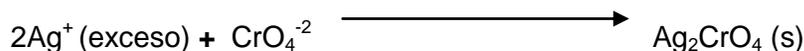
Nitrato de Plata



REACCION DE TITULACION:



REACCION DEL INDICADOR:  $\downarrow$  Blanco



$\downarrow$  Rojo Ladrillo

Este tipo de Titulación se limita a soluciones con valores de pH entre 6 y 10

Figura N° 8. Secuencia de Reacciones que ocurren durante La Titulación de Precipitación, utilizando el Método de Mohr. (1, 12, 25)

### 3.12.2 METODO DE CHARPENTIER- VOLHARD: Valoración de $\text{Ag}^+$ por retroceso. (12,24)

Este es un método directo. La titulación más común en que el reactivo titulante produce una especie química coloreada en la solución, es la titulación de una sal de plata con ion tiocianato, empleando una sal de hierro (III) como indicador. Durante la titulación, se forma tiocianato de plata, insoluble; en el punto final, el exceso de ion tiocianato se combina con los iones  $\text{Fe}^{+3}$  para formar un ion complejo de color rojo (Tiocianato de hierro). (12) En la Figura N° 9 Se muestra la Secuencia de Reacciones que ocurren durante La Titulación de Precipitación, utilizando el Método de Charpentier-Volhard. (12, 24)

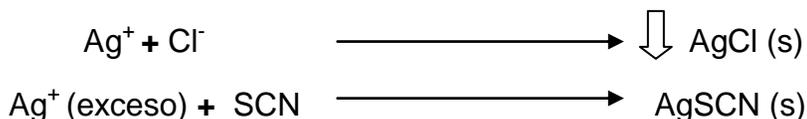
Ion Cloruro + Sulfato de Hierro



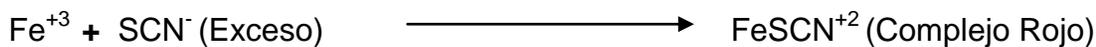
Nitrato de Plata



REACCION DE TITULACIÓN:



REACCION EN EL PUNTO FINAL:



Este Método se aplica a la determinación de  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$  y  $\text{I}^-$  en disolución Ácida.

Figura N° 9. Secuencia de Reacciones que ocurren durante La Titulación de Precipitación, utilizando el Método de Charpentier-Volhard. (12, 24)

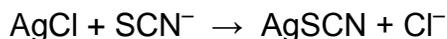
La cantidad de tiocianato que da un color visible es extremadamente pequeña; hay que tener una precaución cerca del punto final, hay que agitar el precipitado y a la solución vigorosamente entre agregados de tiocianato, pues el punto final puede llegar muy adelantado, debido a que los iones plata, al principio, son adsorbidos en el precipitado y luego desorbidos lentamente. (12, 24)

### **APLICACIÓN DEL METODO DE VOLHARD** (23)

La principal aplicación de la titulación de ion plata con tiocianato es la determinación del ion cloruro por el Método de Charpentier- Volhard. Este método está muy difundido dado que permite determinar ion cloruro en solución ácida. Verdaderamente la solución debe ser ácida o la sal de hierro (III) que se emplea como indicador se hidrolizaría. Se agrega un exceso, medido con precisión, de nitrato de plata a una solución de ion cloruro; luego se agrega el indicador (alumbre férrico) y los iones plata que no han reaccionado, titulándose por retroceso con una solución valorada de tiocianato de concentración conocida hasta la aparición de un color rojo permanente. (23)

### **ERROR DEL METODO DE VOLHARD** (24)

El Método de Charpentier-Volhard tiene una fuente de error potencialmente muy seria. El precipitado de tiocianato de plata, es mucho menos soluble que el cloruro de plata, por eso, los iones tiocianato pueden reaccionar con el cloruro de plata.



Si esto sucede, se gastará demasiado tiocianato en la titulación por retorno, y parecerá que el contenido de cloruro fuera menor, en la muestra, que lo que realmente es. El error que se comete es del 2% o mayor. Este error se puede evitar:

1. Separando por filtración el precipitado de cloruro de plata antes de titular por retroceso y se valora con el tiocianato ( $\text{SCN}^-$ ) este proceso es tedioso.
2. Adicionando un poco de nitrobenceno que provoca coagulación, luego de haber precipitado el cloruro de plata, y se agita; el nitrobenceno se adhiere a la floculación de cloruro de plata ya precipitado, y lo cubre, protegiéndolo de la reacción con el tiocianato. Esto es mucho más rápido que filtrar y da resultados satisfactorios. Sin embargo, el nitrobenceno solamente disminuye la velocidad de la reacción entre el cloruro de plata y el ion tiocianato en exceso, no la evita.

Este método se puede emplear para la determinación de ion yoduro y bromuro, en estos casos no hay que tomar precauciones por la reacción del ion tiocianato con el precipitado, dado que el bromuro de plata tiene casi el mismo producto de solubilidad que el tiocianato de plata, y el del yoduro de plata es menor. (24)

### 3.12.3 VALORACIÓN DE FAHANS: Uso de indicadores coloreados de

#### adsorción que se adhieren al precipitado que se forma

Los indicadores de adsorción son colorantes orgánicos aniónicos que tienden a adsorberse sobre la superficie del sólido durante la titulación de precipitación. La acción de estos indicadores es debida a que la adsorción del indicador se produce al alcanzar el punto de equivalencia y durante el proceso de adsorción ocurre un cambio en el indicador que lo transforma en una sustancia de color diferente. El cambio de color en estos indicadores se debe a una deformación de sus capas electrónicas que tiene lugar cuando un ion entra dentro del campo eléctrico de un ion vecino de carga opuesta (26) . En éste método se determina el punto final con indicadores de adsorción. Ejemplos:

- **La diclorofluoresceína** es adsorbida sobre el AgCl, pasando a la disolución iones Cl<sup>-</sup>. Cuando se añade AgNO<sub>3</sub> a una disolución neutra de cloruro que contiene una pequeña cantidad de fluoresceínas, el punto de equivalencia de la reacción se pone de manifiesto por un cambio de color de amarillo a rosado. Cuando se deja sedimentar el precipitado se observa que es de color rosa, mientras que la disolución es casi incolora. (12, 24)

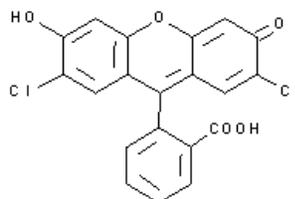


Figura N° 10. Estructura de la 2',7'-Diclorofluoresceína (C<sub>20</sub>H<sub>10</sub>Cl<sub>2</sub>O<sub>5</sub>)

- **Eosina**: indicador para la valoración de  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$ ;  $\text{SCN}^-$ .

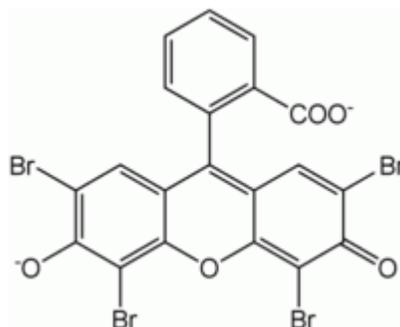


Figura N° 11. Estructura del Indicador Eosina

### **INDICADOR DE FLUORESCEINA** <sup>(12,24)</sup>

Cuando se agrega solución de nitrato de plata a una solución neutra que contiene ion cloruro, y contiene un poco de fluoresceína, en el punto final de la titulación aparece un cambio de color, del amarillo claro a rosado. <sup>(12)</sup>

A medida que el precipitado sedimenta, se ve que es uniformemente rosado mientras que la solución es incolora. La fluoresceína ha sido removida de la solución y adsorbida sobre el precipitado, acompañado de un cambio de color.

El color de una sustancia es muy modificado por la adsorción sobre una superficie, y generalmente se intensifica. Esta propiedad de la fluoresceína y fluoresceínas sustituidas fue descubierta por Fajans, quien demostró que ellas eran típicas de muchos indicadores de adsorción que se adsorben sobre un precipitado en el punto de equivalencia y de esta manera se pueden emplear como indicadores en titulación por precipitación. <sup>(12)</sup>

Fajans explicó la acción de estos indicadores en la forma siguiente: ellos son todas sales, la fluoresceína es un ácido débil que en solución neutra da el anión fluoresceinato; desde el momento que hay exceso de iones cloruro durante la titulación con solución de nitrato de plata, las partículas del precipitado están cargadas negativamente, porque el precipitado adsorbe los propios iones del cristal de preferencia a otros.

En el punto de equivalencia el precipitado es neutro, mientras que un poco después, se carga positivamente debido a la adsorción del ion plata. Tan pronto como se carga positivamente atrae y adsorbe el anión fluoresceinato. El proceso se puede representar como sigue:

Exceso de ion cloruro:  $(AgCl) Cl^- + FI^-$  no hay acción

Exceso de ion plata:  $(AgCl) Ag^+ + FI^- (AgCl) AgFI$  adsorción.

Después que el colorante ha sido adsorbido, se puede desorber otra vez agregando un exceso de ion cloruro, siempre que el precipitado no haya coagulado mientras tanto. Todos los indicadores de adsorción son iónicos o capaces de ionizarse. Los indicadores aniónicos son los aniones de ácidos débiles y los indicadores catiónicos, son los cationes de bases débiles.

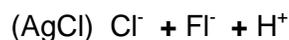
Por eso, siempre hay que considerar los equilibrios ácidos base junto con los equilibrios de adsorción. El pH debe ser tal que esté presente el ion adecuado, no la molécula neutra.

La fluoresceína tienen una constante de ionización de aproximadamente  $10^{-7}$ ; por debajo de pH 7 predomina el ácido no disociado y la sustancia es de poco o ningún uso como indicador. Además, el ácido no disociado de la fluoresceína es insoluble en agua. (12,24). En la Figura N° 12 Se muestra la Secuencia de Reacciones que ocurren durante La Titulación de Precipitación, utilizando el Método de Fajans. (12,24)

Ion Cloruro + Fluoresceína

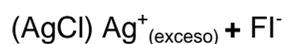


Nitrato de Plata



No hay adsorción, coloración Amarillo

REACCION DEL INDICADOR EN EL PUNTO FINAL



Nos produce el Fluoresceinato de Plata que se adhiere al precipitado de Cloruro de Plata (Produciendo el color rosado)

Figura N° 12. Secuencia de Reacciones que ocurren durante La Titulación de Precipitación, utilizando el Método de Fajans. (12,24)

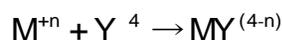
### 3.13 TITULACION COMPLEJOMETRICA (6, 24, 29)

Para poder comprender sobre Titulaciones Complejométricas es necesario saber que son Iones Complejos. Al hablar de Iones se sabe que estos son átomos cargados eléctricamente. Al hablar de Iones Complejos o Compuestos de Coordinación se hace referencia al enlace covalente coordinado que existe entre dos o más iones o moléculas. La mayoría de elementos donde ocurre la formación de complejos se da en los elementos de transición que se clasifican en el subnivel "d" de la Tabla Periódica. (Ver Anexo N° 9. Figura N° 38). Los compuestos de coordinación son solubles, pero poco disociados. Al ion metálico se le conoce como Átomo Central (Acido de Lewis), a los grupos unidos a este se les llama Ligandos (Base de Lewis), y al número de enlaces que puede formar el Átomo Metálico Central con el Ligando, se le conoce como número de coordinación del metal. Se puede decir que la formación de un ion complejo no es más que una reacción Acido- base de Lewis. Cuando el complejo sufre reacciones de sustitución con mucha rapidez, se dice que el complejo es Lábil. Pero si el complejo no hace con rapidez su sustitución, sino que la hace lentamente se llama No Lábil o Inerte (Por ejemplo el  $\text{Co}^{+3}$  y  $\text{Cr}^{+3}$ ). Las moléculas o los iones que actúan como ligando, por lo general poseen algún elemento electronegativo, ya sea: N, O, Halógenos.

El análisis complejométrico se constituye en la aplicación analítica clásica de una reacción de complejación en la que dos compuestos reaccionan, para

formar un complejo determinado en el punto de equivalencia por un método adecuado.

Al efectuar una Titulación Complejométrica sucede la siguiente reacción general: (6, 24,29)



$$K_{\text{Estabilidad}} = \frac{MY^{(4-n)}}{(M^{+n})(Y^{-4})}$$

### 3.13.1 LOS COLORES EN LOS IONES COMPLEJOS. (18)

Los colores visibles de los iones complejos son resultado de la absorción de la Energía Lumínica, por parte de los electrones que constituyen los iones, la Energía Lumínica varía en base a un determinado valor de Longitud de onda ( $\lambda$ ).

Los iones con una estructura estable como el  $Ca^{+2}$ ,  $Zn^{+2}$  o  $Pb^{+2}$ , son decolorados debido a su estructura electrónica, estos pueden absorber más Energía que la Luz Visible. Los complejos de estos cationes generalmente son incoloros, pero los demás cationes tendrán un color definido en su forma compleja, esto depende del enlace covalente y de la ubicación de su electrón diferencial. Algunos complejos no se observan debido a su estabilidad. (18)

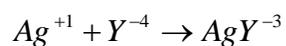
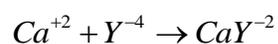
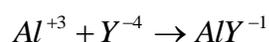
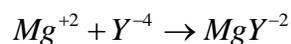
### 3.13.2 EDTA UTILIZADO COMO TITULANTE EN VALORACIONES

#### COMPLEJOMETRICAS (6, 8, 24,29)

Uno de los titulantes más utilizados en el Análisis Complejométrico es el Acido Etilendiaminotetracético (EDTA), y la sal disódica del EDTA; estos compuestos se conocen comercialmente como Titriplex I, II y III , también se utilizan los nombres de Complexonas, Vercenos o secuéstrenos, el más utilizado de los anteriores es la sal disódica del EDTA, por la facilidad de disolución en el agua , comercialmente se dispone de la sal en forma de  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , este se usa para la elaboración de estándares de EDTA, muy usadas en volumetría. Entre las ventajas que presenta el EDTA utilizado como titulante se pueden mencionar:

- Es utilizado en la titulación de iones metálicos
- Tiene seis grupos a través de los cuales forma enlaces covalentes coordinados por ser un ligando hexadentado. Es decir la molécula de EDTA tiene seis sitios para enlazarse a diversos iones metálicos: 2 sitios sobre el Nitrógeno y 4 sitios en el ácido carboxílico, que puede ocupar cuatro, cinco o seis posiciones de coordinación, en torno de un ion metálico central.
- Forma quelatos de mucha estabilidad y de estequiometría 1:1, independientemente de la carga del metal. Como el ion Etilendiaminotetracetato, se coordina en varias posiciones, en torno de un ion metálico central, solo se forman complejos en la razón metal a ligando 1:1. Así

no se presentan los problemas en los cuales se tropieza en las reacciones por pasos entre los iones metálicos y ligandos monodentados. (6,8) Ejemplos:



El Acido Etilendiaminetetracético (EDTA) contiene cuatro hidrógenos ácidos, por esta razón se representa como  $H_4Y$  y su estructura se muestra en la Figura N° 13.

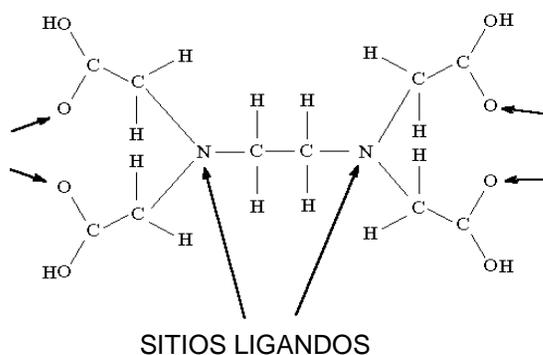
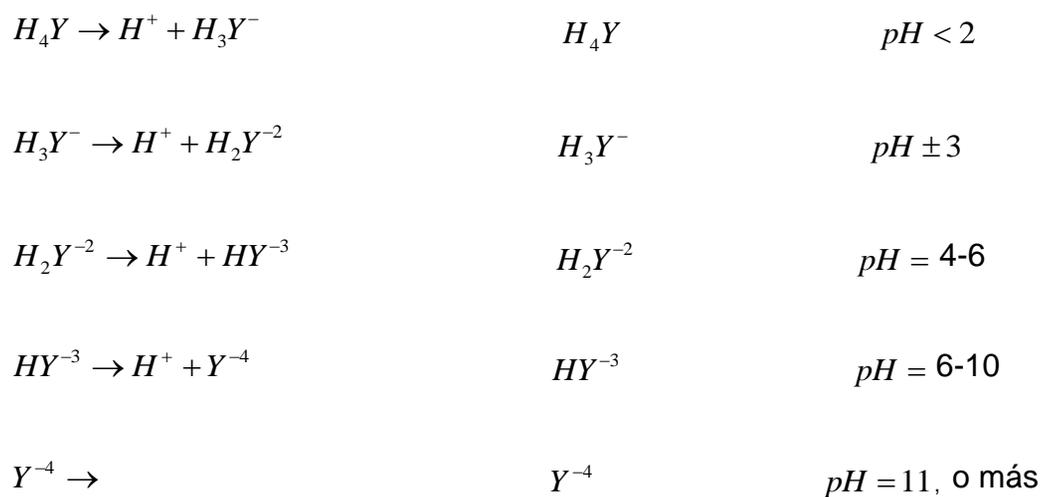


Figura N° 13. Estructura del EDTA que muestra sus seis sitios Ligandos. (6,8)

Si las soluciones a titular son bastante acidas el  $H_4Y$  se va a descomponer a medida se alcalinice o acidifique el medio, dando diferentes especies. Es

posible obtener varias reacciones dependiendo de la presencia de iones Hidronio  $H_3O^+$ :



Se pueden observar las diferentes estructuras del EDTA dependiendo de la cantidad de  $H_3O^+$  con la que este ha reaccionado en la Figura N° 14. (8)

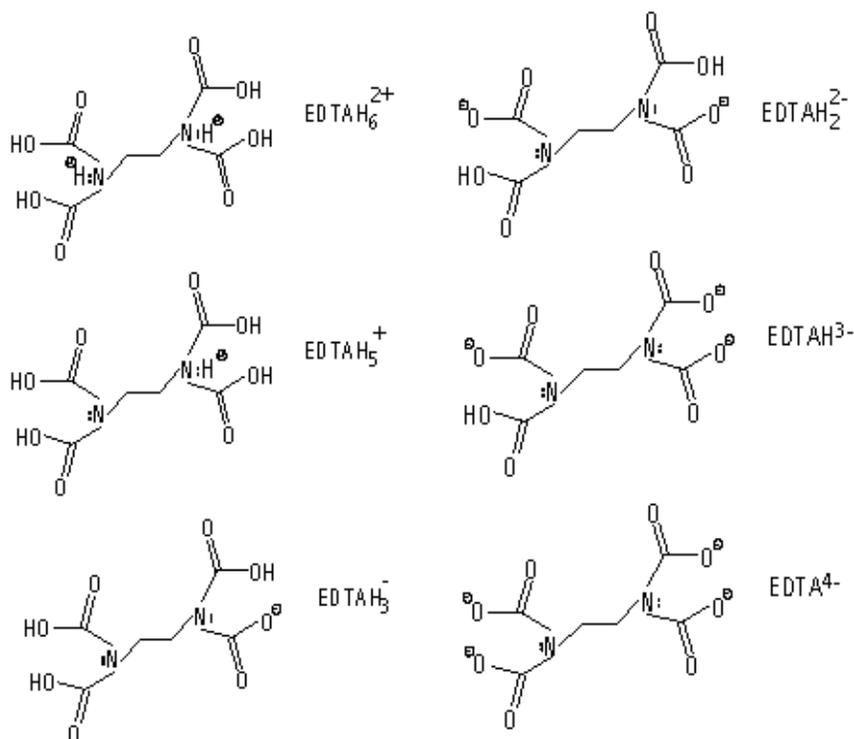


Figura N° 14. Diferentes especies de EDTA disociado en medio ácido. (29)

Los complejos Metal-EDTA ganan estabilidad espacial por los Anillos Quelatos de cinco miembros que se forman. (6,8,24). Con frecuencia sólo se enlazan a un ion metálico cuatro a cinco de los seis grupos funcionales el anión EDTA. Las posiciones restantes en torno del metal pueden ser ocupadas por ligandos monodentados como el agua, hidróxido o amoníaco. Se puede representar la estructura de un quelato de Metal-EDTA en la Figura N°15:

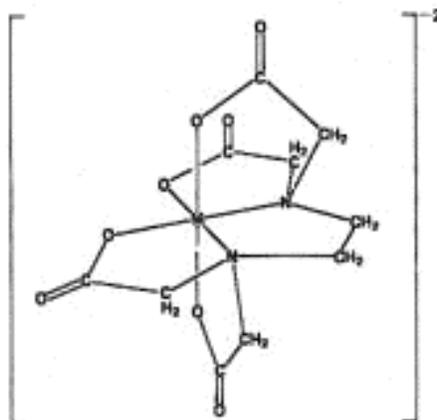


Figura N° 15. Estructura de un quelato de Metal-EDTA. (8)

### 3.14 METODOS DE TITULACION CON EDTA. (5,8)

Dada la gran cantidad de elementos que se pueden determinar por valoración con EDTA, no es raro que exista una extensa literatura sobre modificaciones de ciertos procedimientos básicos. (5). El Acido Etilendiaminotetracético (EDTA) posee una gran utilidad en el análisis complejométrico, y debido a su gran capacidad de ligar metales se constituye en el titulante usado por excelencia, es por ello que a continuación se explican los diferentes métodos a través de los cuales se puede titular a los iones metálicos. (8)

#### 3.14.1 TITULACION DIRECTA (8,9,24)

En una valoración directa se valora el ion metálico con una disolución estándar de EDTA. La disolución se tampona a un pH adecuado, para que la constante de formación condicional Metal-EDTA sea grande, y el color del indicador libre

sea suficientemente distinto del complejo Metal-Indicador. Se puede utilizar un Agente Auxiliar, como por ejemplo el amoniac, tartrato, citrato o trietanolamina, para impedir que el ion metálico precipite en ausencia de EDTA<sup>(8)</sup>. A continuación se presenta en la Figura N° 16. <sup>(8,9,24)</sup>. La Secuencia de Reacciones que ocurren durante La Titulación Complejométrica por el Método Directo, tomando como analito el Mg<sup>+2</sup>.

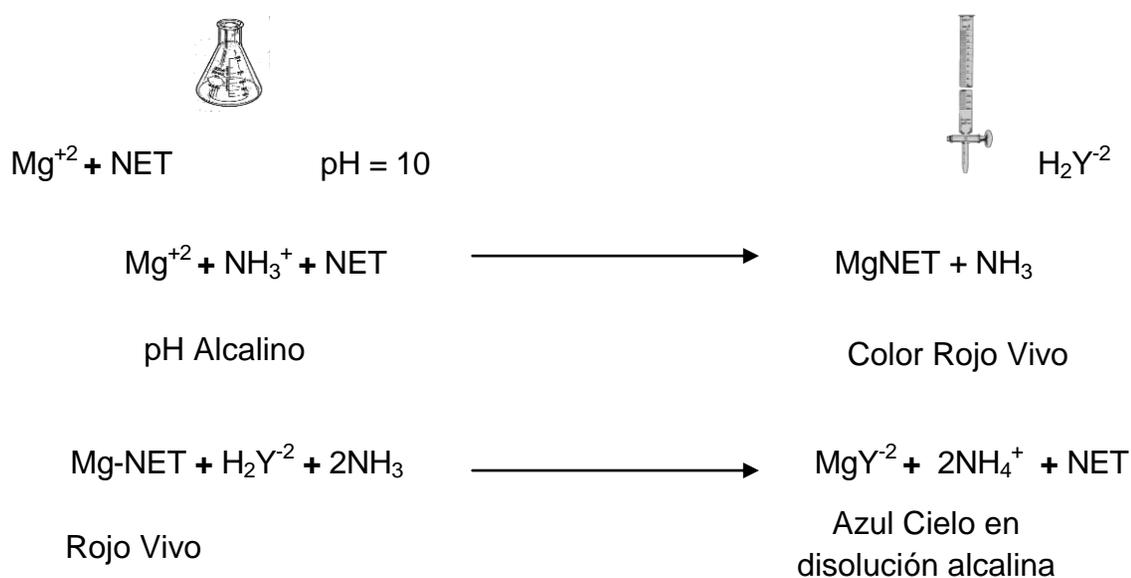


Figura N° 16. Secuencia de Reacciones que ocurren durante la Titulación Complejométrica por el Método Directo.

El complejo Mg-NET debe ser menos estable que el complejo MgY<sup>-2</sup> o de lo contrario la valoración no sería posible. Por eso existe un gran interés en encontrar indicadores específicos adecuados. <sup>(8,24)</sup>

En el Anexo N° 5, Tabla N° 6 se encuentran los Indicadores de Metales específicos con su respectivo viraje de color a un rango determinado de pH y su forma de preparación. (9)

### **3.14.2 TITULACION INDIRECTA (DETERMINACIÓN DE ANIONES).** (5,6,8)

Los aniones que precipitan con ciertos iones metálicos se pueden determinar con EDTA mediante una valoración indirecta.

Por ejemplo, se pueden determinar Sulfatos siguiendo la secuencia de reacciones mostradas en la Figura N° 17 (6)

En este caso se permite que se complete la reacción entre el analito y un exceso de reactivo que posteriormente se titula. El producto de la primera reacción cuya cantidad es directamente proporcional a la cantidad del analito a investigar, hasta un punto final.

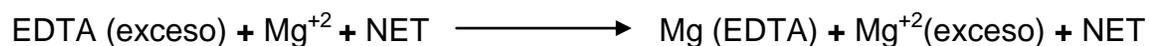
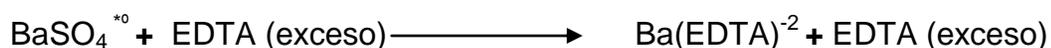
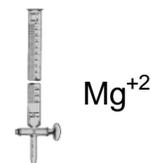
La titulación indirecta se utiliza cuando:

-El analito es volátil

-El analito es inestable

-El analito reacciona lentamente con la solución estándar en exceso

-Cuando no se dispone de un indicador adecuado para la detección del punto final. (5, 6)



REACCION EL INDICADOR:



\* El precipitado formado se lava

° El precipitado formado luego de lavarlo se hierve con exceso de EDTA

Figura N° 17. Secuencia de reacciones durante la Titulación Indirecta de Sulfatos.(8)

### 3.14.3 TITULACION POR RETROCESO <sup>(2, 8)</sup>

Una titulación por retroceso consiste en añadir una cantidad en exceso de EDTA, y valorar a continuación el exceso de EDTA con una disolución estándar de un ion metálico. Se tiene que recurrir a una titulación por retroceso cuando el analito precipita en ausencia de EDTA, o cuando el analito reacciona de forma

demasiado lenta con el EDTA, en las condiciones de la valoración, o cuando bloquea al indicador. El ion metálico usado en una valoración por retroceso no debe desplazar el ion metálico de su complejo con EDTA. La cantidad que esta siendo titulada puede ser calculada de la diferencia entre los volúmenes de la solución volumétrica originalmente agregada, corregida por medio de una titulación en blanco y el volumen consumido del titulante en la titulación por retroceso. Una valoración por retroceso evita la precipitación del analito. La secuencia ejemplificada de reacciones durante la valoración de retroceso del ion Aluminio se muestra en la Figura N° 18 (2, 8)

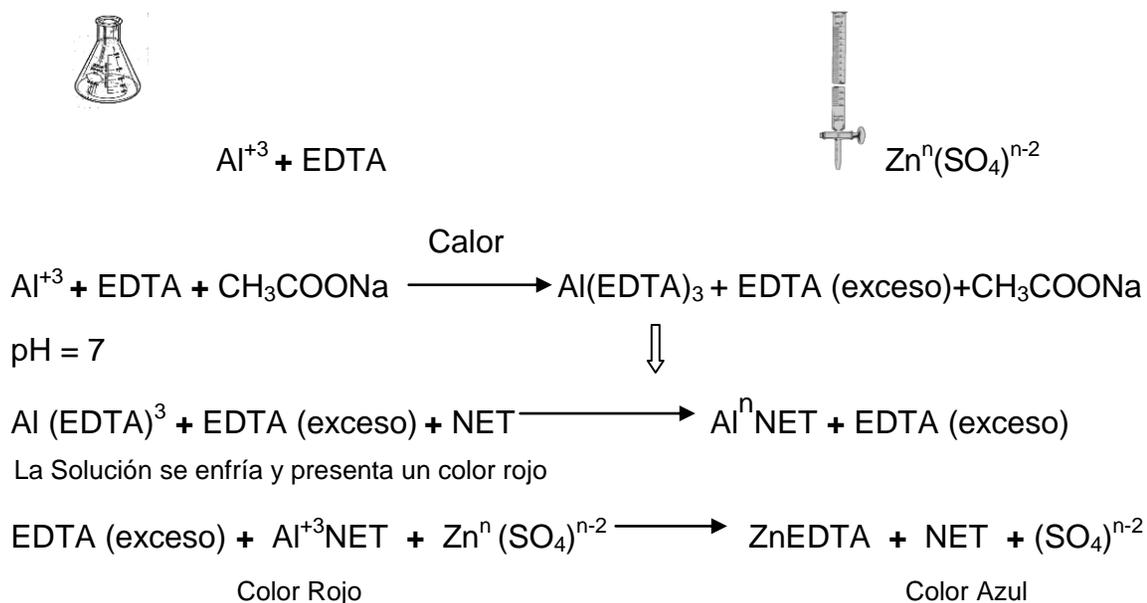


Figura N° 18. Secuencia de Reacciones que ocurren durante La Titulación por Retroceso en la determinación del ion  $Al^{+3}$ . (2, 8)

### 3.14.4 TITULACION POR SUSTITUCION O DESPLAZAMIENTO. (2, 6, 8)

Se utiliza cuando una valoración directa no es satisfactoria, también cuando se carece de un indicador adecuado o cuando existen interferencias por reacciones de precipitación.

Por medio de un ejemplo se representa la secuencia de reacciones necesarias que ocurren para observar el cambio de color del Indicador NET.

Ver Figura N° 19. (6, 8)



EDTA

$\text{Fe}^{+3} + \text{ZnY}^{-3}$  (Titrisol)

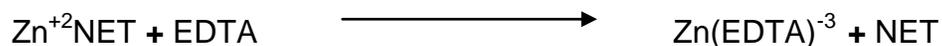
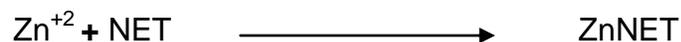
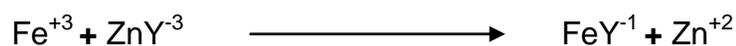


Figura N° 19. Secuencia de Reacciones que ocurren durante La Titulación por

Desplazamiento en la determinación de  $\text{Fe}^{+3}$ . (6, 8)

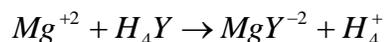
El Zinc liberado, que de forma indirecta equivale a la cantidad de  $\text{Fe}^{+3}$  se valora con EDTA y NET u otro indicador. Una variación de este método consiste en

utilizar otros complejos distintos de los de EDTA de los que se libera el catión, que después se valora con EDTA. (2, 6, 8)

### **3.15 MECANISMO DE ACCION DE LOS INDICADORES USADOS EN EL ANALISIS COMPLEJOMETRICO** (2, 3, 8).

En el método complejométrico, se pueden utilizar Indicadores Químicos para detectar el Punto Final de una Valoración. Estos Indicadores son compuestos orgánicos que forman complejos fuertemente coloreados con los iones metálicos, por medio de los cambios de color de estos puede evidenciarse el punto de equivalencia o un punto muy cercano a él. El punto estequiométrico o de equivalencia es el punto preciso en el que han reaccionado las cantidades equivalentes de reactivo y de la sustancia que se valora. En este punto el reactivo debe ser añadido lentamente hasta llegar al punto final de la titulación, el cual será detectado mediante el método visual. Las propiedades de los indicadores que se emplean en las titulaciones complejométricas son similares a las de los indicadores sensibles al pH. La reacción del indicador depende de la fuerza iónica y probablemente de la competencia directa de algunas otras especies por el ion metálico en la solución. La competencia por el ion metálico ocasiona uno de los principales problemas en las titulaciones complejométricas: La falta de selectividad. En soluciones complejas, es necesario efectuar un tratamiento previo bastante amplio con el fin de eliminar las posibles interferencias o enmascararlas para evitar que reaccionen. (2, 3, 8)

En el caso de que la muestra no tenga Mg se puede añadir un poco de Mg al EDTA antes de estandarizarlo.



De esta forma se obtiene una mezcla de titulante  $MgY^{-2}$ . Si se añade a una solución que contenga  $Ca^{+2}$  que es más estable y se libera el Mg el cual reacciona con el indicador dando  $MgInd$  de color rojo. Cuando todo el Calcio se ha agotado, el titulante adicionado convierte el  $MgInd^-$  en  $MgY^{-2}$ , regresando al indicador a la forma  $HInd^{-2}$  de color azul.

Los indicadores se dividen en dos grupos:

-Indicadores Metalocrómicos.

-Indicadores Metálicos Incoloros. (8)

### 3.15.1 INDICADORES METALOCROMICOS (8,26)

Los indicadores Metalocrómicos son colorantes con propiedades acido-base, que normalmente son muy sensibles a bajas concentraciones de iones metálicos, entre ellos están los colorantes del Negro de Eriocromo T (NET), llamados indicadores metalocrómicos. (Ver Figura N° 20)

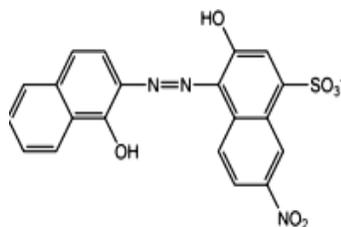


Figura N° 20. Estructura del Negro de Eriocromo T (NET). (8,26)

Es preciso que el indicador sea de color intenso, por lo menos en una de sus formas, cuando esta enlazado con el metal o cuando este libre.

Como el color de estos indicadores cambia al enlazarse con iones metálicos se les ha llamado indicadores metalocrómicos, nombre que significa simplemente de color metálico o vivo. En estos indicadores el cambio de color se produce a causa del cambio estructural en el grupo Cromogénico y estos indicadores se pueden clasificar según el grupo Cromogénico que tienen en su estructura: Azo, Azoderivados, Ftaleínas, Antraquinonas, Fenoles.

El indicador debe enlazarse con el ion metálico con menos fuerza que el titulante EDTA de lo contrario se enlazaría de manera preferencial el metal con el indicador y no con el titulante. Además, el color no cambiaría si el metal no pudiera ser desplazado. Sin embargo, el sistema de indicador metalocrómico tiene una propiedad diferente a los sistemas acido-base. La formación del enlace del indicador con un ion metálico depende del pH de la solución.

Como resultado la titulación complejométrica debe verificarse en soluciones amortiguadas con condiciones muy distintas a las titulaciones ácido-base. (8,26)

### **3.15.2 INDICADORES METALICOS INCOLOROS** (8,26)

A este grupo pertenecen sustancias más o menos incoloras que reaccionan con ciertos iones metálicos formando compuestos coloreados, en donde el ion metálico deformado es el cromóforo. Ejemplos: Tiocianatos, Acido Sulfosalicilico, Tirón. (8,26)

### **3.16 TITULACIONES DE OXIDO – REDUCCION** (2, 3, 6, 10, 11)

Una reacción REDOX, implica transferencia eléctrica, es decir, que para que una reacción de este tipo suceda necesariamente una especie química debe ceder electrones y otra debe captar o aceptar esos electrones.

La transferencia de electrones de un lugar a otro constituye un flujo de corriente eléctrica. Para generar corriente eléctrica puede utilizarse una combinación adecuada de reacciones químicas (Células Galvánicas). A la inversa la corriente eléctrica puede aplicarse a originar reacciones químicas (Electrolisis) en los electrodos de una célula electrolítica.

Hay dos aspectos en las reacciones Redox de gran interés en el Análisis Cuantitativo:

- La cantidad de electricidad asociada con las reacciones químicas que ocurren
- La fuerza o potencial con que los electrones son transferidos

La Oxidación es el proceso en que un átomo, ion o molécula pierde uno o más electrones; La Reducción implica ganancia de uno o más electrones por parte de un átomo ion o molécula.

Un Agente Reductor es una sustancia que pierde uno o más electrones y en este proceso se oxida; Un Agente Oxidante gana uno o más electrones y con ello se reduce. Dicho de otra forma, un Reductor es un donador de electrones y un Oxidante es un receptor de electrones.

La Oxidación y la Reducción no pueden tener lugar de forma independiente, sino simultáneamente por transferencia de electrones desde el donador al receptor. No obstante, es conveniente considerar los procesos de Oxidación y de Reducción por separado, expresándolas mediante Semireacciones representadas cada una de ellas por la Ecuación de la Semireacción ion electrón. Estas semireacciones son reversibles. (2, 3)

Cada átomo de los que forman parte de un compuesto, ya sea este iónico o covalente, se caracteriza por presentar un cierto estado de oxidación, expresado normalmente mediante el llamado número de oxidación y

determinado por el número de electrones ganados o perdidos con relación a la estructura electrónica del átomo aislado.

La formulación de una ecuación redox se encuentra condicionada por diversos factores: en primer lugar es necesario conocer las especies química, reactivos y productos que intervienen en el proceso.

Para adecuar la formulación y la estequiometría de las sustancias reaccionantes se utilizan diversos procedimientos, el más utilizado es el método del ion electrón, que se basa en el hecho de que el número de electrones que cede el agente reductor es equivalente al que acepta el agente oxidante.

Las titulaciones de oxido-reducción tienen gran importancia en química analítica, pues permiten medir con precisión una gran cantidad de iones en una solución. (6, 10, 11) Un pequeño número de reactivos redox provee métodos para determinar un gran número de especies inorgánicas. Algunos de estos reactivos son directamente empleados como titulantes y algunos sirven como estándares primarios. En general se puede mencionar.

Reactivos para oxidación:  $\text{MnO}_4^-$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_7^-$ ,  $\text{Ce}^{+4}$ ,  $\text{I}_3^-$ ,  $\text{IO}_3^-$ ,  $\text{BrO}_3^-$ ,  $\text{OCl}^-$

Reactivos para reducción:  $\text{S}_2\text{O}_3^{-2}$ ,  $\text{SO}_3^-$ ,  $\text{Fe}^{+2}$ ,  $\text{Cr}^{+2}$ ,  $\text{Ti}^{+3}$ ,  $\text{Sn}^{+2}$

El set comúnmente usado como estándares primarios es el siguiente:

Para agentes oxidantes:  $\text{As}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ,  $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ ,  $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Para agentes reductores:  $K_2Cr_2O_7$ ,  $KIO_3$ ,  $KBrO_3$ ,  $K_3Fe(CN)_6$ ,  $Ce(NH_4)_2(NO_3)_6$

No es conveniente utilizar ninguno de los reactivos mencionados para uso general, debido a que cada uno tiene sus respectivas ventajas y desventajas con respecto a su aplicación.

Un set de reactivos establecerá los requerimientos de oxidación o reducción, también los requerimientos de la titulación.

Para este tipo de trabajo, algunas veces es necesario remover o destruir un exceso del reactivo empleado, de lo contrario ese exceso podría interferir con la titulación subsiguiente.

Así, por ejemplo, en la determinación volumétrica de Hierro, será necesario añadir un reactivo que convierta todo el Hierro al estado ferroso, por medio de una titulación con permanganato o dicromato. Partiendo que el Hierro se encuentra originalmente en estado ferrico, para esto es necesario un agente reductor, el exceso del agente reductor en la titulación producirá un error por la cantidad de titulante requerido para la oxidación del reactivo en exceso. (6,10,11)

### **3.17 RELACION ENTRE POTENCIAL Y CONCENTRACION: LA ECUACION DE NERNST.** (2,11)

En 1,889 Nernst formuló una expresión que relaciona el potencial de una Semicelula (Electrodos sencillos, pares Redox) con las concentraciones que contiene. Para el caso general:



La dependencia del valor del potencial de la mitad de la reacción, sobre la concentración de las sustancias involucradas en la mitad de la reacción esta dada por la ecuación de Nernst:

$$E = E^0 - \frac{RT}{nF} \log Q \qquad E = E^0 - \frac{0.591}{n} \log \frac{(\text{Reducido})}{(\text{Oxidado})}$$

$E$ , es el potencial de Reducción de la mitad de la reacción, cuando  $E^0$ , es el potencial de Reducción estándar de la media reacción,  $Q = Q_{\text{reducido}} / Q_{\text{oxidado}}$ ,  $n$  es el valor del numero de electrones en el equilibrio de la media reacción y 0.0591 es una combinación de términos que incluye: el valor de la constante de los gases,  $R$  es 8.314 Joules/ ° C, la temperatura absoluta  $T$  es 298 °K,  $F$  es el valor de Faraday equivalente a 96,000 Coulombs por equivalentes y el factor de conversión de números naturales a base 10 logarítmica el cual es 2.303.

Si se tiene en cuenta que se esta trabajando a 25° C(298° k), 0.0591 es una constante. El termino  $Q_{\text{reducido}}$  y  $Q_{\text{oxidado}}$  son valores de la concentración de la masa (Concentraciones Molares) para las sustancias reducidas y oxidadas, respectivamente en el equilibrio de la mitad de la reacción. Si se habla en términos de  $E_{\text{reducido}}$ , se puede decir que es el potencial de reducción de la media reacción,  $E_{\text{red}}^0$ , es el potencial de reducción estándar de la media

reacción y  $Q = Q_{\text{reducido}} / Q_{\text{oxidado}}$ . La expresión de la ecuación de Nernst para la media reacción de  $\text{Fe}^{+3} + e \leftrightarrow \text{Fe}^{+2}$ , es:

$$E = 0.77 - \frac{0.0591}{1} \log \frac{(\text{Fe}^{+2})}{(\text{Fe}^{+3})}$$

La ecuación de Nernst expresada para

$\text{Zn}^{+2} + 2e \rightarrow \text{Zn}$ , es:

$$E = 0.763 - \frac{0.0591}{2} \log(\text{Zn}^{+2})$$

El Zn metálico se encuentra en estado estándar, por lo que el potencial de la media reacción depende solo de la concentración del  $\text{Zn}^{+2}$ .

La ecuación de Nernst expresada para

$\text{MnO}_4^- + 8\text{H}^+ + 5e \rightarrow \text{Mn}^{+2} + 4\text{H}_2\text{O}$ , es:

$$E = 1.51 - \frac{0.0591}{5} \log \frac{(\text{Mn}^{+2})}{(\text{MnO}_4^-)(\text{H}^+)^8}$$

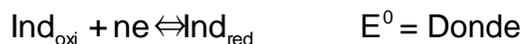
La concentración del ion hidrogeno se eleva a la 8 debido al equilibrio que mantiene en la media reacción. (2,11)

### 3.18 INDICADORES DE OXIDO-REDUCCION (REDOX) (6, 10, 11, 12, 14)

Los indicadores redox son sustancias utilizadas para la determinación del punto final en valoraciones en las cuales se presentan situaciones de oxidación o de reducción, así como para el análisis de los potenciales redox de algunas soluciones. (6) Los indicadores redox responden al cambio de potencial en el punto de equivalencia, siendo conveniente usar una sustancia que exhiba un cambio de color correspondiente a un cambio en el estado de oxidación.

Estos indicadores son sistemas Redox, los cuales se pueden representar por

La semireacción general:



$$E = E^0 - \frac{0.0591}{ne} \log \frac{(\text{Indicador Reducido})}{(\text{Indicador Oxidado})}$$

En el intervalo de transición, el cambio de color será visto cuando las reacciones varían de la siguiente forma:

$$\frac{(\text{Indicador Reducido})}{(\text{Indicador Oxidado})} \geq \frac{10}{1}$$

$$\frac{(\text{Indicador Reducido})}{(\text{Indicador Oxidado})} \geq \frac{1}{10}$$

Si se sustituyen ambos valores en la ecuación general se obtiene:

$$E = E^0 - \frac{0.0591}{ne} \log \frac{1}{\frac{(\text{Red})}{(\text{Oxi})}}$$

La semireacción del indicador esta caracterizada por un Potencial Normal definido. Para cada valoración debe elegirse un indicador cuyo potencial coincida o sea lo suficiente próximo a la fem del Punto de Equilibrio del sistema que se valora. Es tolerable una diferencia moderada, debido a que la fem del sistema se modifica con gran rapidez en los alrededores del Punto Estequiométrico. Ver Indicadores REDOX en el Anexo N° 6. (2)

Algunas de las semireacciones de estos involucran al ion Hidrogeno y los potenciales están en ellas influenciados por el pH; los Valores  $E^0$  de la tabla se refieren a disoluciones 1M de  $H^+$ . Por ejemplo la Difenilbenzidina incolora es oxidada a una sustancia coloreada; Difenilbenzidina violeta, como se muestra en la Figura N° 21. (2)

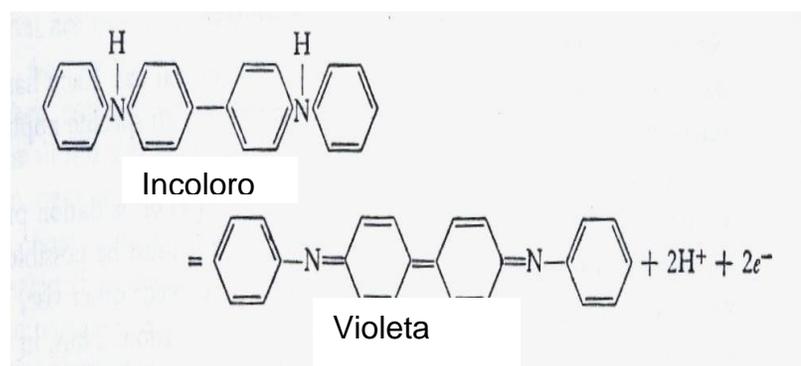


Figura N° 21. Reacción de oxidación de la Difenilbenzidina. (2)

Si  $\text{Ind}_r$  representa la forma incolora e  $\text{Ind}_o$  representa la forma violeta el equilibrio de  $\text{H}^+$  1M esta dado por la siguiente ecuación:

$$E = E_{\text{Ind}^r} - \frac{0.0591}{2} \log \frac{(\text{Ind}_r)}{(\text{Ind}_o)}$$

$$E = E_{\text{Ind}^r} - \frac{0.0591}{2} \log \frac{(\text{Forma incolora})}{(\text{Forma violeta})}$$

Con esta ecuación se demuestra que el potencial determina la concentración de las dos formas en este indicador. Análogo a la relación de pH y la concentración de las dos formas de un indicador ácido – base.

La diferencia entre el comportamiento de los indicadores redox y los ácido-base, radica en detalles y no en principios generales.

En una primera aproximación, la  $E^0$  de un indicador de oxido-reducción podría corresponder al potencial en el punto de equivalencia como se indica en el Anexo N° 10 Figura N° 39 <sup>(11)</sup>, mientras que el pK de un indicador Ácido-base, debería corresponder al valor de pH en el punto de equivalencia.

Factores como la velocidad de reacción son de aplicación compleja en la práctica de indicadores de oxido-reducción, debido a que muchas de las reacciones ocurren de forma lenta. <sup>(11,12,14)</sup>

Los indicadores de oxido-reducción, cambian de color bajo un rango limitado de potencial de reducción, de la misma forma que los indicadores ácido-base

cambian de color bajo un rango estrecho de pH. Tales indicadores podrían ser usados para mostrar la intensidad de la oxidación-reducción de una solución por el cambio de color.

En Química Analítica el uso de estos indicadores se presenta relacionado con las titulaciones de oxido-reducción. Los rangos de transición de algunos indicadores varían sistemáticamente con los cambios en el pH. Si el reactivo experimenta un cambio de color por la oxidación o reducción con la primera gota en exceso (0.05 mL o menos) de la cantidad que es necesaria para completar la reacción en una titulación, esa gota será suficiente para dar un cambio de color perceptible. (12,14)

Indicaciones sobre la elección de Indicadores Redox (6, 11, 14):

- Si se usa una solución titulante oxidante, el potencial redox del indicador tiene que ser mayor que el potencial de la solución a valorar.
- Si se usa una solución titulante reductora, el potencial redox del indicador tiene que ser menor que el potencial de la solución a valorar.
- A las soluciones a valorar deben de añadirse los indicadores Redox, solamente en cantidades pequeñas para desplazar lo menos posible los equilibrios presentes.

- Si se reduce la concentración de uno de los componentes en el sistema Redox, por complejamiento o formación de precipitado, se produce un cambio en el potencial Redox del sistema de valoración.
- Las reacciones Redox se producen a menudo de forma lenta; el ajuste del equilibrio necesita de cierto tiempo.

Entre las propiedades que deben tener los indicadores utilizados en Redox, tenemos:

- Color Intenso: La sustancia indicadora en una de sus formas debe de impartir un color intenso a la disolución, de manera que sea despreciable el blanco del indicador.
- Reversibilidad: Solamente si un indicador es reversible en su comportamiento, puede utilizarse en una valoración por retroceso, con el fin de localizar exactamente el Punto Final. Pocos Indicadores son los que poseen esta propiedad ya que la mayoría son oxidados en forma irreversible a productos incoloros, sobre todo si son sometidos a elevadas concentraciones de oxidantes fuertes.
- Cambio de Color Neto: Los dos colores de los indicadores en su forma Oxidada y Reducida deben ser lo suficientemente diferentes para permitir la percepción de un mínimo cambio en la relación de las especies coloreadas.

- Solubilidad y Estabilidad: El indicador debe ser soluble en agua o en disoluciones acuosas de ácidos, bases, sustancias orgánicas. Las disoluciones resultantes deben de ser estables por un periodo lo suficientemente largo para realizar una valoración.
- Intervalo de Transición. (6, 11, 14)

Existen diferentes formas de detectar un punto final en una titulación redox, entre los cuales se puede mencionar:

- Uso del mismo titulante como indicador
- Uso de indicadores internos redox
- Indicadores externos
- Métodos eléctricos

Cabe mencionar que a continuación se hará referencia a los primeros 3 tipos.

### **3.19 TITULANTES COMO INDICADORES PROPIOS.**

#### **(AUTOINDICADORES)** (10, 11,14)

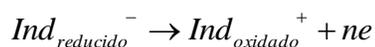
El permanganato es uno de los oxidantes más valiosos para propósitos generales porque tiene la propiedad de ser un Autoindicador. Al comenzarse a añadir a una solución, se comienza a reducir y el color del ion permanganato desaparece rápidamente.

Tan pronto como todo el agente reductor se ha oxidado, una sola gota de la solución de permanganato estándar imparte una coloración rosado débil o tinte violeta a la solución, aunque el volumen podría variar unos cuantos mililitros. (10, 11,14) El color rosado de los iones permanganato ( $\text{MnO}_4^-$ ) sirve como una buena señal para indicar el punto final. El producto de la reducción de  $\text{MnO}_4^-$  en solución acida es  $\text{Mn}^{+2}$ , el cual es incoloro en solución diluida. Otros titulantes también pueden servir como sus propios indicadores pero no aquellos altamente coloreados como el permanganato que pueden producir pérdida de la sensibilidad a la hora de detectar el punto final. Entre estos titulantes se pueden mencionar: El yodo y las soluciones céricas.

De igual forma si la solución se encuentra altamente coloreada, como es el caso de las soluciones de Cromo, la detección del punto final llegaría a ser difícil o imposible de detectar. El único inconveniente de este método es que el punto de equivalencia se alcanza antes que el punto final. El punto final se observa cuando un exceso visible de los reactivos esta presente. A menos que las condiciones de análisis estén estandarizadas, entre ellas el material y volumen a ser usado. Un alto grado de precisión es esencial en el uso de cada método para encontrar de forma experimental la cantidad de reactivo que será necesario para producir una indicación visual. (10, 11,14)

### 3.20 INDICADORES INTERNOS REDOX <sup>(10, 11)</sup>

Un indicador redox es una sustancia que puede ser de una u otra forma reversiblemente oxidada o reducida, estado que puede ser marcadamente de diferentes colores. Los indicador redox cambian de color con el potencial de la media reacción, que por lo general se lleva a cabo a la mitad de la valoración. A continuación se expresa la media reacción de un indicador redox de forma generalizada:



La expresión de la ecuación de Nernst, para esta parte de la reacción es:

$$E = E_r^{\circ} - \frac{0.0591}{ne} \log \frac{(Ind_r)}{(Ind_o)}$$

$$E = E_r^{\circ} - \frac{0.0591}{ne} \log \frac{(\text{color reducido})}{(\text{color oxidado})}$$

El punto final de este indicador es alcanzado cuando la concentración de una especie coloreada,  $(Ind_o)$  es idéntica a la concentración de la otra sustancia coloreada  $(Ind_r)$ , mientras que el potencial de la media reacción es igual al potencial de la media reacción del estándar. <sup>(10, 11)</sup>

### **3.20.1 INDICADORES REVERSIBLES** (10, 11, 13)

Son sistemas inorgánicos y orgánicos de oxidación-reducción, que experimentan cambios reversibles de oxidación-reducción, en varios niveles en una escala electroquímica. En el punto de equivalencia de una titulación de Oxido-reducción se da un cambio abrupto de la solución a través de niveles intermedios de intensidad de oxidación-reducción.

El sistema de un indicador ideal es aquel que cambia de color en un rango de color simétricamente pequeño cerca del nivel que ha sido calculado o determinado por el punto de equivalencia teórico. Es más conveniente expresar los niveles de oxidación-reducción en voltios.

En los puntos finales de varias titulaciones redox la adición de una sola gota de oxidante o reductor producirá un cambio de varios céntimos de mililitros o céntimos de voltios. Algunos indicadores que cambian de forma nítida dentro de su rango de potencial y pH, podrían ser muy útiles, sin embargo se prefiere que produzcan un cambio en el nivel característico del punto de equivalencia.

(10, 11, 13)

### **SISTEMAS ORGANICOS REVERSIBLES.** (2, 3, 13, 30)

Una sustancia orgánica que sea capaz de ser oxidada o reducida evidenciándose por cambios de color, los cuales ocurren de acuerdo al nivel de acidez, puede ser titulada por medio del uso de indicadores reversibles orgánicos. Por ejemplo: El rango de pH entre el agente reductor fuerte, como la

solución de titanio y la intervención de un agente oxidante fuerte, como el ion ferrico, arsenato, entre otros, con permanganato o ion cérico, son algunas sustancias que son decoloradas nítidamente o que cambian con la adición de una sola gota de solución de titanio 0.1 N añadida en la región del punto final.

El azul de metileno, algunos indofenoles y otras sustancias son utilizados para este tipo de análisis. Generalmente la importancia práctica reside en los indicadores que operan a niveles aplicables en las titulaciones. Algunos de los indicadores que son utilizados en las regiones de la escala de oxidación-reducción se mencionan a continuación:

- Indicador de ortofenantrolina-ion ferroso  $\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3^{+2}$  : El complejo rojo del ion ferroso es oxidado al complejo azul pálido del ion ferrico, con un alto nivel en la escala de oxidación-reducción (cerca de 1.14 Voltios)



**Rojo profundo      Azul pálido**

- Difenilbenzidina; Difenilamina, difenilamina sulfonato de sodio, o sus derivados sustituidos: Están formados por un producto de oxidación de difenilamina o los sulfonatos



**Incoloro**

**Color Azul**

La difenilbenzidina es oxidada a otro componente de color azul profundo el cual es la principal sustancia indicadora:



En forma reducida ocurre un cambio de color de azul a verde.

Por lo tanto si la difenilamina y sus derivados son usados, la primera parte de la reacción es una oxidación irreversible correspondiente a un sistema de difenilbenzidina.

- Indicadores de trifenilmetano

Algunos componentes de este tipo sufren una oxidación-reducción reversible con un cambio de color a 0.99-1.09 voltios, en soluciones acidas 1-2 N. Erio verde, Erioglancina y sustancias similares son usadas en titulaciones de Ferrocianida, ion ferroso, entre otros con permanganato o con sulfato cérico. Los indicadores usados son de color amarillo verdoso pálido en soluciones acidas de sustancias reductoras y cambian nítidamente a rosa cuando el reductante ha sido oxidado. (1, 3, 13, 30)

### 3.20.2 INDICADORES IRREVERSIBLES (2, 3)

Ciertos compuestos orgánicos intensamente coloreados que sufren oxidación o reducción irreversible, pueden no obstante, utilizarse como indicadores Redox intensos, si presentan un viraje muy sensible con un exceso pequeño de

reactivo valorante. El Rojo de Metilo y el Anaranjado de Metilo, que también son indicadores ácido base, son rojos en disolución ácida y se decoloran de forma irreversible con oxidantes fuertes. El azul negro de naftol, utilizado en la valoración de arsenito con bromato, vira de color verde o rosado a incoloro con el primer exceso de bromato. Al utilizar indicadores irreversibles deben evitarse excesos locales de reactivo valorante, que podrían producir el viraje antes de alcanzarse el verdadero Punto de Equivalencia. (2, 3)

### **SISTEMAS INORGÁNICOS IRREVERSIBLES** (2, 3, 30)

Ejemplo de sistemas inorgánicos es el Yodo-Yoduro con adición de almidón. Si una pequeña cantidad de esta mezcla es añadida por ejemplo a una solución de estaño, el complejo azul de Yodo-Almidón es decolorado y si posteriormente la solución de estaño es titulada con bicromato o sulfato cérico u otros oxidantes fuertes, el color azul reaparece. El almidón es comúnmente usado como indicador de absorción en titulaciones redox, generalmente es usado en titulaciones acuosas en donde el yodo está involucrado, pero también es aplicable a titulaciones con solventes orgánicos como el  $\text{CCl}_4$ .

Numerosas técnicas analíticas se basan en titulaciones con yodo y el almidón es el indicador por excelencia para estas valoraciones. Se debe saber que el almidón no es un Indicador Redox porque responde específicamente a la presencia del  $I_2$  y no a un cambio de Potencial. (2, 3, 30)

La fracción activa del Almidón es la Amilasa, un polímero del azúcar  $\alpha-D-glucosa$ , en la cual se repite la unidad. El polímero existe en las formas de una Hélice, dentro de la cual pueden acomodarse moléculas pequeñas. En presencia del almidón y de  $I^-$  las moléculas de Yodo forman largas cadenas de iones  $I_5^-$  que ocupan el centro de la amilasa. Lo que produce el color azul característico de la asociación de Almidón-Yodo es una banda de Absorción en el espectro visible de la cadena  $I_5^-$  incrustada dentro de la Hélice. (2, 3, 30)

Las moléculas de Almidón, las cuales existen como estructuras helicoidales, poseen la habilidad de absorber moléculas de Yodo en el intersticio de la hélice, cuando absorben el color del yodo es tanto así que el color café del ion triyoduro no es tan observable. Cualquier exceso de yodo presente junto al almidón, produce una coloración azul oscuro.

Inicialmente las moléculas de almidón poseen el color azul oscuro, son de tamaño coloidal, pero con la agitación en el transcurso de la titulación cambian su disposición estructural. El cambio de color con almidón no es estrictamente reversible, esto podría considerarse como una desventaja para ciertos análisis. Si una gran cantidad de yodo está presente el almidón sostendrá fuertemente al yodo y el punto final se dará de forma gradual, para evitar esto el almidón no es añadido hasta que casi todo el yodo ha sido titulado, esto ocurre aproximadamente después de la media reacción cuando el color café se ha reducido. Cuando el yodo es usado como un titulante, el almidón puede ser

añadido al comienzo de la titulación, contrario a lo anterior, pero no en gran exceso ya que el yodo no estaría presente. El almidón se biodegrada con facilidad, por lo que debe de utilizarse en soluciones recientemente preparadas o que contengan un conservador como  $HgI_2$  o Timol. Uno de los productos de la hidrólisis del almidón es la Glucosa la cual es un agente reductor. Por lo que una solución de almidón parcialmente hidrolizada podría entonces ser una fuente de error en una titulación Redox. (2, 3, 30)

### **3.21 INDICADORES EXTERNOS** <sup>(11)</sup>

Se ha encontrado que en pocos casos no es satisfactorio el uso de indicadores internos. En estos casos unas pocas gotas de una solución indicadora son colocadas en una loza blanca o pieza de azulejo blanca o se prepara un papel tratado previamente con la solución indicadora. El Punto Final es encontrado poniendo en contacto al indicador con unas cuantas gotas de la solución titulada, cada gota será añadida cerca del punto final de la titulación.

En la titulación de  $Zn^{+2}$  con soluciones estándar de Ferrocianuro de potasio, se utiliza una sal de Uranilo como un indicador externo. En la titulación de Plomo con Molibdato en solución de acetato, el Acido Tánico o una solución de Pirogalol en cloroformo es usado como un indicador por la presencia

**CAPITULO IV**  
**DISEÑO METODOLOGICO**

## **4.0 DISEÑO METODOLOGICO**

### **4.1 TIPO DE ESTUDIO**

BIBLIOGRÁFICO, RETROSPECTIVO Y EXPERIMENTAL.

A través del estudio Bibliográfico se abordó el problema con un enfoque teórico, fundamentado en una Investigación Bibliográfica con referencias Nacionales e Internacionales, orientadas a la recopilación de información para el desarrollo de la investigación.

El Estudio Retrospectivo toma como base el tiempo de ocurrencia de los hechos y registro de la información, al aplicar este tipo de estudio da la pauta para indagar sobre hechos ocurridos en el pasado.

El estudio es experimental debido a que se realizaron las valoraciones de los métodos propuestos, para comprobar que la teoría encontrada sobre los Indicadores Químicos se cumple en la práctica.

### **4.2 INVESTIGACIÓN BIBLIOGRÁFICA**

La investigación bibliográfica se llevó a cabo en las Bibliotecas de Facultades relacionadas con el problema:

- Biblioteca Central de la Universidad de El Salvador

- Biblioteca de la Facultad de Química y Farmacia “Benjamín Orozco” de la Universidad de El Salvador
- Biblioteca de las Ingenierías de la Universidad de El Salvador
- Biblioteca de Universidad Alberto Masferrer

### **4.3. INVESTIGACIÓN DE CAMPO**

#### **UNIVERSO**

Todos Los Métodos Volumétricos empleados para el Análisis cuantitativo de ciertas sustancias como: Ácidos (HCl, CH<sub>3</sub>COOH), Halógenos (Cl<sup>-</sup>), Minerales (Al<sup>+3</sup>, Ca<sup>+2</sup>, Cu<sup>+2</sup>, Fe<sup>+2</sup>). Entre estos Métodos se tienen:

#### **Titulaciones Acido-Base:**

- Titulación Acido Fuerte-Base Fuerte
- Titulación Acido Fuerte-Base Débil
- Titulación Acido Débil-Base Fuerte
- Titulación Acido Débil-Base Débil

#### **Titulaciones por Precipitación:**

- Titulación según Método de Morh

- Titulación según Método de Volhard
- Titulación según Método de Fajans

#### **Titulaciones Complejométricas:**

- Titulación Directa
- Titulación Indirecta
- Titulación por Retroceso
- Titulación por Sustitución o Desplazamiento.

#### **Titulaciones de Oxido-Reducción:**

- Titulación utilizando un Autoindicador
- Titulación Yodométrica (Indirecta)
- Titulación Yodimétrica (Directa)

#### **TIPO DE MUESTREO**

Para la toma de muestra se utilizó un Muestreo Puntual Dirigido, sobre los Métodos Clásicos de Valoración de uso frecuente, que fueron aplicados en forma experimental tomando en cuenta los resultados de la encuesta realizada

a:

15 Estudiantes de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador

15 Profesionales que trabajan en la Industria Farmacéutica (realizando Análisis Químicos)

### MUESTRA

Ocho Métodos de Análisis Volumétrico frecuentemente utilizados, seleccionados por medio del Muestreo Puntual Dirigido en base a los conocimientos adquiridos durante la carrera, para la Cuantificación de Ácidos (HCl, CH<sub>3</sub>COOH), Halógenos (Cl<sup>-</sup>) y Minerales (Al<sup>+3</sup>, Ca<sup>+2</sup>, Cu<sup>+2</sup>, Fe<sup>+2</sup>).

El resumen de los Métodos a desarrollar, se encuentra en el Anexo N° 7. Tabla N° 8).

### **INSTRUMENTO DE RECOLECCIÓN DE DATOS**

Se llevo a cabo una encuesta dirigida tanto a Estudiantes Universitarios como a Profesionales que trabajan en el Análisis de muestras, esta encuesta se utilizo como instrumento de recolección de datos preliminar a la parte experimental y por medio de los resultados obtenidos de esta se pudieron determinar cuales métodos Clásicos de valoración de los propuestos eran de uso frecuente y que grado de conocimiento tenían las personas encuestadas sobre el tema. El modelo de la encuesta realizada aparece en el Anexo N° 14.

La población encuestada fue de 30 personas, divididas así: 15 Estudiantes de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador y 15 Profesionales Farmacéuticos que laboran en la Industria Farmacéutica realizando Análisis Químicos, Estos tuvieron la oportunidad de seleccionar más de una opción en los casos en que se proponían respuestas múltiples.

Con los resultados obtenidos de la encuesta realizada tanto a nivel de Docencia (Estudiantes de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador) como a nivel de Industria (Profesionales que trabajan en Laboratorios Farmacéuticos) se determinó, si en ambas instituciones utilizan Métodos Clásicos de Valoración de Tipo Volumétricos y cuales son los métodos que utilizan frecuentemente.

Los métodos de uso frecuente según los encuestados solo son dos: los Métodos Acido-Base y los Complejométricos, pero según lo planteado en el anteproyecto, se desarrollaron ocho métodos clásicos de valoración para aportar mayor número de métodos de consulta a los analistas.

#### **4.4 PARTE EXPERIMENTAL.**

La Fase experimental del presente Trabajo, se llevó a cabo para demostrar la concordancia de las teorías sobre los Indicadores Químicos, con su aplicación práctica. Para lo cual se desarrollaron 8 Métodos Clásicos de Análisis de tipo Volumétrico. El resumen de los Métodos y las muestras a Valorar se encuentra en el Anexo N° 7. Tabla N° 8)

Previo a la realización de cada marcha analítica se llevó a cabo un Análisis teórico; para determinar el porque se utilizan los indicadores seleccionados en cada método de valoración. (Ver Anexo N° 12)

Todas las soluciones Valorantes a utilizar en la parte experimental son Titrisoles, ya estandarizados y de concentración exacta, mientras que las Soluciones Muestras y demás reactivos fueron preparados según los cálculos realizados. (Ver anexo N° 15)

Los factores a evaluar en los diferentes procedimientos fueron: Los cambios de color que sufren los Indicadores Químicos durante el transcurso de una titulación, la presencia de un precipitado, de un complejo coloreado y las variaciones de pH o potencial que se generan en estos cambios.

Los cambios de color, presencia de precipitado o de un complejo coloreado fueron verificados de forma Visual.

El pH se tomo con Papel pH en los Métodos Complejométricos y de Precipitación.

Mientras que el pHmetro se utilizo para determinar el pH en los Métodos Acido-Base y el potencial en Oxido - Reducción.

Con los cálculos luego de cada valoración, se confirmó que la cuantificación fue correcta y que el viraje del indicador ha sido exacto.

## **PREPARACION DE INDICADORES QUIMICOS UTILIZADOS EN LA PARTE EXPERIMENTAL**

Tomando en cuenta que los Indicadores Químicos son esenciales para poder llevar a cabo los diferentes Métodos por Titulacion. A continuación se presentan los Indicadores Químicos utilizados en la parte experimental, su respectivo rango de viraje a determinado pH y los Indicadores sustitutos que se podrían utilizar en caso de contar con el Indicador óptimo. La preparación de los Indicadores específicos para cada Método por Titulación y de los Indicadores Sustitutos se encuentra en el Anexo N° 8.

**Cuadro N° 1. Indicadores específicos e Indicadores Sustitutos a ser utilizados en los Métodos Acido - Base. (8)**

INDICADOR ESPECIFICO	INDICADORES SUSTITUTOS	TIPO DE MUESTRA ANALIZADA
<p><b>Fenolftaleina al 1%</b></p> <p><b>Rango de Viraje:</b> pH=8.0-10.0</p> <p><b>Viraje de color:</b> Incoloro a rosa pálido</p>	<p><b>Azul Timol</b> (8.0-9.6) amarillo-azul</p> <p><b>Azul Timol, sal sódica</b> (7.8-9.5) verde amarillo-azul</p> <p><b>Rojo Cresol</b> (7.0-8.8) naranja-púrpura</p> <p><b>Púrpura m-cresol</b> (7.4-9.8) amarillo-púrpura</p> <p><b>Azul p-xilenol</b> (8.0-9.6) amarillo-azul</p>	<p><b>Ácidos y Bases que durante una Titulación presentan el Punto Final a un pH mayor de 7</b></p>
<p><b>Anaranjado de Metilo al 1%</b></p> <p><b>Rango de Viraje:</b> pH= 3.1-4.4</p> <p><b>Viraje de Color:</b> Rojo amarillo a naranja</p>	<p><b>Rojo Congo</b> (3.0-5.2) azul-amarillo</p> <p><b>Verde de Bromocresol</b> (3.8-5.4) amarillo-azul</p> <p><b>Azul Bromofenol</b> (3.0-4.6) amarillo-azul violeta</p>	<p><b>Ácidos y Bases que durante una Titulación presentan el Punto Final a un pH menor de 7</b></p>

**Cuadro N° 2. Indicador específico e Indicador Sustituto a ser utilizados en el Método de Morh. (9)**

INDICADOR ESPECIFICO	INDICADORES SUSTITUTOS	TIPO DE MUESTRAS ANALIZADA
<p><b>Sal de Cromato de Potasio al 5 %</b></p> <p><b>Viraje de color:</b> precipitado blanco a precipitado rojo ladrillo</p>	<p>Método de Fajans:</p> <p><b>2', 7'-Diclorofluoresceína</b> amarillo verde a rosado fluorescente</p>	<p><b>Halógenos: Cloruro, Bromuro y Cianuro</b></p>

**Cuadro N° 3. Indicador específico e Indicadores Sustitutos a ser utilizados en el Método de Fajans. (9)**

INDICADOR ESPECIFICO	INDICADORES SUSTITUTOS	TIPO DE MUESTRAS ANALIZADAS
<p><b>2', 7'-Diclorofluoresceína al 0.1%</b></p> <p><b>Viraje de color:</b> amarillo verde a rosado fluorescente</p>	<p><b>Azul de Bromotimol</b> incoloro a azul</p> <p><b>Quinina</b> amarillento-verde fluorescente</p> <p><b>Fluoresceína Sódica</b> verde fluorescente-rosa</p>	<p><b>Halógenos: Cloruros, Yoduro y Bromuro</b></p>

**Cuadro N° 9. Indicador específico e Indicadores Sustitutos a ser utilizados en los Métodos Complejométricos. (4)**

INDICADOR ESPECIFICO	INDICADORES SUSTITUTOS	TIPOS DE MUESTRAS ANALIZADAS
<p><b>Negro de Eriocromo T (NET) al 1%</b></p> <p>pH = 10</p> <p><b>Viraje de color:</b> rojo vivo- azul cielo</p>	<p>Dependiendo del Metal a cuantificar se pueden utilizar los siguientes Indicadores:</p> <p><b>Murexida</b> (Acido purpurico, sal amonica) (desde 2.5 - 11.5)</p> <p>El viraje de color dependerá del pH del medio</p>	<p><b>Minerales: Cationes y Aniones</b></p>

En los Métodos por Oxido-Reducción desarrollados en la parte experimental (Autoindicadores y con Almidón) no se tienen Indicadores Sustitutos propuestos.

El Material a utilizar y la preparación de los reactivos se encuentra en los Anexos N° 12 y N° 15 respectivamente.

#### **4.5 PROCEDIMIENTOS DESARROLLADOS EN LA PARTE EXPERIMENTAL.**

##### **4.5.1 TITULACIONES ACIDO - BASE**

##### **TITULACIONES ACIDO FUERTE - BASE FUERTE <sup>(3)</sup>**

**Titulación Acido Fuerte (Ácido Clorhídrico 0.1 N) - Base Fuerte (Hidróxido de Sodio 0.1 N) utilizando Fenolftaleina al 1% como Indicador.<sup>(3)</sup>**

Procedimiento

1. Se llenó la bureta de 50.0 mL con la Solución de Hidróxido de Sodio 0.1N previamente estandarizada.
2. Se transfirió 25.0 mL de Ácido Clorhídrico 0.1N por medio de una pipeta volumétrica de 25.0 mL a un beaker de 400 mL.
3. Luego se adicionó 3 gotas de Fenolftaleina al 1 % en Etanol. Se agitó.

4. Se introdujo el electrodo de vidrio del pHmetro y se tomó la lectura inicial de pH.
5. Se colocó el beaker de 400 mL sobre un Hot-plate con agitador, se introdujo un magneto mediano, para asegurar la agitación y verificar mejor los cambios de color durante la valoración.
6. Posteriormente se tituló con Hidróxido de Sodio 0.1 N previamente estandarizado, agregando volúmenes fraccionados de 5.0 mL hasta completar un volumen total de 20.0 mL y seguidamente se agregó gota a gota el Titulante, hasta que se observó el viraje de color del Indicador de Incoloro a Rosado pálido.

NOTA: Se tomó el valor específico de pH a la solución, con el electrodo de vidrio del pHmetro después de cada adición del titulante.

**PLANTEAMIENTO DE CÁLCULOS PARA DETERMINAR LA CANTIDAD DE HCl 0.1N:**

gramos de HCl en la alícuota =  $V_{\text{NaOH gastado}} \times FC_{\text{NaOH}} \times N_{\text{NaOH}} \times \text{meq}_{\text{HCl}}$

Donde:

Alícuota de HCl utilizada para el Análisis= 25.0 mL de HCl 0.1N

$V_{\text{NaOH gastado}} = \text{mL gastados de valorante}$

FC = Factor de Corrección. Es la proporción existente entre la concentración real y la concentración teórica de una solución.

Nota: La Solución Valorante de NaOH 0.1N es un titrisol por lo que su factor de corrección es igual a uno ya que la solución se encuentra estandarizada y su concentración es exacta.

$$FC_{\text{NaOH}} = \frac{\text{Normalidad Práctica}}{\text{Normalidad Teórica}} = \frac{0.1\text{N}}{0.1\text{N}} = 1.0$$

$$N_{\text{NaOH}} = 0.1 \text{ N}$$

meq<sub>HCl</sub> = Miliequivalentes de HCl

$$\text{Peso Equivalente}_{\text{HCl}} = \frac{\text{Peso Molecular}_{\text{HCl}}}{\text{N}^{\circ} \text{ de Hidrogenos sustituibles}}$$

$$\text{Peso Equivalente}_{\text{HCl}} = \frac{36.5 \text{ g/mol}}{1} = 36.5 \text{ g/L}$$

$$\text{meq}_{\text{HCl}} = \frac{\text{Peso Equivalente}_{\text{HCl}}}{1000}$$

$$\text{meq}_{\text{HCl}} = \frac{36.5\text{g/L}}{1000} = 0.0365 \text{ g/mL}$$

$$\text{gramos de HCl en la alícuota} = V_{\text{NaOH gastado}} \times FC_{\text{NaOH}} \times N_{\text{NaOH}} \times \text{meq}_{\text{HCl}}$$

Sustituyendo en la fórmula, se obtiene:

gramos de HCl en la alícuota =  $(V_{\text{NaOH gastado}})(1.0)(0.1\text{N})(0.0365\text{g/mL})$

### **TITULACIONES ÁCIDO DÉBIL – BASE FUERTE <sup>(3)</sup>**

**Titulación Ácido Débil (Ácido Acético 0.1N)- Base Fuerte (Hidróxido de Sodio 0.1N) utilizando Fenolftaleína al 1% como Indicador. <sup>(3)</sup>**

Procedimiento:

1. Se llenó la bureta de 50.0 mL con Hidróxido de Sodio 0.1N previamente estandarizado.
2. Se transfirió 25.0 mL de Ácido Acético 0.1N por medio de una pipeta volumétrica de 25.0 mL, a un beaker de 400 mL.
3. Se adicionó 3 gotas de Fenolftaleína al 1% en Etanol y se agitó con agitador de vidrio.
4. Luego se Introdujo el electrodo de vidrio del pHmetro y se tomó la lectura inicial de pH.
5. Se colocó el beaker de 400 mL sobre un Hot-plate con agitador, se introdujo un magneto mediano para asegurar la agitación y verificar mejor los cambios de color durante la valoración.

6. Se tituló con Hidróxido de Sodio 0.1 N previamente estandarizado, agregando volúmenes fraccionados de 5.0 mL hasta completar un volumen total de 20.0 mL y seguidamente se agregó gota a gota hasta observar el viraje de color del Indicador de Incoloro a Rosado pálido.

NOTA: Se tomó el valor específico de pH a la solución, con el electrodo de vidrio del pHmetro después de cada adición del titulante.

**PLANTEAMIENTO DE CÁLCULOS PARA DETERMINAR LA CANTIDAD DE CH<sub>3</sub>COOH 0.1N:**

**CÁLCULOS PARA DETERMINAR LA CANTIDAD DE CH<sub>3</sub>COOH 0.1N:**

gramos de CH<sub>3</sub>COOH en la alícuota =  $V_{\text{NaOH gastado}} \times FC_{\text{NaOH}} \times N_{\text{NaOH}} \times \text{meq}_{\text{CH}_3\text{COOH}}$

Donde:

Alícuota de HCl utilizada para el Análisis = 25.0 mL de CH<sub>3</sub>COOH 0.1N

$V_{\text{NaOH gastado}}$  = mL de valorante

FC = Factor de Corrección. Es la proporción existente entre la concentración real y la concentración teórica de una solución.

Nota: La Solución Valorante de NaOH 0.1N es un titrisol por lo que su factor de corrección es igual a uno ya que la solución se encuentra estandarizada y su concentración es exacta.

$$FC_{\text{NaOH}} = \frac{\text{Normalidad Práctica}}{\text{Normalidad Teórica}} = \frac{0.1\text{N}}{0.1\text{N}} = 1.0$$

$$N_{\text{NaOH}} = 0.1 \text{ N}$$

meq  $\text{CH}_3\text{COOH}$  = Miliequivalentes de  $\text{CH}_3\text{COOH}$

$$\text{Peso Equivalente}_{\text{CH}_3\text{COOH}} = \frac{\text{Peso Molecular}_{\text{CH}_3\text{COOH}}}{\text{N}^\circ \text{ de Hidrogenos del Acido}}$$

$$\text{Peso Equivalente}_{\text{CH}_3\text{COOH}} = \frac{60.052\text{g/mol}}{1} = 60.052 \text{ g/L}$$

$$\text{meq}_{\text{CH}_3\text{COOH}} = \frac{\text{Peso Equivalente}_{\text{CH}_3\text{COOH}}}{1000}$$

$$\text{meq}_{\text{CH}_3\text{COOH}} = \frac{60.052\text{g/L}}{1000} = 0.06005 \text{ g/mL}$$

$$\text{gramos de } \text{CH}_3\text{COOH} \text{ en la alícuota} = V_{\text{NaOH gastado}} \times N_{\text{NaOH}} \times FC_{\text{NaOH}} \times \text{meq}_{\text{CH}_3\text{COOH}}$$

Sustituyendo en la fórmula, se obtiene:

$$\text{gramos de } \text{CH}_3\text{COOH} \text{ en alícuota} = V_{\text{NaOH gastado}} \times 0.1 \text{ N} \times 1.0 \times 0.06005 \text{ g/mL}$$

#### 4.5.2 TITULACION POR PRECIPITACION (3,13)

**MÉTODO DE MORH: Titulación de Cloruro de sodio (NaCl 0.01N) vrs Nitrato de plata (AgNO<sub>3</sub> 0.01N) utilizando Cromato de potasio al 5% como solución Indicadora.** (3,13)

**NOTA:** Deben de tomarse en cuenta los datos proporcionados en la Hoja de Seguridad del Nitrato de plata, descrita en el Anexo N° 16.

##### Procedimiento

1. Se llenó la bureta de 50.0 mL con la Solución de Nitrato de Plata 0.01N VS, previamente estandarizado (proteger de la luz, colocando papel carbón sobre la bureta).
2. Luego se transfirió con una Pipeta Volumétrica 10.0 mL de solución problema (muestra de Cloruro en solución 0.01N) a un erlenmeyer de 250mL.
3. Se adicionó 1mL de la Solución de Cromato de Potasio al 5% TS a la solución problema.
4. Posteriormente se tituló con la Solución de Nitrato de Plata 0.01N, colocada en la bureta de 50.0 mL. Se agitó con movimientos circulares el erlenmeyer durante la Valoración. Añadiéndose Inicialmente volúmenes fraccionados de

2.0 mL hasta completar 8.0 mL y seguidamente se agregó gota a gota hasta observar el viraje de color, de amarillo a Rojo Ladrillo.

NOTA: Se realizó un ensayo en Blanco, para reconocer el cambio de color en el punto final y para corregir el error por el valorante.

Ensayo en Blanco:

1. Se midió con pipeta volumétrica 10.0 mL de agua destilada y luego se colocó en un erlenmeyer de 125 mL.
2. Se agregó 1 mL de solución de Cromato de Potasio al 5 % TS.
3. Se adicionó la cantidad necesaria de Carbonato de Calcio para igualar la cantidad de sólidos y facilitar la comparación de los tonos de color con la solución problema.
4. Posteriormente se valoró con la solución de Nitrato de Plata 0.01N VS hasta la aparición de color Rojo Ladrillo. Y se anotaron los mililitros gastados en la Titulación.
5. Se compararon los mililitros gastados entre la valoración de la solución problema y la solución en blanco.

**PLANTEAMIENTO DE CÁLCULOS PARA DETERMINAR LA CANTIDAD DE Cl<sup>-</sup> (0.01N) :**

$$\text{g de Cl}^- \text{ en la alícuota} = (V_{\text{AgNO}_3 \text{ muestra}} - V_{\text{AgNO}_3 \text{ blanco}}) \times N_{\text{AgNO}_3} \times FC_{\text{AgNO}_3} \times \text{meq}_{\text{Cl}^-}$$

Donde:

Muestra: Solución de Cloruro de Sodio (NaCl) 0.01N

Alícuota de muestra utilizada para el Análisis = 10.0 mL de NaCl 0.01N

$V_{\text{AgNO}_3 \text{ muestra}}$  = mL de valorante gastados en la muestra

$V_{\text{AgNO}_3 \text{ blanco}}$  = mL de valorante gastado en el blanco

FC = Factor de Corrección. Es la proporción existente entre la concentración real y la concentración teórica de una solución.

Nota: La Solución Valorante de AgNO<sub>3</sub> 0.01N es un títrol por lo que su factor de corrección es igual a uno ya que la solución se encuentra estandarizada y su concentración es exacta.

$$FC_{\text{AgNO}_3} = \frac{\text{Normalidad Práctica}}{\text{Normalidad Teórica}} = \frac{0.01\text{N}}{0.01\text{N}} = 1.0$$

$$N_{\text{AgNO}_3} = 0.01 \text{ N}$$

$\text{me}_{\text{Cl}^-}$  = Miliequivalentes de Cl<sup>-</sup>

$$\text{Peso Equivalente Cl}^- = \frac{\text{Peso Molecular}_{\text{Cl}^-}}{\text{N}^\circ \text{ de cargas Negativas}}$$

$$\text{Peso Equivalente Cl}^- = \frac{35.45 \text{ g/mol}}{1} = 35.45 \text{ g/L}$$

$$\text{meq}_{\text{Cl}^-} = \frac{\text{Peso Equivalente}_{\text{Cl}^-}}{1000} \quad \text{meq}_{\text{Cl}^-} = \frac{35.45 \text{ g/L}}{1000} = 0.03545 \text{ g/mL}$$

$$\text{g de Cl}^- \text{ en la alícuota} = (V_{\text{AgNO}_3 \text{ muestra}} - V_{\text{AgNO}_3 \text{ blanco}}) \times N_{\text{AgNO}_3} \times F_{\text{C}_{\text{AgNO}_3}} \times \text{meq}_{\text{Cl}^-}$$

Sustituyendo en la fórmula, se obtiene:

$$\text{g de Cl}^- \text{ en la alícuota} = (V_{\text{AgNO}_3 \text{ muestra}} - V_{\text{AgNO}_3 \text{ blanco}})(0.01\text{N})(1.0)(0.03545 \text{ g/mL})$$

**4.5.4 MÉTODO DE FAJANS: Titulación de Cloruro de sodio (NaCl 0.01N) vrs Nitrato de plata (AgNO<sub>3</sub> 0.01N), utilizando 2,7-Diclorofluoresceína como Indicador. (2,3)**

**NOTA:** Deben de tomarse en cuenta los datos proporcionados en la Hoja de Seguridad del Nitrato de plata, descrita en el Anexo N° 16.

Procedimiento:

1. Se llenó la bureta de 50.0 mL con Solución de Nitrato de Plata 0.01N VS, previamente estandarizada (proteger de la luz, colocando papel carbón sobre la bureta).

2. Se transfirió con una pipeta volumétrica 10.0 mL de la solución problema (muestra de Cloruros en solución 0.01N) a un erlenmeyer de 250 mL. (La solución presentó un pH entre 7 y 10 ).<sup>(2)</sup>
3. Se adicionó 5 mL de una Solución de Dextrina al 2% TS con el fin de evitar la coagulación en la muestra.
4. Luego se añadieron 10 gotas de solución indicadora de 2',7'-Diclorofluoresceína al 0.1 % TS.
5. Posteriormente se valoró la solución problema con la solución de Nitrato de Plata 0.01N VS, agitando circularmente. Se agregó 5.0 mL de la solución valorante. Seguidamente se adicionó gota a gota hasta obtener la aparición de un color rosado, el cual se hace más intenso por la adición de la solución de Nitrato de Plata 0.01 N VS.

**PLANTEAMIENTO DE CÁLCULOS PARA DETERMINAR LA CANTIDAD DE  $\text{Cl}^-$  (0.01N):**

$$\text{g de Cl}^- \text{ en la alícuota} = V_{\text{AgNO}_3 \text{ gastados}} \times N_{\text{AgNO}_3} \times FC_{\text{AgNO}_3} \times m_{\text{eq Cl}^-}$$

Donde:

Muestra: Solución de Cloruro de sodio (NaCl) 0.01N

Alícuota de muestra utilizada para el Análisis = 10.0 mL de NaCl 0.01N

$V_{\text{AgNO}_3 \text{ gastados}}$  = mL de valorante gastados

FC = Factor de Corrección. Es la proporción existente entre la concentración real y la concentración teórica de una solución.

Nota: La Solución Valorante de  $\text{AgNO}_3$  0.01N es un títrol por lo que su factor de corrección es igual a uno ya que la solución se encuentra estandarizada y su concentración es exacta.

$$FC_{\text{AgNO}_3} = \frac{\text{Normalidad Práctica}}{\text{Normalidad Teórica}} = \frac{0.01\text{N}}{0.01\text{N}} = 1.0$$

$$N_{\text{AgNO}_3} = 0.01 \text{ N}$$

$me_{\text{Cl}^-}$  = Miliequivalentes de  $\text{Cl}^-$

$$\text{Peso Equivalente } \text{Cl}^- = \frac{\text{Peso Molecular}_{\text{Cl}^-}}{\text{N}^\circ \text{ de cargas Negativas}}$$

$$\text{Peso Equivalente } \text{Cl}^- = \frac{35.45\text{g/mol}}{1} = 35.45 \text{ g/L}$$

$$meq_{\text{Cl}^-} = \frac{\text{Peso Equivalente}_{\text{Cl}^-}}{1000}$$

$$meq_{\text{Cl}^-} = \frac{35.45\text{g/L}}{1000} = 0.03545 \text{ g/mL}$$

$$\text{gramos de } \text{Cl}^- \text{ en la alícuota} = V_{\text{AgNO}_3 \text{ gastados}} \times N_{\text{AgNO}_3} \times FC_{\text{AgNO}_3} \times meq_{\text{Cl}^-}$$

Sustituyendo en la fórmula, se obtiene:

$$\text{gramos de } \text{Cl}^- \text{ en la alícuota} = (V_{\text{AgNO}_3 \text{ gastados}})(0.01\text{N})(1.0)(0.03545 \text{ g/mL})$$

### 4.5.3 TITULACION COMPLEJOMETRICA <sup>(3)</sup>

**TITULACION POR MÉTODO DIRECTO: Titulación de Carbonato de calcio ( $\text{CaCO}_3$  0.01M) vrs Acido Etilendiaminotetracético (EDTA 0.01M) utilizando Negro de eriocromo T (NET al 1%) como Indicador. <sup>(3)</sup>**

Procedimiento:

1. Se llenó la bureta de 50.0 ml con solución de Acido Etilendiaminotetracético (EDTA) 0.01M previamente estandarizado.
2. Se transfirió con pipeta volumétrica un volumen de 10.0 mL de solución problema (solución de Calcio 0.01M) a un frasco erlenmeyer de 250 mL. Se diluyó con agua destilada a un volumen de 25 mL aproximadamente.
3. Luego se ajustó el pH de la solución problema a un pH = 10 con solución Buffer de Cloruro de Amonio-Hidróxido de Amonio (Buffer Amoniacal). Se verificó el pH utilizando papel pH. Se agitó la solución para asegurar que sea homogénea.
4. Se agregaron 2 gotas de Indicador Negro de Eriocromo (NET) al 1%.
5. Posteriormente se tituló la muestra del erlenmeyer inicialmente con 5.0 mL de solución de Acido Etilendiaminotetracético (EDTA) 0.01M previamente estandarizado, luego se adicionó el valorante gota a gota hasta obtener el

cambio de color de la solución de Rojo Vivo a Azul cielo, el cual indicó el Punto Final de la valoración.

**PLANTEAMIENTO DE CÁLCULOS PARA DETERMINAR LA CANTIDAD DE  $\text{Ca}^{+2}$  (0.01M):**

$$\text{ppm de Ca}^{++} \text{ en la alicuota} = \text{mg/L} = \frac{V_{\text{mL de EDTA}} \times M_{\text{EDTA}} \times FC_{\text{EDTA}} \times \text{mmolCa}^{++} \times 10^6}{V(\text{mL}) \text{ de Alicuota Tomada}}$$

Donde:

Muestra: Solución de Carbonato de Calcio ( $\text{CaCO}_3$ ) 0.01M.

Alícuota de muestra utilizada para el Análisis = 10.0 mL de  $\text{CaCO}_3$  0.01M

$V_{\text{mL de EDTA}}$  = mL de valorante gastados.

FC = Factor de Corrección. Es la proporción existente entre la concentración real y la concentración teórica de una solución.

Nota: La Solución Valorante de EDTA 0.01M es un titrisol por lo que su factor de corrección es igual a uno ya que la solución se encuentra estandarizada y su concentración es exacta.

$$FC_{\text{EDTA}} = \frac{\text{Normalidad Práctica}}{\text{Normalidad Teórica}} = \frac{0.01\text{M}}{0.01\text{M}} = 1.0$$

$$M_{\text{EDTA}} = 0.01 \text{ M}$$

$10^6$  = Conversión de g/mL a mg/L

$$\frac{\text{Peso Molecular de Ca}^{++}}{1000} = \text{Peso milimolar de Ca}^{++}$$

$$\text{milimoles de Ca}^{++} \text{ en la alícuota} = \frac{\text{Peso Molecular de Ca}^{++}}{1000}$$

$$\text{milimoles de Ca}^{++} \text{ en la alícuota} = \frac{40\text{g/mol}}{1000} = 0.040\text{g/mL}$$

Sustituyendo en la formula, se obtiene:

$$\text{ppm de Ca}^{++} \text{ en la alícuota} = \text{mg/L} = \frac{V_{\text{mL de EDTA}} \times 0.01 \text{ M} \times 1.0 \times 0.040 \times 10^6}{10.0\text{mL}}$$

**4.5.6 MÉTODO POR RETROCESO: Titulación de Nitrato de Aluminio (Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>) 0.01M) vrs Sulfato de Zinc (ZnSO<sub>4</sub> 0.01M) utilizando Negro de eriocromo T (NET al 1%) como Indicador. (3)**

Procedimiento:

1. Se llenó la bureta de 50.0 mL con Solución Estándar de ZnSO<sub>4</sub> 0.01M previamente estandarizado.
2. Se transfirió con pipeta volumétrica un volumen de 10.0 mL de Solución problema de Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> 0.01M a un erlenmeyer de 250 mL, se diluyó con agua destilada hasta obtener un volumen aproximadamente de 30 mL.

3. Se ajustó el pH de la solución a un pH=7, adicionando gotas de Acetato de sodio. Se comprobó el pH con tiras de papel.
4. Luego se añadió 20.0 mL de EDTA 0.01M a la solución muestra. Se agitó de forma circular.
5. Seguidamente se llevó a ebullición para asegurar la formación del complejo Al-EDTA.
6. Se enfrió la solución y luego se añadió 2 gotas de Indicador Negro de Eriocromo T (NET) al 1 %. Se agitó en forma circular.
7. Posteriormente se tituló el exceso de EDTA 0.01M , agregando solución de Sulfato de Zinc ( $ZnSO_4$ ) 0.01M, hasta observar un cambio de color de Azul a Rojo, que indico el Punto Final de la Valoración.

**PLANTEAMIENTO DE CÁLCULOS PARA DETERMINAR LA CANTIDAD DE  $Al^{+3}$  (0.01M):**

ppm de  $Al^{+3}$  en la alícuota de 10.0 mL:

$$\text{ppm de } Al^{+3} = \frac{(V_{\text{mL de EDTA}} \times M_{\text{EDTA}} \times FC_{\text{EDTA}}) - (V_{\text{mL de Sulfato de Zinc}} \times M_{\text{Sulfato de Zinc}} \times FC_{\text{EDTA}})}{V(\text{mL}) \text{ de Alícuota Tomada}} \text{ mmol } Al^{+3} \times 10^6$$

Donde:

$V_{\text{mL de Sulfato de Zinc}} = \text{mL de valorante gastados.}$

FC = Factor de Corrección. Es la proporción existente entre la concentración real y la concentración teórica de una solución.

Nota: La Solución Valorante de EDTA 0.01M y la de Sulfato de Zinc 0.01M, son titrisoles preparados, por lo que su factor de corrección es igual a uno ya que las soluciones se encuentran estandarizadas y su concentración es exacta.

$$FC_{\text{EDTA}} = \frac{\text{Normalidad Práctica} = 0.01\text{M}}{\text{Normalidad Teórica} = 0.01\text{M}} = 1.0$$

$$FC_{\text{Sulfato de Zinc}} = \frac{\text{Normalidad Práctica} = 0.01\text{M}}{\text{Normalidad Teórica} = 0.01\text{M}} = 1.0$$

$$M_{\text{EDTA}} = 0.01 \text{ M}$$

$$M_{\text{Sulfato de Zinc}} = 0.01 \text{ M}$$

$10^6$  = Conversión de g/mL a mg/L

Muestra: Solución de Nitrato de plata  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  0.01M

Alícuota de muestra tomada = 10.0 mL de  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  0.01M

$$\text{milimoles de Al}^{+3} = \frac{\text{Peso Molecular de Al}^{+3}}{1000}$$

$$\text{milimoles de Al}^{+3} = \frac{26.98\text{g/mol}}{1000} = 0.02698 \text{ g/mL}$$

$$\text{ppm de Al}^{+3} = \frac{[(V_{\text{mL de EDTA}} \times M_{\text{EDTA}} \times FC_{\text{EDTA}}) - (V_{\text{mL de Sulfato de Zinc}} \times M_{\text{Sulfato de Zinc}} \times FC_{\text{EDTA}})] \text{ mmol Al}^{+3} \times 10^6}{V(\text{mL}) \text{ de Alicuota Tomada}}$$

Sustituyendo en la formula, se obtiene:

$$\text{ppm de Al}^{+3} = \frac{[(V_{\text{mL de EDTA}} \times 0.01\text{M} \times 1.0) - (V_{\text{mL de Sulfato de Zinc}} \times 0.01\text{M} \times 1.0)] 0.02698\text{g/mL} \times 10^6}{10.0\text{mL}}$$

#### 4.5.4 TITULACION DE OXIDO-REDUCCION (3)

**TITULACION CON AUTOINDICADORES: Titulación de Sulfato de Hierro heptahidratado (FeSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O 0.1N) vrs Permanganato de potasio (KMnO<sub>4</sub> 0.1N) utilizado como Autoindicador. (3)**

Procedimiento:

1. Se llenó la bureta de 50.0 mL con Solución de Permanganato de Potasio 0.1N VS previamente estandarizado con Na<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (Oxalato de Sodio).
2. Se transfirió con pipeta volumétrica un volumen de 10.0 mL de solución problema de Fe<sup>+2</sup> 0.1N, a un frasco erlenmeyer de 250 mL.
3. Se adicionó al erlenmeyer 10 mL de Solución de Acido Sulfúrico 2N y 20mL de agua destilada.
4. Luego se midió el voltaje de la solución con un potenciómetro al inicio de la valoración.

5. Posteriormente se valoró la Solución Problema con la solución de Permanganato de Potasio 0.1N VS, hasta observar la aparición de un color Rosado Pálido que Indica el Punto Final de la Valoración.
6. Se midió el voltaje en el cual ocurre el Punto Final de la Valoración.

**PLANTEAMIENTO DE CÁLCULOS PARA DETERMINAR LA CANTIDAD DE Fe<sup>+2</sup> (0.1N):**

$$\text{g de Fe}^{+2} \text{ en la alícuota} = V_{(\text{mL})\text{KMnO}_4} \times N_{\text{KMnO}_4} \times FC_{\text{KMnO}_4} \times \text{meq de Fe}^{+2}$$

Donde:

Muestra: Solución de Sulfato de Hierro (FeSO<sub>4</sub>) 0.1N

Alícuota de muestra utilizada para el Análisis = 10.0 mL de FeSO<sub>4</sub> 0.1N

$V_{\text{mL de EDTA}}$  = mL gastados de valorante

FC = Factor de Corrección. Es la relación existente entre la concentración real y la concentración teórica de una solución.

Nota: La Solución Valorante de KMnO<sub>4</sub> 0.1N es un titrisol por lo que su factor de corrección es igual a uno ya que la solución se encuentra estandarizada y su concentración es exacta.

$$FC_{\text{KMnO}_4} = \frac{\text{Normalidad Práctica}}{\text{Normalidad Teórica}} = \frac{0.1\text{N}}{0.1\text{N}} = 1.0$$

$$N_{\text{KMnO}_4} = 0.1\text{N}$$

$$\text{Peso Equivalente de Fe}^{+2} = \frac{\text{Peso Molecular}_{\text{Fe}^{+2}}}{\text{N}^\circ \text{ de e}^- \text{ intercambiables}}$$



$$\text{Peso Equivalente}_{\text{Fe}^{+2}} = \frac{55.84\text{g/mol}}{1} = 55.84 \text{ g/L}$$

$$\text{meq}_{\text{Fe}^{+2}} = \frac{\text{Peso Equivalente}_{\text{Fe}^{+2}}}{1000}$$

$$\text{meq}_{\text{Fe}^{+2}} = \frac{55.84\text{g/L}}{1000} = 0.05584 \text{ g/mL}$$

$$\text{gramos de Fe}^{+2} \text{ en la alícuota} = V_{(\text{mL})\text{KMnO}_4} \times N_{\text{KMnO}_4} \times \text{FC}_{\text{KMnO}_4} \times \text{meq de Fe}^{+2}$$

Sustituyendo en la formula, se obtiene:

$$\text{gramos de Fe}^{+2} \text{ en la alícuota} = (V_{(\text{mL})\text{KMnO}_4})(0.1\text{N})(1.0)(0.05584\text{g/mL})$$

### **TITULACION YODOMÉTRICA: Titulación de Sulfato de cobre**

**pentahidratado (CuSO<sub>4</sub> · 5H<sub>2</sub>O 0.1N) vrs Tiosulfato de Sodio (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0.1N)**

**utilizado Almidón al 1% como Indicador. (3)**

Procedimiento:

1. Se llenó la bureta de 50.0 mL con solución de Tiosulfato de Sodio 0.1 N VS previamente estandarizado con Solución de Sulfato de cobre 0.1N.

2. Se transfirió la Solución problema con una pipeta volumétrica de 10.0 mL (solución de  $\text{Cu}^{+2}$  0.1N) a un erlenmeyer de 250 mL.
3. Luego se agregó 1.5 g de Yoduro de Potasio (KI) a la Solución problema y se esperó unos 3 minutos para que reaccionará, produciéndose  $\text{I}_2$ .
4. Se le agregaron 2 mL de Solución de Almidón al 1% recién preparada y se esperó a que se desarrollará el color azul.
5. Posteriormente se valoró la Solución problema con Tiosulfato de Sodio 0.1 N VS hasta la desaparición del color azul. La solución problema quedó incolora (Tono blanco), esto indicó que se había llegado al Punto Final de la Valoración.

**PLANTEAMIENTO DE CÁLCULOS PARA DETERMINAR LA CANTIDAD DE  $\text{Cu}^{+2}$  (0.1 N):**

$$\text{g de Cu}^{+2} \text{ en la alícuota} = V_{(\text{mL})\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \times N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \times \text{FC}_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \times \text{Meq de Cu}^{+2}$$

Donde:

Muestra: Solución de Sulfato de cobre ( $\text{CuSO}_4$ ) 0.1N

Alícuota de muestra utilizada para el Análisis = 10.0 mL de  $\text{CuSO}_4$  0.1N

$V_{\text{mL de Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = \text{mL de valorante gastados}$

FC = Factor de Corrección. Es la relación existente entre la concentración real y la concentración teórica de una solución.

Nota: La Solución Valorante de Tiosulfato de sodio 0.1N es un títrol por lo que su factor de corrección es igual a uno ya que la solución se encuentra estandarizada y su concentración es exacta.

$$FC_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = \frac{\text{Normalidad Práctica}}{\text{Normalidad Teórica}} = \frac{0.1\text{N}}{0.1\text{N}} = 1.0$$

$$N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = 0.1\text{N}$$

$$\text{Peso Equivalente}_{\text{Cu}^{+2}} = \frac{\text{PesoMolecular}_{\text{Cu}^{+2}}}{\text{N}^\circ \text{ e intercambiabes}}$$



$$\text{Peso Equivalente}_{\text{Cu}^{+2}} = \frac{63.54\text{g/mol}}{1} = 63.54 \text{ g / L}$$

$$\text{meq}_{\text{Cu}^{+2}} = \frac{\text{PesoEquivalente}_{\text{Cu}^{+2}}}{1000} \quad \text{meq}_{\text{Cu}^{+2}} = \frac{63.54\text{g/L}}{1000} = 0.06354 \text{ g/mL}$$

$$\text{g de Cu}^{+2} \text{ en la alícuota} = V_{(\text{mL})\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \times N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \times FC_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \times \text{Meq de Cu}^{+2}$$

Sustituyendo en la formula, se obtiene:

$$\text{gramos de Cu}^{+2} \text{ en la alícuota} = (V_{(\text{mL})\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3})(0.1\text{N})(1.0)(0.06354\text{g/mL})$$

**CAPITULO V**  
**RESULTADOS Y DISCUSION DE RESULTADOS**

## 5.0 RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

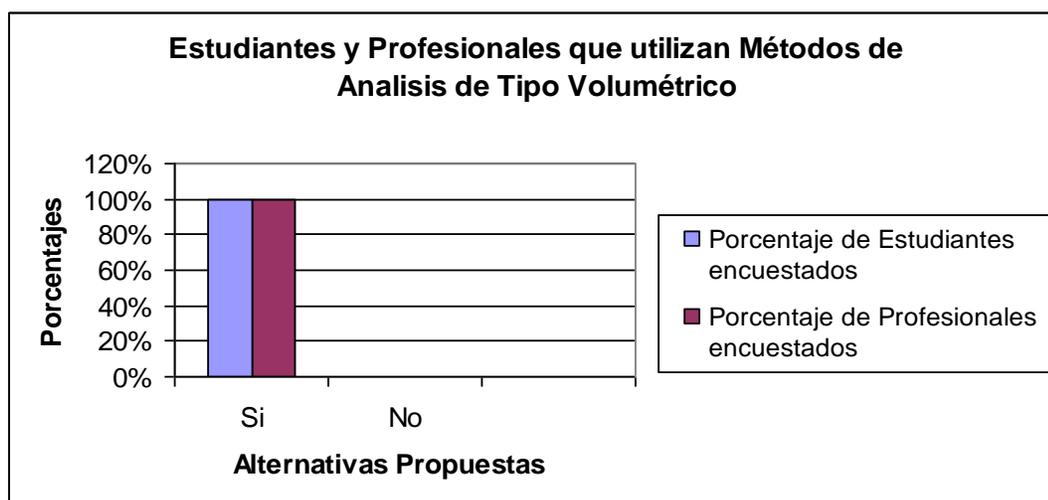
### 5.1 ANALISIS E INTERPRETACION DE LOS RESULTADOS DE LA ENCUESTA

#### Tabulación de datos y análisis de resultados.

1. ¿Utilizan Métodos Clásicos de Valoración de tipo volumétrico para la cuantificación de muestras en su sitio de trabajo?

**Cuadro N° 5. Estudiantes y Profesionales que utilizan Métodos Clásicos de Valoración de tipo volumétrico para la cuantificación de muestras en su sitio de trabajo.**

Alternativa	15 Estudiantes Encuestados		15 Profesionales Encuestados	
	Opción seleccionada	Porcentaje	Opción seleccionada	Porcentaje
Si	15	100 %	15	100 %
No	0	0%	0	0 %
Total	15	100 %	15	100 %



**Fig. N° 22. Estudiantes y Profesionales que utilizan Métodos Clásicos de Valoración de tipo volumétrico para la cuantificación de muestras en su sitio de trabajo.**

**ANALISIS:**

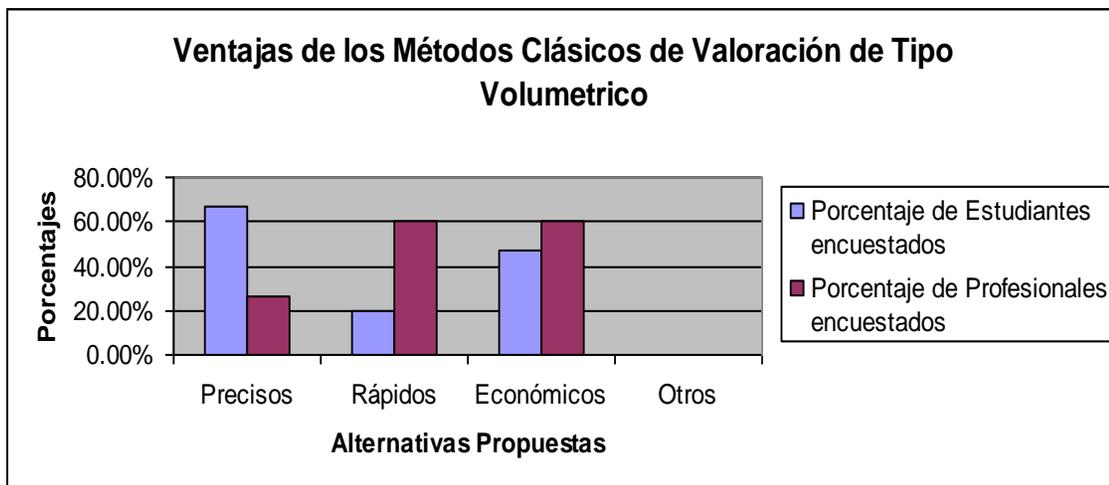
De un total de 30 personas encuestadas: 15 Estudiantes y 15 Profesionales entrevistados indicaron que si utilizan Métodos Clásicos de Análisis de tipo Volumétrico para la cuantificación de muestras en su sitio de trabajo. Por lo que el 100 % de ambas poblaciones encuestadas dicen utilizar estos Métodos.

Los porcentajes obtenidos en cada opción fueron calculados de forma individual, ya que las personas encuestadas tenían la oportunidad de elegir una o varias opciones según su criterio.

2. ¿Qué ventajas encuentra en la Aplicación de éstos métodos?

**Cuadro N<sup>o</sup> 6. Ventajas de la aplicación de los Métodos Clásicos de valoración de tipo Volumétrico.**

Alternativas Propuestas	15 Estudiantes Encuestados		15 Profesionales Encuestados	
	Opción seleccionada	Porcentaje	Opción seleccionada	Porcentaje
Precisos	10	66.67 %	4	26.67 %
Rápidos	3	20.00 %	9	60.00 %
Económicos	7	46.67 %	9	60.00 %
Otros	0	0.00 %	0	0.00 %



**Figura N° 23. Ventajas de la aplicación de los Métodos Clásicos de valoración de tipo Volumétrico.**

#### **ANALISIS:**

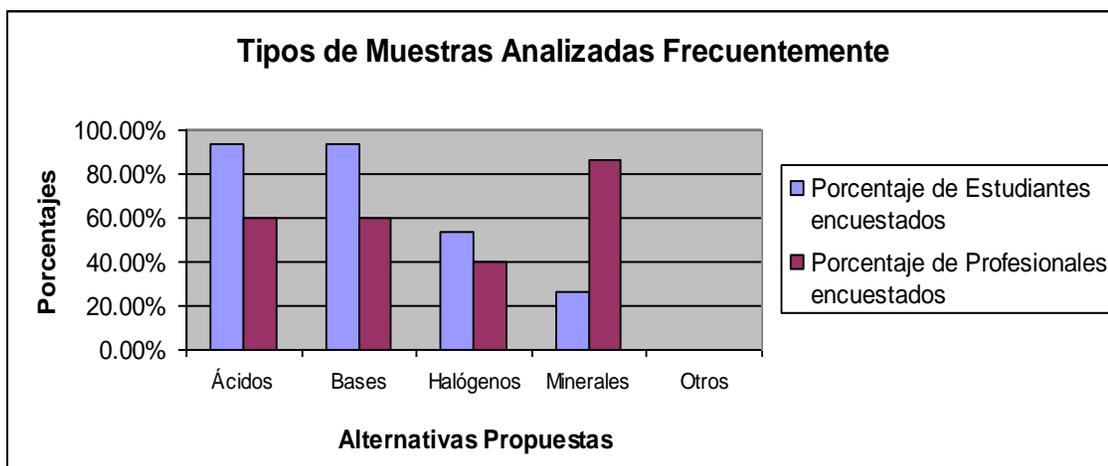
De las 30 Personas encuestadas: El 66.67% de la población Estudiantil opina que una de las ventajas predominantes en la aplicación de estos métodos es que son precisos, un 20.00% que son rápidos y un 46.67% que son económicos. Mientras que un 26.67 % de la población de Profesionales opina que son precisos, el 60.00% opina que son rápidos y este mismo porcentaje también opina que son económicos. No se brindaron otras opciones además de las propuestas.

Los porcentajes obtenidos en cada opción fueron calculados de forma individual, ya que las personas encuestadas tenían la oportunidad de elegir una o varias opciones según su criterio.

## 3. ¿Qué tipo de muestras analizan frecuentemente?

**Cuadro N° 7. Tipos de muestras que se analizan frecuentemente**

Alternativas Propuestas	15 Estudiantes Encuestadas		15 Profesionales Encuestadas	
	Opción seleccionada	Porcentaje	Opción seleccionada	Porcentaje
Ácidos	14	93.33 %	9	60.00 %
Bases	14	93.33 %	9	60.00 %
Halógenos	8	53.33 %	6	40.00 %
Minerales	4	26.67 %	13	86.67 %
Otros	0	0.00 %	0	0.00 %

**Figura N° 24. Tipos de muestras que se analizan frecuentemente****ANÁLISIS:**

Se observa en la Figura N° 24 que de las 30 personas encuestada, el 93.33 % de los Estudiantes opinan que los Ácidos y las Bases son el tipo de muestra frecuentemente utilizados, mientras que el 53.33 % opinan que son Halógenos y el 26.67 % Minerales. De los Profesionales encuestados el 60.00 % opinan

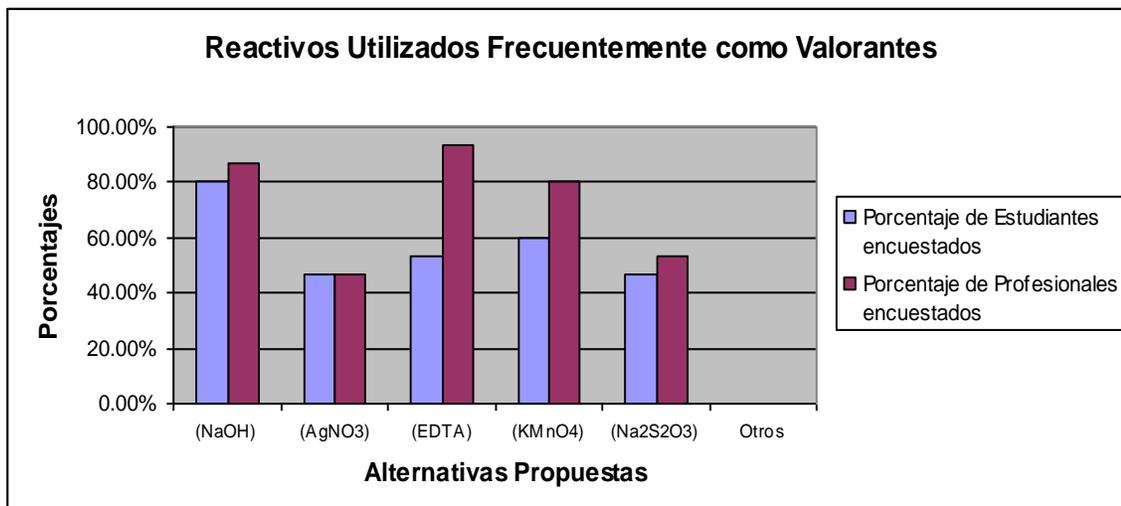
que Ácidos y Bases, el 40.00 % que Halógenos y el 86.67 % opinan que las muestras que se analizan frecuentemente son los Minerales.

Los porcentajes obtenidos en cada opción fueron calculados de forma individual, ya que las personas encuestadas tenían la oportunidad de elegir una o varias opciones según su criterio.

4. ¿Qué reactivos utilizan frecuentemente como Valorantes?

**Cuadro N° 8. Reactivos utilizados frecuentemente como Valorantes**

Alternativas Propuestas	15 Estudiantes Encuestados		15 Profesionales Encuestados	
	Opción seleccionada	Porcentaje	Opción seleccionada	Porcentaje
Hidróxido de Sodio (NaOH)	12	80.00 %	13	86.67 %
Nitrato de Plata (AgNO <sub>3</sub> )	7	46.67 %	7	46.67 %
Acido Etilendiaminotetracético (EDTA)	8	53.33 %	14	93.33 %
Permanganato de potasio (KMnO <sub>4</sub> )	9	60.00 %	12	80.00 %
Tiosulfato de Sodio (Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	7	46.67 %	8	53.33 %
Otros	0	0.00 %	0	0.00 %



**Figura N<sup>o</sup> 25. Reactivos utilizados frecuentemente como Valorantes**

#### **ANALISIS:**

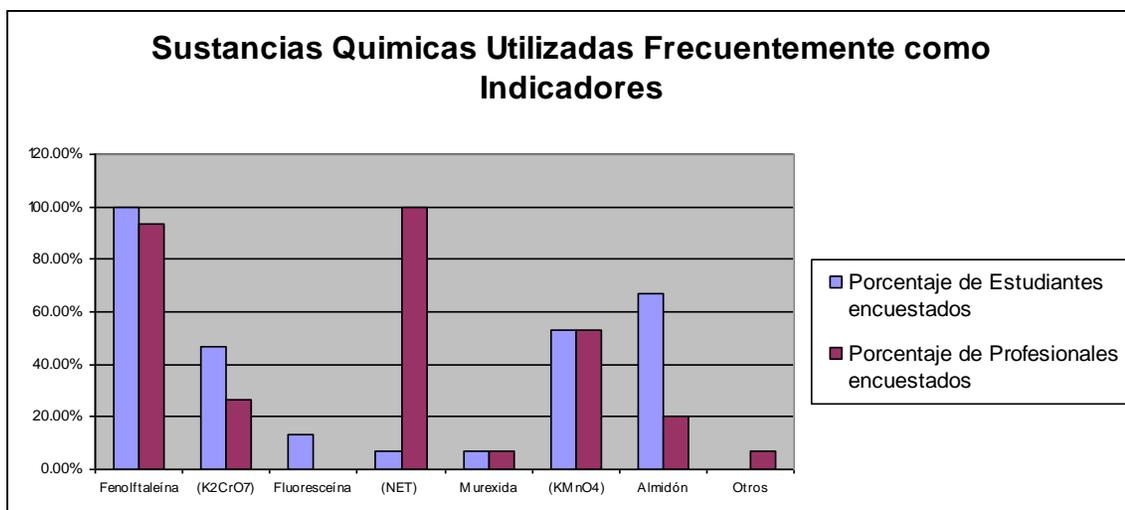
Según los resultados obtenidos en la Figura N<sup>o</sup> 25 de las 30 personas encuestadas, el 80.00 % de los Estudiantes opinan que se utiliza el Hidróxido de Sodio, el 46.67 % que es el Nitrato de Plata, el 53.33 % que el EDTA, el 60.00 % opinan que se utiliza con mayor frecuencia el Permanganato de Potasio y un 46.67 % que es el Tiosulfato de Sodio. De los Profesionales encuestados el 86.67 % creen que se utiliza el Hidróxido de Sodio, el 46.67 % que es el Nitrato de Plata, el 93.33 % cree que se utiliza con mayor frecuencia el EDTA, el 80.00 % el Permanganato de Potasio y el 53.33 % que se utiliza Tiosulfato de Sodio como valorantes.

Los porcentajes obtenidos en cada opción fueron calculados de forma individual, ya que las personas encuestadas tenían la oportunidad de elegir una o varias opciones según su criterio.

## 5. ¿Qué Sustancias Químicas utiliza Frecuentemente como Indicadores?

**Cuadro N° 9. Sustancias Químicas utilizadas frecuentemente como Indicadores**

Alternativas Propuestas	15 Estudiantes Encuestados		15 Profesionales Encuestados	
	Opción seleccionada	Porcentaje	Opción seleccionada	Porcentaje
Fenolftaleína	15	100.00 %	14	93.33 %
Cromato de Potasio ( $K_2CrO_7$ )	7	46.67 %	4	26.67 %
Fluoresceína	2	13.33 %	0	0.00 %
Negro de Eriocromo(NET)	1	6.67 %	15	100.00 %
Murexida	1	6.67 %	1	6.67 %
Permanganato de Potasio ( $KMnO_4$ )	8	53.33 %	8	53.33 %
Almidón	10	66.67 %	3	20.00 %
Otros	0	0 %	1	6.67%

**Figura N° 26. Sustancias Químicas utilizadas frecuentemente como Indicadores****ANALISIS:**

De las 30 Personas Entrevistadas, el 100.00 % de los Estudiantes creen que se utiliza con mayor frecuencia la Fenolftaleína como Indicador, mientras que el 46.67 % opina que se utiliza el Cromato de Potasio, el 13.33 % que es la

Fluoresceína, en menor porcentaje con un 6.67 % se encuentra el NET al igual que la Murexida, el 53.33 % opina que se utiliza el Permanganato de Potasio y el 66.67 % que se utiliza frecuentemente el Almidón.

Mientras que según los Profesionales el 93.33 % utiliza la Fenolftaleína, el 26.67 % el Cromato de Potasio, ninguno la Fluoresceína, el 100.00 % utiliza con mayor frecuencia el NET, el 6.67 % utiliza la Murexida al Igual que otros no mencionados en la opciones múltiples, el 53.33 % el Permanganato de Potasio y por ultimo un 20.00 % utiliza el Almidón.

En la alternativa "otros" con un 6.67 %, se encuentra la eosina como indicador químico, para realizar un análisis químico.

Los porcentajes obtenidos en cada opción fueron calculados de forma individual, ya que las personas encuestadas tenían la oportunidad de elegir una o varias opciones según su criterio.

## **INTERPRETACION GENERAL DE LA ENCUESTA.**

Los resultados de las encuestas se calcularon en base a porcentajes individuales según cada alternativa múltiple, ya que tanto los 15 Estudiantes como los 15 Profesionales tuvieron la oportunidad de seleccionar más de una opción, pudiendo obtenerse más de 30 respuestas por pregunta.

Tanto los estudiantes de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador así como los Profesionales que laboran en la Industria Farmacéutica opinaron que si Utilizan Métodos Clásicos de Análisis de tipo Volumétrico para la cuantificación de muestras en su sitio de trabajo.

En cuanto a las ventajas que encuentran en la aplicación de estos métodos la mayoría de estudiantes opino que son precisos y económicos, mientras que la mayoría de los profesionales indico que son rápidos y económicos.

En el tipo de muestras que se analizan frecuentemente la mayoría de estudiantes indicaron que son ácidos y bases, seguido de halógenos, mientras que la mayoría de profesionales indicaron que son minerales (para la determinar la dureza del agua), seguido de ácidos y bases.

La mayoría de estudiantes opinaron que el Hidróxido de Sodio y el Permanganato de Potasio, son los reactivos que se utilizan frecuentemente como valorantes, mientras que la mayoría de profesionales indicaron que son el EDTA y el Hidróxido de Sodio. Cabe recordar que utilizan otros reactivos como valorantes, pero que no de manera frecuente.

En las sustancias que se utilizan frecuentemente como indicadores la mayoría de estudiantes respondió que la Fenolftaleína seguido del Almidón, mientras que los profesionales indicaron que es el Negro de Eriocromo (NET), seguido de la Fenolftaleína. Además se propuso en las opción “Otros” el uso de la Eosina como Indicador.

En resumen, tanto en el campo Estudiantil como en la Industria Farmacéutica si se utilizan Métodos Clásicos de Análisis de tipo Volumétrico, con mayor frecuencia se utilizan los Métodos Acido-Base y los Complejométricos, mientras que los Métodos de Oxido -Reducción y por Precipitación se utilizan pero no frecuentemente, debido al poco conocimiento que la población tiene sobre estos.

## **5.2 METODOS CLASICOS DE VALORACION DE TIPO VOLUMETRICO DESARROLLADOS EN LA PARTE EXPERIMENTAL.**

### **5.2.1 TITULACIONES ACIDO FUERTE - BASE FUERTE <sup>(2,3,25)</sup>**

**Titulación Acido Fuerte (Ácido Clorhídrico 0.1 N) - Base Fuerte (Hidróxido de Sodio 0.1 N) con Fenolftaleína al 1% utilizada como indicador.**

Durante el proceso de titulación se pudo observar que al inicio de la valoración el Indicador Fenolftaleína se presenta de una forma incolora ya que en medio ácido (HCl 0.1 N) la Fenolftaleína no posee coloración. A medida que se agrego poco a poco el Titulante (NaOH 0.1 N) se observo que las gotas que caen sobre la solución se tornaban rosadas y que luego desaparecían al dejar de Titular, esto era indicio de que se la reacción se acercaba al Punto Final.

A un pH aproximado de 7, la solución todavía era incolora, esto debido a que la solución todavía no tenia el pH optimo en que el Indicador Fenolftaleína realiza su viraje de color (pH= 8.0 - 10.0). En este momento la titulacion se realizó gota a gota hasta observar el Punto Final, acompañado por el cambio de color de incoloro a rosado pálido.



A



B



C



D

**Figura N° 27. Viraje de color del Indicador Químico Fenolftaleína al 1% en el Punto Final y cambio de pH en el transcurso de la Titulación Acido Fuerte-Base Fuerte.**

- A. Antes de iniciar la Titulación se tienen 25.0 mL de Ácido Clorhídrico 0.1 N y tres gotas de Fenolftaleína, se tomo el pH inicial a la solución incolora.
- B. Aparato para Iniciar la Titulación.
- C. Al titular la solución se puede observar la aparición de una coloración rosada que desaparece con agitación.
- D. Finalización de la Titulación, se verifico el pH de la solución al observar el viraje de color de incoloro a rosado definido y estable.

**Cuadro N° 10. Valores de pH y cambios de color obtenidos mediante la adición del titulante en la Valoración Acido Fuerte (HCl 0.1N)- Base Fuerte (NaOH 0.1N), utilizando Fenolftaleína al 1% como Indicador.**

Volumen gastado de valorante (mL) (NaOH 0.1N)	Lectura de pH	Cambio de color del Indicador (Fenolftaleína al 1%)
0.0	1.59	Solución incolora translúcida
5.0	2.09	Solución incolora translúcida
10.0	2.15	Solución incolora (aparecen las primeras gotas rosadas que desaparecen cuando se agita)
15.0	2.33	Solución incolora translúcida
20.0	3.57	Solución rosada, desaparece al dejar de agitar
23.6	6.55	Solución rosada pálida que desaparece con agitación
25.05	8.01	Solución rosada translúcida definida y estable

A diferentes valores de pH se pudieron observar los virajes de color que presento el Indicador Fenolftaleína en la disolución. En pH ácido el color predominante de la solución es incoloro debido a la Fenolftaleína. Este Indicador Químico es un ácido débil que pierde Cationes ( $H^+$ ) en solución. Conforme se va Titulando con NaOH 0.1 N, el pH del medio va cambiando de ácido a básico, consumiéndose todos los iones  $H^+$  del medio, incluso los de la Fenolftaleína. Después del Punto de Equilibrio el medio queda básico, y es aquí en donde la Fenolftaleína cambia su estructura química, convirtiéndose en un anión en medio básico, virando a tono Rosado definido y estable. (2,25)

Los cambios de color y la lectura de pH a la que se dan estos cambios aparecen en el Cuadro N° 10.

Reacción del Indicador Fenolftaleína (2,25) :



El viraje del indicador se observó claramente a un volumen próximo a un pH=8.01 indicándonos el punto final de la valoración, ya que la fenolftaleína tiene un rango de viraje según la teoría encontrada de pH = 8.0 - 10.0, por lo que el indicador utilizado fue el correcto para este tipo de valoración ya que el pH del medio se encontraba dentro de este viraje, después de haberse presentado el Punto de Equivalencia en la Reacción Química. (2,3)

### **CÁLCULOS PARA DETERMINAR LA CANTIDAD DE HCl 0.1N:**

$$\text{gramos de HCl en la alícuota} = V_{\text{NaOH gastado}} \times FC_{\text{NaOH}} \times N_{\text{NaOH}} \times \text{meq}_{\text{HCl}}$$

Donde:

Alícuota de HCl utilizada para el Análisis= 25.0 mL de HCl 0.1N

$V_{\text{NaOH gastado}}$  = mL gastados de valorante

Se llevarón a cabo tres valoraciones:

**En la primera valoración:**

$$V_{1 \text{ NaOH gastado}} = 25.05 \text{ mL}$$

FC = Factor de Corrección. Es la proporción existente entre la concentración real y la concentración teórica de una solución.

Nota: La Solución Valorante de NaOH 0.1N es un títrol por lo que su factor de corrección es igual a uno ya que la solución se encuentra estandarizada y su concentración es exacta.

$$FC_{\text{NaOH}} = \frac{\text{Normalidad Práctica}}{\text{Normalidad Teórica}} = \frac{0.1\text{N}}{0.1\text{N}} = 1.0$$

$$N_{\text{NaOH}} = 0.1 \text{ N}$$

$\text{meq}_{\text{HCl}}$  = Miliequivalentes de HCl

$$\text{Peso Equivalente}_{\text{HCl}} = \frac{\text{Peso Molecular}_{\text{HCl}}}{\text{N}^{\circ} \text{ de Hidrogenos sustituibles}}$$

$$\text{Peso Equivalente}_{\text{HCl}} = \frac{36.5 \text{ g/mol}}{1} = 36.5 \text{ g/L}$$

$$\text{meq}_{\text{HCl}} = \frac{\text{Peso Equivalente}_{\text{HCl}}}{1000}$$

$$\text{meq}_{\text{HCl}} = \frac{36.5\text{g/L}}{1000} = 0.0365 \text{ g/mL}$$

gramos de HCl en la alícuota =  $V_{\text{NaOH gastado}} \times FC \times N_{\text{NaOH}} \times \text{meq}_{\text{HCl}}$

gramos de HCl en la alícuota = (25.05 mL)(1.0)(0.1N)(0.0365g/mL)

**gramos de HCl en la alícuota = 0.091433 g de HCl**

Para comprobar que la valoración del HCl ha sido correcta, se puede partir de lo siguiente:

Al inicio se preparó 250.0 mL de HCl 0.1 N. (Ver Anexo N° 15):

36.46 g de HCl ----- 1 N -----1000.0 mL

3.64 g de HCl ----- 0.1N -----1000.0 mL

0.9115 g de HCl ----- 0.1N ----- 250.0 mL

0.09115g de HCl ----- 0.1N ----- 25.0 mL (alícuota)

Por lo que **0.09115g de HCl** son los gramos teóricos que se esperaba encontrar en la alícuota de 25.0 mL a valorar.

**0.091433 g de HCl son los gramos obtenidos experimentalmente** encontrados en al alícuota de 25.0 mL que se valoro.

Si se comparan los gramos obtenidos para el HCl, tanto teórico (0.09115g de HCl) como experimental (0.091433 g de HCl), se puede observar que existe poca variación entre ambos, esto puede ser resultado de haber valorado un Titrisol (NaOH 0.1N) vrs una Solución elaborada con cierto margen de error (HCl 0.1 N).

**PUREZA DE LA MUESTRA**

Teórico	Práctico
0.09115 g de HCl teóricos	----- 0.091433 g de HCl experimental

100 g	-----	X
-------	-------	---

X = **100.31 % de HCl 0.1N**

**Para la Segunda Valoración (Ver Cálculo para primera valoración):**

$V_{2 \text{ NaOH gastado}} = 25.15 \text{ mL}$

gramos de HCl en la alícuota = 0.0917975 g de HCl

Pureza de la muestra = **100.71% de HCl 0.1N**

**Para la Tercera Valoración (Ver Cálculo para la primera valoración):**

$V_{3 \text{ NaOH gastado}} = 24.95 \text{ mL}$

gramos de HCl en la alícuota = 0.091075 g de HCl

Pureza de la muestra = **99.90% de HCl 0.1N**

Promedio de las tres valoraciones =  $(100.31\% + 100.71\% + 99.90\%) / 3$

= **100.30% de HCl 0.1N**

Según el certificado de Calidad para el Acido Clorhídrico (HCl) de ChemDat The Merck 2007, la pureza de la sustancia en Análisis debe ser como mínimo de 37.0% (Ver Anexo N° 17).

Tomando en cuenta que el acido se encuentra al 37% se tiene lo siguiente:

**100.30 % de HCl** ----- 100 %

X ----- 37 %

X= 37.11%

La pureza de la muestra se comparo con los porcentajes de pureza que rotula el HCl en el certificado de Calidad que proporciona Merck.

Como analistas definimos un porcentaje de error de  $\pm 1\%$  esto debido a que se trabajo con reactivos que pueden ser catalogados como materias primas. El rango aceptable para este Análisis es de 36% como mínimo y el porcentaje encontrado **37.11 %** se encuentra dentro del rango aceptado.

Con el resultado obtenido se puede expresar que la cuantificación ha sido correcta, por lo tanto el viraje de color del Indicador Químico es adecuado para este tipo de Método por Titulación.

### 5.2.2 TITULACION ACIDO DÉBIL - BASE FUERTE <sup>(1,4,17)</sup>

**Titulación Ácido Débil (Ácido Acético 0.1N)- Base Fuerte (Hidróxido de Sodio 0.1N), utilizando Fenolftaleína al 1% como indicador.**

Para este tipo de Titulación utilizamos Fenolftaleína como Indicador. Los virajes de color observados son similares a los de la Titulación Acido Fuerte - Base Fuerte, la diferencia está marcada por el pH que va presentando el medio. En un inicio la solución muestra (CH<sub>3</sub>COOH 0.1N) presenta un pH ácido. Al llegar al Punto Final, el medio presenta una tendencia hacia el medio básico, por predominio del NaOH 0.1N, sobre el Acido Débil. Los cambios de color observados y la lectura de pH a la que se dan estos cambios aparecen en el Cuadro N° 11.

**A****B**

**Figura N° 28. Viraje de color del Indicador Químico Fenolftaleína al 1% en el Punto Final y cambio de pH en el transcurso de la Titulación Ácido Débil - Base Fuerte.**

- A.** Inicio de la Titulación con 25.0 mL de Ácido Acético 0.1 N y tres gotas de indicador Fenolftaleína. Se observa que la solución es incolora.
- B.** Finalización de la titulación, se verifico el pH de la solución al observar el viraje de color de incoloro a rosado definido y estable.

**Cuadro N° 11. Valores de pH y cambio de color obtenidos mediante la adición del Titulante en la valoración Acido Débil ( $\text{CH}_3\text{COOH}$  0.1N) – Base Fuerte (NaOH 0.1N), con Fenolftaleína al 1% como indicador.**

Volumen gastado de Titulante (mL) (NaOH 0.1 N)	Lectura de pH	Cambio de color del Indicador (Fenolftaleína al 1%)
0.0	4.09	Solución incolora translúcida
5.0	4.41	Solución incolora, aparecen las primeras gotas rosadas
10.0	5.07	Solución rosada, desaparece al dejar de agitar
18.5	5.83	Solución rosada pálida translúcida
24.80	8.01	Solución rosada translúcida

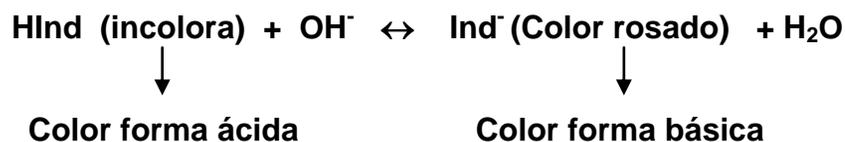
A distintos valores de pH se pudieron observar los diferentes colores que presento el indicador Fenolftaleína en la disolución, en pH ligeramente ácido el color predominante es incoloro, en pH básico es de color rosado, estas variaciones se debe a que el indicador Fenolftaleína ha sufrido un cambio en su estructura química mediante la interacción con los demás reactivos adicionados a la muestra.

El viraje del indicador se observo a un pH cercano a 8.0 indicándonos el punto final de la valoración; ya que la fenolftaleína tiene un rango de viraje de  $\text{pH} = 8.0 - 10.0$ , por lo que el indicador utilizado fue correcto para este tipo de valoraciones porque el cambio del indicador se dio dentro de ese rango de viraje; Acido Débil- Base Fuerte.

Se gasto este volumen porque el ácido acético es un ácido débil y al valorarlo con el Hidróxido de Sodio que es una base fuerte nos produce una hidrólisis y

con tendencia al medio básico según se muestra en el Análisis previo en el Anexo N° 12.

Reacción del indicador Fenolftaleína (2,25):



### **CÁLCULOS PARA DETERMINAR LA CANTIDAD DE CH<sub>3</sub>COOH 0.1N:**

gramos de CH<sub>3</sub>COOH en la alícuota =  $V_{\text{NaOH gastado}} \times FC_{\text{NaOH}} \times N_{\text{NaOH}} \times \text{meq}_{\text{CH}_3\text{COOH}}$

Donde:

Alícuota de CH<sub>3</sub>COOH utilizada para el Análisis = 25.0 mL de CH<sub>3</sub>COOH 0.1N

$V_{\text{NaOH gastado}}$  = mL de valorante

Se llevarón a cabo tres valoraciones:

#### **En la primera valoración:**

$V_{1 \text{ NaOH gastado}} = 24.80 \text{ mL}$

FC = Factor de Corrección. Es la proporción existente entre la concentración real y la concentración teórica de una solución.

Nota: La Solución Valorante de NaOH 0.1N es un titrisol por lo que su factor de corrección es igual a uno ya que la solución se encuentra estandarizada y su concentración es exacta.

$$FC_{\text{NaOH}} = \frac{\text{Normalidad Práctica}}{\text{Normalidad Teórica}} = \frac{0.1\text{N}}{0.1\text{N}} = 1.0$$

$$N_{\text{NaOH}} = 0.1 \text{ N}$$

meq  $\text{CH}_3\text{COOH}$  = Miliequivalentes de  $\text{CH}_3\text{COOH}$

$$\text{Peso Equivalente}_{\text{CH}_3\text{COOH}} = \frac{\text{Peso Molecular}_{\text{CH}_3\text{COOH}}}{\text{N}^\circ \text{ de Hidrogenos del Acido}}$$

$$\text{Peso Equivalente}_{\text{CH}_3\text{COOH}} = \frac{60.052\text{g/mol}}{1} = 60.052 \text{ g/L}$$

$$\text{meq}_{\text{CH}_3\text{COOH}} = \frac{\text{Peso Equivalente}_{\text{CH}_3\text{COOH}}}{1000}$$

$$\text{meq}_{\text{CH}_3\text{COOH}} = \frac{60.052\text{g/L}}{1000} = 0.06005 \text{ g/mL}$$

$$\text{gramos de } \text{CH}_3\text{COOH} \text{ en la alícuota} = V_{\text{NaOH gastado}} \times N_{\text{NaOH}} \times FC_{\text{NaOH}} \times \text{meq}_{\text{CH}_3\text{COOH}}$$

$$\text{gramos de } \text{CH}_3\text{COOH} \text{ en la alícuota} = (24.80 \text{ mL})(0.1\text{N})(1.0)(0.06005\text{g/mL})$$

$$\text{gramos de } \text{CH}_3\text{COOH} \text{ en la alícuota} = \mathbf{0.148924 \text{ g de } \text{CH}_3\text{COOH}}$$

Para comprobar que la valoración de  $\text{CH}_3\text{COOH}$  0.1 N es correcta, se puede partir de lo siguiente:

Al inicio se preparó 250.0 mL de  $\text{CH}_3\text{COOH}$  0.1 N (Ver Anexo N° 15):

60.05 g de  $\text{CH}_3\text{COOH}$  ----- 1N ----- 1000.0 mL

6.005 g de  $\text{CH}_3\text{COOH}$  ----- 0.1N ----- 1000.0 mL

1.50125 g de  $\text{CH}_3\text{COOH}$  ----- 0.1N ----- 250.0 mL

0.150125 g de  $\text{CH}_3\text{COOH}$  ----- 0.1N ----- 25.0 mL (alícuota)

Entonces **0.150125 g de  $\text{CH}_3\text{COOH}$**  son los gramos teóricos que se esperaba encontrar en la alícuota de 25.0 mL a valorar.

**0.148924 g de  $\text{CH}_3\text{COOH}$  son los gramos encontrados experimentalmente** en la alícuota de 25.0 ml que se valoro.

Si se comparan los gramos obtenidos para el  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , tanto teórico (0.150125 g de  $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) como experimental (0.148924 g de  $\text{CH}_3\text{COOH}$ ), se puede observar que existe poca variación entre ambos, esto puede ser resultado de haber valorado un Titrisol (NaOH 0.1 N) vrs una solución elaborada con cierto margen de error ( $\text{CH}_3\text{COOH}$  0.1N).

**PUREZA DE LA MUESTRA****Teórico****Práctico**0.150125g de CH<sub>3</sub>COOH 0.1N ----- 0.148924g de CH<sub>3</sub>COOH 0.1N

100 g ----- X

X = **99.2 % de CH<sub>3</sub>COOH 0.1N****Para la Segunda Valoración (Ver cálculo para primera valoración)** $V_{2 \text{ NaOH gastado}} = 24.70 \text{ mL}$ gramos de CH<sub>3</sub>COOH en la alícuota = 0.1483235 g de CH<sub>3</sub>COOH 0.1NPureza de la muestra = **98.8% de CH<sub>3</sub>COOH 0.1N****Para la Tercera Valoración (Ver cálculo para primera valoración)** $V_{3 \text{ NaOH gastado}} = 24.90 \text{ mL}$ gramos de CH<sub>3</sub>COOH en la alícuota = 0.149545 g de CH<sub>3</sub>COOH 0.1NPureza de la muestra = **99.6% de CH<sub>3</sub>COOH 0.1N**

Promedio de las tres valoraciones = (99.2% + 98.8% + 99.6 %)/3

= **99.2% de CH<sub>3</sub>COOH 0.1N**

Según el certificado de Calidad para el Acido Acético glacial ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) de ChemDat The Merck 2007, la pureza de la sustancia en Análisis debe encontrarse entre el 99.8 - 100.5 % (Ver Anexo N° 17).

La pureza de la muestra se comparo con los porcentajes de pureza que rotula el  $\text{CH}_3\text{COOH}$  en el Certificado de Calidad que proporciona Merck.

Como analistas definimos un porcentaje de error de  $\pm 1\%$  esto debido a que se trabajo con reactivos que pueden ser catalogados como materias primas. El rango aceptable para este Análisis es de 98.8-101.5%, y el porcentaje encontrado de **99.2%** se encuentra dentro del rango.

Con el resultado obtenido se puede expresar que la cuantificación ha sido correcta, por lo tanto el viraje de color del Indicador Químico es adecuado para este tipo de Método por Titulación.

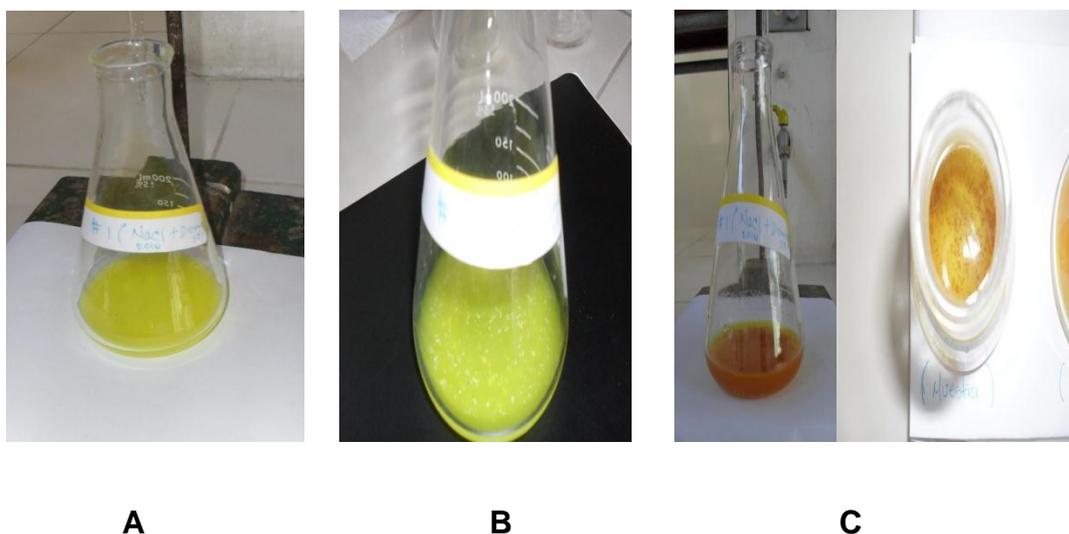
### **5.2.3 TITULACION POR PRECIPITACION** (1,2,12,23,24,25)

**MÉTODO DE MORH (Formación de un precipitado coloreado): Titulación de Cloruro de sodio ( $\text{NaCl}$  0.01N) vrs Nitrato de plata ( $\text{AgNO}_3$  0.01N) utilizando Cromato de potasio al 5% como solución Indicadora.** (3,13)

Durante el proceso de titulación se pudo observar que al inicio de la valoración el pH de la solución es neutro (este tipo de valoraciones se limita a soluciones con valores de pH entre 6 y 10) y la coloración de la solución es amarillo debido al  $\text{K}_2\text{CrO}_7$ , esta coloración fue cambiando al ir adicionando poco a poco la

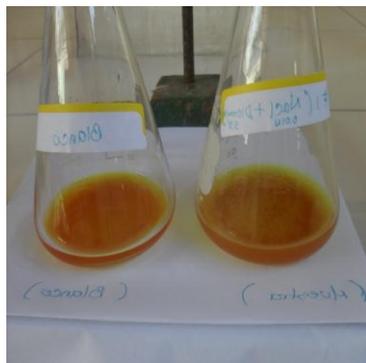
solución valorante ( $\text{AgNO}_3$  0.01N) hasta observarse la formación de un precipitado blanco de Cloruro de Plata ( $\text{AgCl}$ ) el cual nos indico que se había llegado al Punto de Equivalencia; al agregar unas gotas más del valorante se observo la formación de un precipitado rojo ladrillo de Cromato de Plata, indicándonos el Punto Final de la valoración.

Los cambios de color observados y la lectura de pH a la que se dan estos cambios aparecen en el Cuadro N° 12.



**Figura N° 29. Formación de un precipitado coloreado en la valoración por el método de Morh utilizando Dicromato de potasio al 5% como Indicador, para determinar el punto final.**

- A. Inicio de la titulación 10.0 mL de Cloruro de Sodio 0.01N con Cromato de Potasio al 5%, color inicial de la solución amarillo.
- B. Formación de un precipitado color blanco de Cloruro de Plata, que indica el Punto de Equivalencia.
- C. Finalización de la titulación, verificación del punto final con la formación de un precipitado de Cromato de Plata de color rojo ladrillo.



**Figura N° 30. Comparación de la muestra y el blanco en el punto final de la valoración por el Método de Morh.**

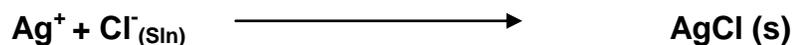
**Cuadro N° 12. Formación de un precipitado coloreado mediante la adición del titulante, en la valoración de Precipitación por el Método de Morh, utilizando Cromato de Potasio al 5% como Indicador para determinar Cloruros.**

Volumen gastado de Titulante (mL) AgNO <sub>3</sub> 0.01N	Cambios de color de la solución utilizada como Indicador (Cromato de potasio 5%)
0.0	Solución de color amarillo
2.0	Solución de color amarillo-blanquecino
4.0	Solución de color amarillo-blanquecino
6.0	Formación de un precipitado color blanco
8.0	Comienza aparecer el precipitado rojo
11.30	Formación de un precipitado rojo ladrillo

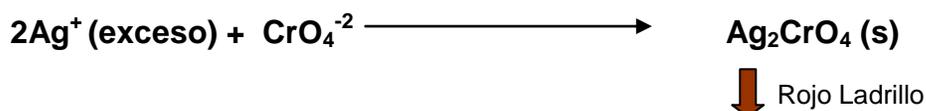
La formación de un precipitado blanco de Cloruro de Plata aparece primero en la solución debido a que es más insoluble ( $K_{ps}$  pequeña), que el precipitado de Cromato de plata que se formará en el Punto Final ( $K_{ps}$  de Cromato de plata  $> K_{ps}$  de AgCl). El precipitado de AgCl al ser insoluble necesita menor cantidad de reactivo precipitante AgNO<sub>3</sub>. Al final de la Titulación se observó la formación de un precipitado de color rojo ladrillo de Cromato de plata esto se formó cuando la concentración del ion Plata alcanzó un valor lo suficientemente grande como para exceder el producto de solubilidad del Cromato de Plata.

Reacciones que se llevaron a cabo en la titulación:

**Reacción de la titulación** (12,24) :



**Reacción del Indicador (Cromato de Potasio):**



↓ Blanco

↓ Rojo Ladrillo

**Cuadro N° 13. Cambio de color obtenido mediante la adición del Titulante en la valoración de Precipitación por el Método de Morh, utilizando Cromato de Potasio al 5% como indicador en el Blanco.**

Volumen gastado del Titulante (mL) (AgNO <sub>3</sub> 0.01 N)	Cambios de color de la solución utilizada como Indicador (Cromato de potasio 5%)
0.0	Solución de color amarillo
0.6	Solución de color rojo ladrillo

**CÁLCULOS PARA DETERMINAR LA CANTIDAD DE Cl<sup>-</sup> 0.01N:**

$$\text{g de Cl}^- \text{ en la alícuota} = (V_{\text{AgNO}_3 \text{ muestra}} - V_{\text{AgNO}_3 \text{ blanco}}) \times N_{\text{AgNO}_3} \times \text{FC}_{\text{AgNO}_3} \times \text{meq Cl}^-$$

Donde:

Muestra: Solución de Cloruro de sodio (NaCl) 0.01N

Alícuota de muestra utilizada para el Análisis = 10.0 mL de NaCl 0.01N

$V_{\text{AgNO}_3 \text{ muestra}}$  = mL de valorante gastados

$V_{\text{AgNO}_3 \text{ blanco}}$  = 0.6 mL (Se realizo solo un blanco)

Se llevarón a cabo tres valoraciones:

**En la primera valoración:**

$$V_{1 \text{ AgNO}_3 \text{ muestra}} = 11.30 \text{ mL}$$

FC = Factor de Corrección. Es la proporción existente entre la concentración real y la concentración teórica de una solución.

Nota: La Solución Valorante de  $\text{AgNO}_3$  0.01N es un títrol por lo que su factor de corrección es igual a uno ya que la solución se encuentra estandarizada y su concentración es exacta.

$$FC_{\text{AgNO}_3} = \frac{\text{Normalidad Práctica}}{\text{Normalidad Teórica}} = \frac{0.01\text{N}}{0.01\text{N}} = 1.0$$

$$N_{\text{AgNO}_3} = 0.01 \text{ N}$$

$me_{\text{Cl}^-}$  = Miliequivalentes de  $\text{Cl}^-$

$$\text{Peso Equivalente } \text{Cl}^- = \frac{\text{Peso Molecular}_{\text{Cl}^-}}{\text{N}^\circ \text{ de cargas Negativas}}$$

$$\text{Peso Equivalente } \text{Cl}^- = \frac{35.45\text{g/mol}}{1} = 35.45 \text{ g/L}$$

$$meq_{\text{Cl}^-} = \frac{\text{Peso Equivalente}_{\text{Cl}^-}}{1000} \quad meq_{\text{Cl}^-} = \frac{35.45\text{g/L}}{1000} = 0.03545 \text{ g/mL}$$

$$\text{g de } \text{Cl}^- \text{ en la alícuota} = (V_{\text{AgNO}_3 \text{ muestra}} - V_{\text{AgNO}_3 \text{ blanco}}) \times N_{\text{AgNO}_3} \times FC_{\text{AgNO}_3} \times meq_{\text{Cl}^-}$$

$$\text{g de } \text{Cl}^- \text{ en la alícuota} = (11.30 \text{ mL} - 0.6 \text{ mL})(0.01\text{N})(1.0)(0.03545 \text{ g/mL})$$

**gramos de  $\text{Cl}^-$  en la alícuota =  $3.7931 \times 10^{-3}$  g de  $\text{Cl}^-$**

Para comprobar que la valoración de  $\text{Cl}^-$  es correcta, se puede partir de lo siguiente:

Al inicio se preparó 500.0 mL de Solución de  $\text{Cl}^-$ , partiendo de la sal de Cloruro de Sodio (Ver Anexo N° 15):

PM de NaCl = 58.5 g/mol

% Pureza de NaCl = 100 %p/p de NaCl (g de NaCl en g de solución):

58.5 g de NaCl ----- 1N ----- 1000.0 mL

5.85 g de NaCl ----- 0.1N ----- 1000.0 mL

0.585 g de NaCl ----- 0.01N ----- 1000.0 mL

0.2925 g de NaCl ----- 0.01N ----- 500.0 mL

0.00585 g de NaCl ----- 0.01N ----- 10.0 mL (alícuota)

Por lo que:

**Peso Molecular**

**Peso Atómico**

58.5 g de NaCl ----- 35.5 g de  $\text{Cl}^-$

0.00585 g de NaCl ----- X

X =  $3.55 \times 10^{-3}$  g de  $\text{Cl}^-$  teóricos. para la alícuota de 10.0 mL

**$3.55 \times 10^{-3}$  g de  $\text{Cl}^-$  son los gramos teóricos** que se esperaba encontrar en la alícuota de 10.0 mL a valorar.

**$3.7931 \times 10^{-3}$  g de  $\text{Cl}^-$  son los gramos obtenidos experimentalmente** en la alícuota de 10.0 mL que se valoro.

Si se comparan los gramos obtenidos para  $\text{Cl}^-$ , tanto teórico ( $3.55 \times 10^{-3}$  g de  $\text{Cl}^-$ ) como experimental ( $3.7931 \times 10^{-3}$  g de  $\text{Cl}^-$ ), se puede observar que existe poca variación entre ambos, esto puede ser resultado de haber valorado un Titrisol ( $\text{AgNO}_3$  0.01 N) vrs una solución elaborada con cierto margen de error (Solución de  $\text{Cl}^-$  0.01 N).

#### PUREZA DE LA MUESTRA

Teórico	Práctico
$3.55 \times 10^{-3}$ g de $\text{Cl}^-$ teórico	$3.7931 \times 10^{-3}$ g de $\text{Cl}^-$ experimental
100 g	X

$$X = 106.84 \% \text{ de de } \text{Cl}^- \text{ 0.01N}$$

**Para la Segunda Valoración (Ver cálculo para la primera valoración):**

$$V_{2 \text{ AgNO}_3 \text{ muestra}} = 11.00 \text{ mL}$$

$$\text{gramos de } \text{Cl}^- \text{ en la alícuota} = 3.6868 \times 10^{-3} \text{ g de } \text{Cl}^- \text{ 0.01N}$$

$$\text{Pureza de la muestra} = 103.85 \% \text{ de } \text{Cl}^- \text{ 0.01N}$$

**Para la Tercera Valoración (Ver cálculo para la primera valoración):**

$$V_{3 \text{ AgNO}_3 \text{ muestra}} = 11.60 \text{ mL}$$

$$\text{gramos de Cl}^- \text{ en la alícuota} = 3.8995 \times 10^{-3} \text{ g de Cl}^- 0.01 \text{ N}$$

$$\text{Pureza de la muestra} = \mathbf{109.84 \% \text{ de Cl}^- 0.01 \text{ N}}$$

$$\text{Promedio de las tres valoraciones} = (106.84\% + 103.85\% + 109.84\%) / 3$$

$$= \mathbf{106.84 \% \text{ de Cl}^- 0.01 \text{ N}}$$

Según el certificado de Calidad para el Cloruro de Sodio (NaCl) de ChemDat The Merck 2007, la pureza de la sustancia en Análisis debe encontrarse entre el 99.0 - 100.5 % (Ver Anexo N° 17).

La pureza de la muestra se comparo con los porcentajes de pureza que rotula el NaCl en el Certificado de Calidad que proporciona Merck.

Como analistas definimos un porcentaje de error de  $\pm 1\%$  esto debido a que se trabajo con reactivos que pueden ser catalogados como materias primas. El rango aceptable para este Análisis es de **98.0 -101.5%** y el porcentaje obtenido de **106.84 %** se sale de los limites propuestos.

Con el resultado obtenido se puede expresar que en la cuantificación pudo haber errores de tipo subjetivo, instrumental o las materias primas no se encontraban en las condiciones adecuadas de almacenamiento.

**MÉTODO DE FAJANS (uso de indicadores coloreados de adsorción que se adhieren al precipitado que se forma): Titulación de Cloruro de sodio (NaCl 0.01N) vrs Nitrato de plata (AgNO<sub>3</sub> 0.01N), utilizando 2,7-Diclorofluoresceína como Indicador. (2,3,12,24)**

Durante el proceso de titulación se pudo observar que al inicio de la valoración la solución tenía un pH de neutro y la coloración de la 2,7-Diclorofluoresceína (Indicador) en la solución era verde fluorescente y a medida que se adicionaba el Titulante (AgNO<sub>3</sub> 0.01N) se observaba la formación de un color amarillo-verdoso hasta llegar al final de la titulación en el cual se pudo observar la aparición de una coloración rosada en la solución, indicando el punto final de la valoración.



A

B

C



D

**Figura N° 31. Cambio de color obtenido mediante la adición del titulante en la valoración de precipitación por el Método de Fahans, utilizando 2,7-Diclorofluoresceína como indicador para detectar el Punto Final.**

- A:** Al inicio de la titulación se tenían 10.0 mL de Cloruro de Sodio 0.01N y se le adicionaron 10 gotas de 2,7-Diclorofluoresceína, las cuales impartieron la coloración fluorescente a la solución.
- B:** Con la adición del Titulante a la solución se observó el cambio de color de verde fluorescente a un amarillo verdoso con fluorescencia no tan marcada.
- C:** Finalización de la Titulación, Se verificó el pH de la solución al observar el viraje de color de amarillo verdoso a rosado tenue definido y estable
- D:** Comparación de las tres valoraciones en el punto final.

**Cuadro N° 14. Cambio de color obtenido mediante la adición del titulante en la valoración de precipitación por el Método de Fahans, utilizando 2,7-Diclorofluoresceína como indicador.**

Volumen gastado del Titulante (mL) (AgNO <sub>3</sub> 0.01 N)	Cambio de color del Indicador (2,7-Diclorofluoresceína)
0.0	Solución de color verde-fluorescente
6.0	Solución de color amarillo verdoso
8.5	Solución de color rosado tenue
9.9	Solución de color rosado tenue pero definido y estable.

Se observa al inicio de la titulación que la 2,7-Diclorofluoresceína presenta una coloración verde fluorescente que va cambiando de color a diferentes volúmenes (mL) agregados del titulante (AgNO<sub>3</sub>) hasta la aparición de un color rosado tenue pero definido y estable, esto se debe que al comenzar la Titulación, los iones plata atraen electromagnéticamente a los iones cloruro, de manera que estos forman la sal de cloruro de plata (AgCl). Al formarse el precipitado de Cloruro de plata, los iones de plata siguen atrayendo a los iones cloruro, pero al momento en que ya no hay iones cloruro en solución, es decir, ya todos formaron cloruro de plata, dichos iones de plata, atraen a la fluoresceína, que en su estado normal es de color amarillo verdoso. La fluoresceína se ve excitada al ser atraída por los iones plata  $Ag^{+}_{(en\ exceso)} + FI^{-}$ , por lo tanto su coloración pasa a un color rosa; formando el Fluoresceinato de Plata (AgFI) sobre el precipitado de Cloruro de Plata que se formó al inicio.

El viraje de color a rosado definido puede observarse en el Punto Final.

Las reacciones que se llevan a cabo son las siguientes:

EXCESO DE ION CLORURO (12,24) :

(AgCl)  $\text{Cl}^- + \text{F}^-$  No hay Adsorción. Se presenta un color amarillo.

EXCESO DE ION PLATA:

(AgCl)  $\text{Ag}^+ + \text{F}^-$  (AgCl) AgF Si hay Adsorción, se produce un Color Rosado.

**CÁLCULOS PARA DETERMINAR LA CANTIDAD DE  $\text{Cl}^-$  0.01N:**

$$\text{g de } \text{Cl}^- \text{ en la alícuota} = V_{\text{AgNO}_3 \text{ gastados}} \times N_{\text{AgNO}_3} \times \text{FC}_{\text{AgNO}_3} \times m_{\text{eq}} \text{Cl}^-$$

Donde:

Muestra: Solución de Cloruro de sodio (NaCl) 0.01N

Alícuota de la muestra utilizada para el Análisis = 10.0 mL de NaCl 0.01N

$V_{\text{AgNO}_3 \text{ gastados}}$  = mL de valorante gastados

Se llevarón a cabo tres valoraciones:

**En la primera valoración:**

$V_1 \text{ AgNO}_3$  para la muestra = 9.9 mL

FC = Factor de Corrección. Es la proporción existente entre la concentración real y la concentración teórica de una solución.

Nota: La Solución Valorante de  $\text{AgNO}_3$  0.01N es un títrol por lo que su factor de corrección es igual a uno ya que la solución se encuentra estandarizada y su concentración es exacta.

$$FC_{\text{AgNO}_3} = \frac{\text{Normalidad Práctica}}{\text{Normalidad Teórica}} = \frac{0.01\text{N}}{0.01\text{N}} = 1.0$$

$$N_{\text{AgNO}_3} = 0.01 \text{ N}$$

$me_{\text{Cl}^-}$  = Miliequivalentes de  $\text{Cl}^-$

$$\text{Peso Equivalente } \text{Cl}^- = \frac{\text{Peso Molecular}_{\text{Cl}^-}}{\text{N}^\circ \text{ de cargas Negativas}}$$

$$\text{Peso Equivalente } \text{Cl}^- = \frac{35.45\text{g/mol}}{1} = 35.45 \text{ g/L}$$

$$meq_{\text{Cl}^-} = \frac{\text{Peso Equivalente}_{\text{Cl}^-}}{1000}$$

$$meq_{\text{Cl}^-} = \frac{35.45\text{g/L}}{1000} = 0.03545 \text{ g/mL}$$

$$\text{gramos de } \text{Cl}^- \text{ en la alícuota} = V_{\text{AgNO}_3 \text{ gastados}} \times N_{\text{AgNO}_3} \times FC \times meq_{\text{Cl}^-}$$

$$\text{gramos de } \text{Cl}^- \text{ en la alícuota} = (9.9 \text{ mL})(0.01\text{N})(1.0)(0.03545 \text{ g/mL})$$

$$\text{gramos de } \text{Cl}^- \text{ en la alícuota} = 3.51 \times 10^{-3} \text{ g de } \text{Cl}^-$$

Para comprobar que la valoración de  $\text{Cl}^-$  0.01 N es correcta, se puede partir de lo siguiente:

Al inicio se preparó 500.0 mL de Solución de  $\text{Cl}^-$  0.01 N, partiendo de la sal de Cloruro de Sodio (Ver Anexo N° 15):

PM de NaCl = 58.5 g/mol

% Pureza de NaCl = 100 %p/p de NaCl (g de NaCl en g de solución):

58.5 g de NaCl ----- 1N ----- 1000.0 mL

5.85 g de NaCl ----- 0.1N ----- 1000.0 mL

0.585 g de NaCl ----- 0.01N ----- 1000.0 mL

0.2925 g de NaCl ----- 0.01N ----- 500.0 mL

0.00585 g de NaCl ----- 0.01N ----- 10.0 mL (alícuota)

Por lo tanto:

**Peso Molecular**

**Peso Atómico**

58.5 g de NaCl ----- 35.5 g de  $\text{Cl}^-$

0.00585 g de NaCl ----- X

$X = 3.55 \times 10^{-3}$  g de  $\text{Cl}^-$  teóricos para la alícuota de 10.0 mL

**$3.55 \times 10^{-3}$  g de  $\text{Cl}^-$  son los gramos teóricos** que se esperaba encontrar en la alícuota de 10.0 mL a valorar.

**$3.51 \times 10^{-3}$  g de  $\text{Cl}^-$  son los gramos experimentales** encontrados en la alícuota de 10.0 mL que se valoro.

Si se comparan los gramos obtenidos para  $\text{Cl}^-$ , tanto teórico ( $3.55 \times 10^{-3}$  g de  $\text{Cl}^-$ ) como experimental ( $3.51 \times 10^{-3}$  g de  $\text{Cl}^-$ ), se puede observar que existe poca variación entre ambos, esto puede ser resultado de haber valorado un Titrisol ( $\text{AgNO}_3$  0.01 N) vrs una solución elaborada con cierto margen de error (Solución de  $\text{Cl}^-$  0.01 N).

#### **PUREZA DE LA MUESTRA**

<b>Teórico</b>	<b>Práctico</b>
$3.55 \times 10^{-3}$ g de $\text{Cl}^-$ teórico -----	$3.51 \times 10^{-3}$ g de $\text{Cl}^-$ experimental
100 g -----	X

$$X = \mathbf{98.87 \% \text{ de } \text{Cl}^- \text{ 0.01N}}$$

#### **Para la Segunda Valoración (Ver Cálculo para la primera valoración)**

$$V_2 \text{ AgNO}_3 \text{ para la muestra} = 9.9 \text{ mL}$$

$$\text{gramos de } \text{Cl}^- \text{ en la alícuota} = 3.51 \times 10^{-3} \text{ g de } \text{Cl}^-$$

$$\text{Pureza de la muestra} = \mathbf{98.87 \% \text{ de } \text{Cl}^- \text{ 0.01N}}$$

**Para la Tercera Valoración (Ver Cálculo para la primera valoración)**

$$V_3 \text{ AgNO}_3 \text{ para la muestra} = 9.8 \text{ mL}$$

$$\text{gramos de Cl}^- \text{ en la alícuota} = 3.4741 \times 10^{-3} \text{ g de Cl}^-$$

$$\text{Pureza de la muestra} = \mathbf{97.86 \% \text{ de Cl}^- \text{ 0.01N}}$$

$$\text{Promedio de las tres valoraciones} = (98.87\% + 98.87\% + 97.86\%) / 3$$

$$= \mathbf{98.53 \% \text{ de Cl}^- \text{ 0.01N}}$$

Según el certificado de Calidad para el Cloruro de Sodio (NaCl) de ChemDat The Merck 2007, la pureza de la sustancia en Análisis debe encontrarse entre el 99.0 - 100.5 % (Ver Anexo N° 17).

La pureza de la muestra se comparo con los porcentajes de pureza que rotula el NaCl en el certificado de Calidad que proporciona Merck.

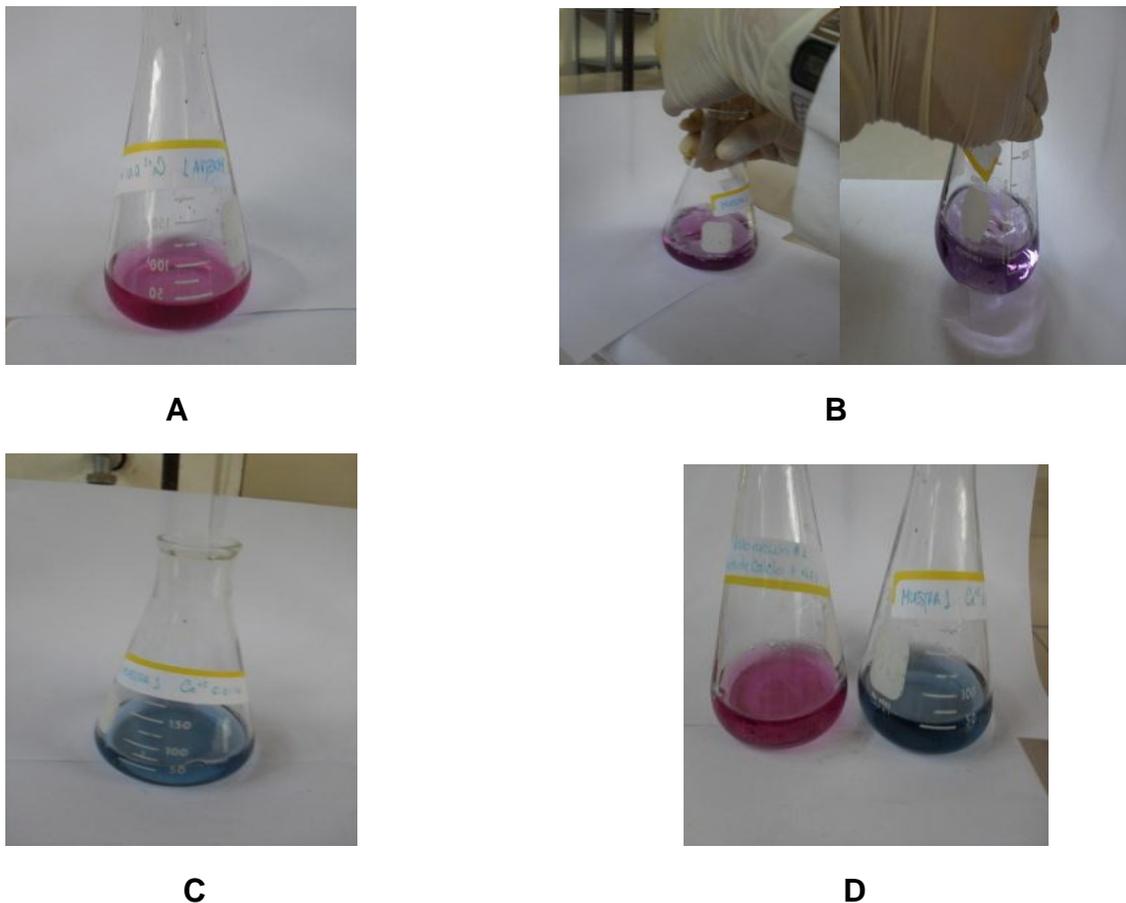
Como analistas definimos un porcentaje de error de  $\pm 10\%$  esto debido a que se trabajo con reactivos que pueden ser catalogados como materias primas. El rango aceptable para este Análisis es de 98.0 -101.5% y el porcentaje obtenido de **98.53 %** se encuentra dentro del rango aceptado.

Con el resultado obtenido se puede expresar que la cuantificación ha sido correcta, por lo tanto el viraje de color del Indicador Químico es adecuado para este tipo de Método por Titulación.

#### **5.2.4 TITULACION COMPLEJOMETRICA** (3,6,8,9,24)

**TITULACION POR MÉTODO DIRECTO: Titulación de Carbonato de calcio ( $\text{CaCO}_3$  0.01M) vrs Acido Etilendiaminotetracético (EDTA 0.01M) utilizando Negro de eriocromo T (NET al 1%) como Indicador.**

Antes de iniciar la titulación se verifico que el pH de la solución muestra fuera igual a 10, esto se ajusto por medio de la adición de buffer Cloruro de amonio-Hidróxido de amonio (Buffer amoniacal). Al adicionar el Indicador Negro de eriocromo T al 1% (NET), la solución se torno de color rosado vino, y al valorar con EDTA 0.01 M poco a poco se fue tornando a rosado-morado, luego morado, y por ultimo se indico el Punto Final al virar a Azul Cielo.



**Figura N° 32. Virajes de color del Indicador Químico Negro de Eriocromo T al 1% durante el transcurso de la Titulación Complejométrica para la determinación de  $\text{Ca}^{+2}$  por el Método Directo.**

- A:** Antes de la titulación, se tenían 10.0 mL de solución de Calcio 0.01M, ajustados con buffer a  $\text{pH}=10$  y luego se adicionaron dos gotas de Negro de eriocromo T al 1 % (NET) las cuales impartieron la coloración rosado vino a la solución.
- B:** Al inicio de la titulación se puede observar la aparición de una coloración rosada-morada que se va tornando morada al seguir valorando.
- C:** Finalización de la titulación. El punto final se indica con el viraje de color de la solución de morado a azul cielo definido y estable.
- D:** Presentación de las muestras antes (izquierda) y después (después) de la titulación.

**Cuadro N° 15. Cambio de color obtenido mediante la adición del Titulante (EDTA 0.01M) en la valoración complejométrica por el método directo, utilizando Negro de Eriocromo (Net) al 1% como Indicador, para la determinación de  $\text{Ca}^{+2}$**

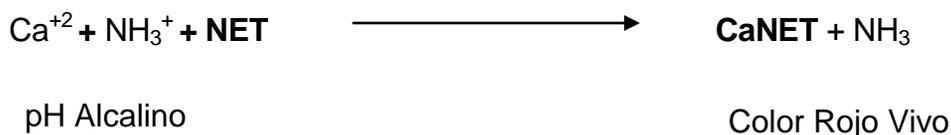
Volumen gastado del Titulante (mL) (EDTA 0.01 M)	Cambio de color del Indicador (Negro de Eriocromo al 1%)
0.0	Solución de color rosado vino translúcida
3.0	Solución de color rosado vino translúcida
9.0	Solución de color rosado translúcida
9.5	Solución de color rosado-morado translúcida
9.9	Solución de color morado translúcida
10.40	Solución de color azul cielo translúcida

Se pudieron observar los virajes color que presentó el indicador Negro de eriocromo T (NET) a diferentes volúmenes gastados de titulante. Al inicio de la titulación el Indicador presentó una coloración rosado vino que luego cambió a coloración azul cielo por la adición del titulante (EDTA); estos cambios de color se deben a los cambios estructurales que sufre el Indicador al pasar de su forma asociada ( $\text{Ca-NET}$ ) a su estado libre ( $\text{NET}^-$ ).

Al titular con EDTA este va desplazando al Negro de eriocromo T (NET) del complejo  $\text{Ca-NET}$ . Esto debido a que el Metal Calcio forma un complejo más estable con el EDTA que con el NET.

La Solución se tampona a un pH adecuado, para que la constante de formación condicional Metal-EDTA ( $\text{Ca-EDTA}$  o  $\text{Ca-Y}^{-2}$ ) sea grande.

Las reacciones que ocurren en el Indicador NET durante la Titulación Complejométrica por el Método Directo, tomando como Analito el  $\text{Ca}^{+2}$  son las siguientes (8,9,24) :



El viraje de color de la solución de Rojo a azul cielo nos indico el Punto Final de la Titulación.

### **CÁLCULOS PARA DETERMINAR LA CANTIDAD DE $\text{Ca}^{+2}$ 0.01M :**

$$\text{ppm de Ca}^{++} \text{ en la alicuota} = \text{mg/L} = \frac{V_{\text{mL de EDTA}} \times M_{\text{EDTA}} \times FC_{\text{EDTA}} \times \text{mmolCa}^{++} \times 10^6}{V(\text{mL}) \text{ de Alicuota Tomada}}$$

Donde:

Muestra: Solución de Carbonato de Calcio ( $\text{CaCO}_3$ ) 0.01M

Alícuota de muestra utilizada para el Análisis = 10.0 mL de  $\text{CaCO}_3$  0.01M

Se llevaron a cabo tres valoraciones:

#### **En la primera valoración:**

$$V_{1\text{mL de EDTA}} = 10.25 \text{ mL}$$

FC = Factor de Corrección. Es la proporción existente entre la concentración real y la concentración teórica de una solución.

Nota: La Solución Valorante de EDTA 0.01M es un títrol por lo que su factor de corrección es igual a uno ya que la solución se encuentra estandarizada y su concentración es exacta.

$$FC_{EDTA} = \frac{\text{Normalidad Práctica}}{\text{Normalidad Teórica}} = \frac{0.01M}{0.01M} = 1.0$$

$$M_{EDTA} = 0.01 \text{ M}$$

$10^6$  = Conversión de g/mL a mg/L

$$\frac{\text{Peso Molecular de Ca}^{++}}{1000} = \text{Peso milimolar de Ca}^{++}$$

$$\text{milimoles de Ca}^{++} \text{ en la alícuota} = \frac{\text{Peso Molecular de Ca}^{++}}{1000}$$

$$\text{milimoles de Ca}^{++} \text{ en la alícuota} = \frac{40\text{g/mol}}{1000} = 0.040\text{g/mL}$$

$$\text{ppm de Ca}^{++} \text{ en la alícuota} = \text{mg/L} = \frac{10.25 \text{ mL} \times 0.01 \text{ M} \times 1.0 \times 0.040\text{g/mL} \times 10^6}{10.0 \text{ mL}}$$

$$\text{ppm de Ca}^{++} \text{ en la alícuota} = \text{mg/L} = 410 \text{ ppm de Ca}^{++}$$

Para comprobar que la valoración de  $\text{Ca}^{+2}$  es correcta, se puede partir de lo siguiente:

Al inicio se preparó 1000.0 mL de Solución de  $\text{Ca}^{+2}$ , partiendo de la sal de Carbonato de Calcio (Ver Anexo N° 15):

$$\text{PM CaCO}_3 = 100.09 \text{ g/mol}$$

$$\text{M CaCO}_3 = 0.01 \text{ M}$$

$$100.09 \text{ g de CaCO}_3 \text{ ----- } 1\text{M} \text{-----} 1000.0 \text{ mL}$$

$$10.009 \text{ g de CaCO}_3 \text{ ----- } 0.1\text{M} \text{-----} 1000.0 \text{ mL}$$

$$1.009 \text{ g de CaCO}_3 \text{ -----} 0.01\text{M} \text{-----} 1000.0 \text{ mL}$$

$$0.01009 \text{ g de CaCO}_3 \text{-----} 0.01\text{M} \text{-----} 10.0 \text{ mL (alícuota)}$$

Por lo tanto:

**Peso Molecular**

**Peso Atómico**

$$100.09 \text{ g de CaCO}_3 \text{-----} 40.08 \text{ g de Ca}^{+2} \text{ teóricos}$$

$$0.01009 \text{ g de CaCO}_3 \text{-----} \quad \quad \quad X$$

$$X = 4.04 \times 10^{-3} \text{ g de Ca}^{+2} \text{ teóricos para la alícuota de } 10.0 \text{ mL}$$

$$\frac{4.04 \times 10^{-3} \text{ g}}{10 \text{ mL}} \times \frac{1000 \text{ mg}}{1 \text{ g}} \times \frac{1000 \text{ mL}}{1 \text{ L}} = 404 \text{ mg/L ó ppm.}$$

**404 ppm de  $\text{Ca}^{+2}$  son las ppm teóricas** que se esperaba encontrar en la alícuota de 10.0 mL a valorar.

**410 ppm de  $\text{Ca}^{+2}$  son los gramos experimentales** que se encontraron en la alícuota de 10.0 mL que se valoro.

Si se comparan las ppm obtenidas para  $\text{Ca}^{+2}$ , tanto teórico (404 ppm de  $\text{Ca}^{+2}$ ) como experimental (410 ppm de  $\text{Ca}^{+2}$  se puede observar que existe poca variación entre ambos, esto puede ser resultado de haber valorado un Titrisol (EDTA 0.01M) vrs una solución elaborada con cierto margen de error (Solución de  $\text{Ca}^{+2}$  0.01 M).

#### **PUREZA DE LA MUESTRA**

<b>Teórico</b>	<b>Práctico</b>
404 ppm de $\text{Ca}^{+2}$ teórico -----	410 ppm de $\text{Ca}^{+2}$ experimentales
100 g -----	X

$$X = 101.48 \% \text{ de } \text{Ca}^{+2} \text{ 0.01M}$$

#### **Para la Segunda Valoración (Ver Cálculo para la primera valoración)**

$$V_{2\text{mL de EDTA}} = 10.40 \text{ mL}$$

$$\text{ppm de } \text{Ca}^{++} \text{ en la alícuota} = \text{mg/L} = 416 \text{ ppm de } \text{Ca}^{++} \text{ 0.01M}$$

$$\text{Pureza de la muestra} = 102.97 \% \text{ de } \text{Ca}^{++} \text{ 0.01M}$$

#### **Para la Tercera Valoración (Ver Cálculo para la primera valoración)**

$$V_{3\text{mL de EDTA}} = 10.40 \text{ mL}$$

ppm de  $\text{Ca}^{++}$  en la alícuota = mg/L = 416 ppm de  $\text{Ca}^{++}$  0.01M

Pureza de la muestra = **102.97 % de  $\text{Ca}^{++}$  0.01M**

Promedio de las tres valoraciones= (101.48% +102.97% +102.97%) / 3

= **102.47 % de  $\text{Ca}^{++}$  0.01M**

Según el certificado de Calidad para el Carbonato de Calcio ( $\text{CaCO}_3$ ) de ChemDat The Merck 2007, la pureza de la sustancia en Análisis debe encontrarse entre el 98.5 -100.5 %

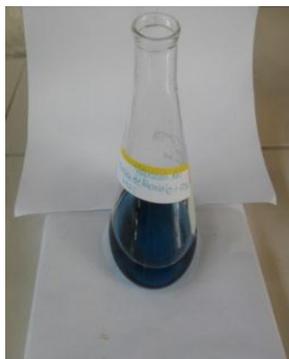
La pureza de la muestra se comparo con los porcentajes de pureza que rotula el  $\text{CaCO}_3$  en el Certificado de Calidad que proporciona Merck

Como analistas definimos un porcentaje de error de  $\pm 1\%$  esto debido a que se trabajo con reactivos que pueden ser catalogados como materias primas. El rango aceptable para este Análisis es de 97.5 -101.5 % y el porcentaje obtenido de **102.47 %**

El resultado obtenido se encuentra fuera del rango establecido, esto puede deberse al error subjetivo, instrumental o a la calidad de las materia primas las cuales pudieron no estar en condiciones adecuadas de almacenamiento.

**MÉTODO POR RETROCESO: Titulación de Nitrato de Aluminio ( $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ ) 0.01M) vrs Sulfato de Zinc ( $\text{ZnSO}_4$  0.01M) utilizando Negro de eriocromo T (NET al 1%) como Indicador. (3,2,8)**

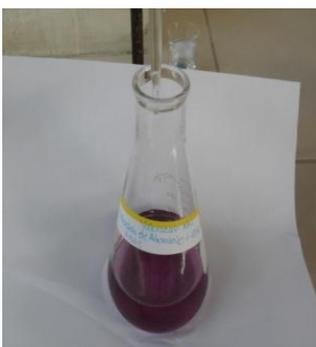
Al inicio de la Titulación la coloración que imparte el Negro de eriocromo T (NET) a la solución era de color azul cielo, esto debido a que se había adicionado una cantidad conocida de EDTA, permitiendo que el Indicador en un inicio se encontrará en su forma libre, luego la solución fue variando de azul cielo a morado intenso por la adición del Titulante Sulfato de Zinc ( $\text{ZnSO}_4$  0.01M) el cual actuó como valorante. Al llegar al final de la valoración se pudo evidenciar el Punto Final por el cambio de coloración del Indicador a tonalidad rojo-vino.



A



B



C



D

**Figura N° 33. Virajes de color obtenidos mediante la adición del Titulante (EDTA 0.01M) en la valoración complejométrica, método por retroceso, utilizando Negro de Eriocromo (Net) al 1% como Indicador, para la determinación de  $Al^{+3}$ .**

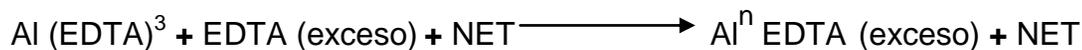
- A:** Antes de la titulación, 10.0 mL de solución de Aluminio se ajustaron a  $pH= 7$  con Buffer, se adicione después EDTA y dos gotas de Negro de Eriocromo T (NET), impartiendo a la solución una coloración azul-cielo.
- B:** Inicio de la titulación, se puede observar la aparición de una coloración morada que desaparece con agitación.
- C:** Finalización de la titulación, se verifica el punto final mediante el viraje de color de la solución de morado a rojo vino.
- D:** Presentación de las muestras antes (derecha) y después (izquierda) de la titulación.

Como se puede apreciar el cambio de color que ocurre durante esta valoración es inverso al cambio de color que se presenta en el Método Directo de Complejometria. Es por esto que al Método desarrollado se le conoce como Método por Retroceso. Ya que primero se le adiciona EDTA en exceso y posteriormente este exceso adicionado se retrovalora con Sulfato de Zinc. Este procedimiento parecería no tener fundamento pero en realidad se utiliza para evitar la precipitación del analito, que en este caso es el Aluminio.

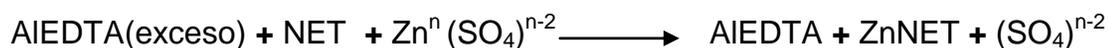
**Cuadro N° 16. Cambio de color obtenido mediante la adición del Titulante (EDTA 0.01M) en la valoración complejométrica, método por retroceso, utilizando Negro de Eriocromo (Net) al 1% como Indicador, para la determinación de  $Al^{+3}$ .**

Volumen gastado del Titulante (mL) (EDTA 0.01M)	Cambio de color del Indicador (Negro de Eriocromo al 1%)
0.0	Solución traslucida de color azul cielo
8.5	Solución traslucida de color azul más intenso
9.2	Solución traslucida de color azul-morado
10.0	Solución traslucida de color morado
10.7	Solución traslucida de color rojo vino

Las reacciones que ocurren en el Indicador NET durante la Titulación Complejométrica por el Método de Retroceso, tomando como analito el  $Al^{+3}$  son las siguientes (2,8):



La Solución se enfría y presenta un color azul



Color Azul

Color rojo

El viraje de color a rojo vino se pudo apreciar claramente, indicando de esta manera el Punto Final de la Titulación.

### **CÁLCULOS PARA DETERMINAR LA CANTIDAD DE $\text{Al}^{+3}$ 0.01M :**

ppm de  $\text{Al}^{+3}$  en la alícuota de 10.0 mL:

$$\text{ppm de Al}^{+3} = \frac{\left[ (V_{\text{mL de EDTA}} \times M_{\text{EDTA}} \times \text{FC}_{\text{EDTA}}) - (V_{\text{mL de Sulfato de Zinc}} \times M_{\text{Sulfato de Zinc}} \times \text{FC}_{\text{EDTA}}) \right] \text{mmol Al}^{+3} \times 10^6}{V(\text{mL}) \text{ de Alícuota Tomada}}$$

Donde:

Muestra: Solución de  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  0.01M

Alícuota de muestra tomada = 10.0 mL de  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  0.01M

Se llevaron a cabo tres valoraciones:

$V_{\text{mL de EDTA}} = 20.0$  mL (volumen adicionado a las tres valoraciones)

#### **En la primera valoración:**

$V_1$  mL de Sulfato de Zinc = 10.7 mL

FC = Factor de Corrección. Es la proporción existente entre la concentración real y la concentración teórica de una solución.

Nota: La Solución Valorante de EDTA 0.01M y la de Sulfato de Zinc 0.01M, son titrisoles preparados, por lo que su factor de corrección es igual a uno ya que las soluciones se encuentran estandarizadas y su concentración es exacta.

$$FC_{EDTA} = \frac{\text{Normalidad Práctica} = 0.01M}{\text{Normalidad Teórica} = 0.01M} = 1.0$$

$$FC_{\text{Sulfato de Zinc}} = \frac{\text{Normalidad Práctica} = 0.01M}{\text{Normalidad Teórica} = 0.01M} = 1.0$$

$$M_{EDTA} = 0.01 \text{ M}$$

$$M_{\text{Sulfato de Zinc}} = 0.01 \text{ M}$$

$10^6$  = Conversión de g/mL a mg/L

$$\text{milimoles de Al}^{+3} = \frac{\text{Peso Molecular de Al}^{+3}}{1000}$$

$$\text{milimoles de Al}^{+3} = \frac{26.98 \text{ g/mol}}{1000} = 0.02698 \text{ g/mL}$$

$$\text{ppm de Al}^{+3} = \frac{(V_{\text{mL de EDTA}} \times M_{EDTA} \times FC_{EDTA}) - (V_{\text{mL de Sulfato de Zinc}} \times M_{\text{Sulfato de Zinc}} \times FC_{EDTA})}{V(\text{mL}) \text{ de Alícuota Tomada}} \text{ mmol Al}^{+3} \times 10^6$$

$$\text{ppm de Al}^{+3} = \frac{[(20.0 \text{ mL} \times 0.01 \text{ M} \times 1.0) - (10.7 \text{ mL} \times 0.01 \text{ M} \times 1.0)] \times 0.02698 \text{ g/mL} \times 10^6}{10.0 \text{ mL}}$$

**ppm de Al<sup>+3</sup> = mg/L = 250.914 ppm de Al<sup>+3</sup> en la alícuota tomada de 10.0 mL**

Para comprobar que la valoración de Al<sup>+3</sup> es correcta, se puede partir de lo siguiente:

Al inicio se preparó 250.0 mL de Solución de  $\text{Al}^{+3}$ , partiendo de la sal de Nitrato de Aluminio (Ver Anexo N° 15):

$$\text{PM Al (NO}_3)_3 = 150.98 \text{ g/mol}$$

$$\text{M de Al (NO}_3)_3 = 0.01\text{M}$$

$$150.98 \text{ g de Al (NO}_3)_3 \text{ ----- } 1\text{M} \text{-----} 1000.0\text{mL}$$

$$15.098 \text{ g de Al (NO}_3)_3 \text{ ----- } 0.1\text{M} \text{-----} 1000.0\text{mL}$$

$$1.5098 \text{ g de Al (NO}_3)_3 \text{ ----- } 0.01\text{M} \text{-----} 1000.0\text{mL}$$

$$0.37745 \text{ g de Al (NO}_3)_3 \text{ ----- } 0.01\text{M} \text{-----} 250.0\text{mL}$$

$$0.015098 \text{ g de Al (NO}_3)_3 \text{ ----- } 0.01\text{M} \text{-----} 10.0\text{mL (alícuota)}$$

Así tenemos:

**Peso molecular**

**Peso atómico**

$$150.98 \text{ g de Al (NO}_3)_3 \text{ ----- } 26.98 \text{ g de Al}^{+3} \text{ teóricos}$$

$$0.015098 \text{ g de Al (NO}_3)_3 \text{ ----- } X$$

$$X = 2.698 \times 10^{-3} \text{ g de Al}^{+3} \text{ teóricos para la alícuota de } 10.0 \text{ mL}$$

$$\frac{2.698 \times 10^{-3} \text{ g}}{10 \text{ mL}} \times \frac{1000 \text{ mg}}{1 \text{ g}} \times \frac{1000 \text{ mL}}{1 \text{ L}} = 269.8 \text{ mg/mL ó ppm.}$$

269.8 ppm de  $\text{Al}^{+3}$  son las ppm teóricas que se esperaba encontrar en la alícuota de 10.0 mL a valorar.

Experimentalmente se encontró que la Alícuota tomada de 10.0 mL contiene 250.914 ppm de  $\text{Al}^{+3}$

Si se comparan las ppm obtenidas para  $\text{Al}^{+3}$ , tanto teórico (269 ppm de  $\text{Al}^{+3}$ ) como experimental (250.914 ppm de  $\text{Al}^{+3}$ ) se puede observar que existe variación entre ambos, esto puede ser resultado de haber valorado un Titrisol (EDTA 0.01M) vrs una solución elaborada con cierto margen de error (Solución de  $\text{Al}^{+3}$  0.01 M).

#### **PUREZA DE LA MUESTRA**

##### **Teórico**

##### **Práctico**

269.8 ppm de  $\text{Al}^{+3}$  teórico ----- 250.914 ppm de  $\text{Al}^{+3}$  experimentales

100 g ----- X

$$X = \mathbf{93.0 \% \text{ de } \text{Al}^{+3} \text{ 0.01M}}$$

#### **Para la Segunda Valoración (Ver Cálculo para la primera valoración)**

$V_2$  mL de Sulfato de Zinc= 10.7 mL

ppm de  $\text{Al}^{+3}$  = mg/L= 250.914 ppm de  $\text{Al}^{+3}$  en la alícuota tomada de 10.0 mL

Pureza de la muestra = **93.0 % de  $\text{Al}^{+3}$  0.01M**

**Para la Tercera Valoración (Ver Cálculo para la primera valoración)**

$V_3$  mL de Sulfato de Zinc= 10.5 mL

ppm de  $Al^{+3}$  = mg/L= 256.31 ppm de  $Al^{+3}$  en la alícuota tomada de 10.0 mL

Pureza de la muestra = **95.0 % de  $Al^{+3}$  0.01M**

Promedio de las tres valoraciones= (93.0 % + 93.0 % + 95.0%) / 3

= **93.66 % de de  $Al^{+3}$  0.01M**

Según el certificado de Calidad para el Carbonato de Calcio ( $Al(NO_3)_3$ ) de ChemDat The Merck 2007, la pureza de la sustancia en Análisis debe encontrarse entre el  $\geq 98.5\%$  (Ver Anexo N° 17).

La pureza de la muestra se comparo con los porcentajes de pureza que rotula el  $Al(NO_3)_3$  0.01M en el certificado de Calidad que proporciona Merck.

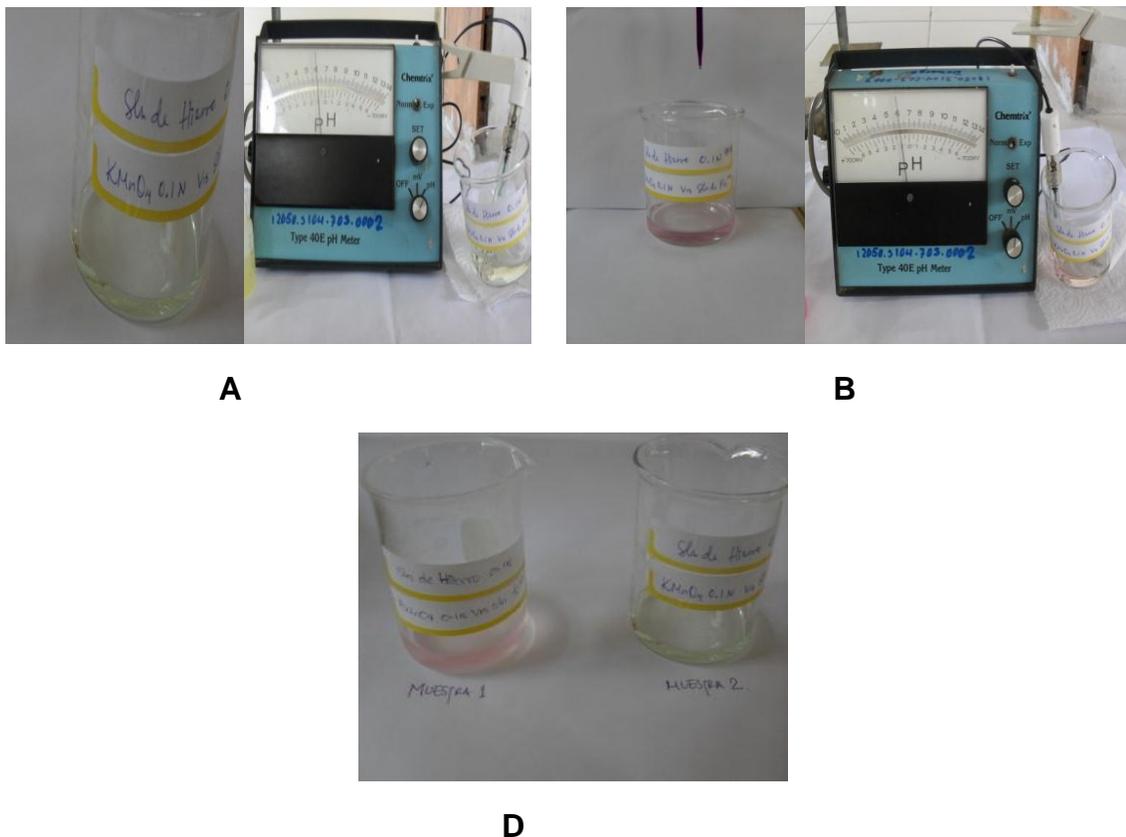
Como analistas definimos un porcentaje de error de  $\pm 1\%$  esto debido a que se trabajo con reactivos que pueden ser catalogados como materias primas. El rango aceptable para este Análisis deber ser mayor o igual a 97.5 % y el porcentaje obtenido de 93.66 % se encuentra fuera del rango aceptable.

El resultado obtenido se encuentra fuera del rango establecido, esto puede deberse al error subjetivo, instrumental o a la calidad de las materia primas las cuales pudieron no estar en condiciones adecuadas de almacenamiento.

### 5.2.5 TITULACION DE OXIDO-REDUCCION

**TITULACION CON AUTOINDICADORES: Titulación de Sulfato de Hierro heptahidratado ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  0.1N) vrs Permanganato de potasio ( $\text{KMnO}_4$  0.1N) utilizado como Autoindicador.** (10,11,13,14)

Durante el proceso de titulación se pudo observar que al inicio de la valoración la coloración de la solución era amarillo transparente y al añadir una gota del titulante Permanganato de Potasio ( $\text{KMnO}_4$  0.1N) que es también un auto-indicador en este tipo de valoración; se observó la formación de un color rosado pálido en la solución, el cual desapareció con la agitación, al seguir valorando el tono rosado se volvió definido y estable lo cual indicó que se había llegado al Punto Final. A esta solución se le midió el Potencial antes y después de la valoración.



**Figura N° 34. Cambio de color obtenido, utilizando Permanganato de Potasio ( $\text{KMnO}_4$  0.1N) como Titulante y Autoindicador, para la determinación de  $\text{Fe}^{+2}$  en el Método de Oxido Reducción.**

- A:** Antes de la titulación, se tenían 10 mL de solución de Hierro 0.1N y solución de Acido Sulfúrico 2N, la solución presentaba una coloración amarilla transparente, se midió el Voltaje a la solución.
- B:** Inicio y Finalización de la titulación, se verifico el punto final con el viraje de color de la solución a rosado pálido, se midió el voltaje a la solución.
- C:** Presentación de las muestras antes (derecha) y después (izquierda) de la titulación

**Cuadro N° 17. Cambio de color obtenido, utilizando Permanganato de Potasio (KMnO<sub>4</sub> 0.1N) como Titulante y Autoindicador, para la determinación de Fe<sup>+2</sup> en el Método de Oxido Reducción.**

Volumen gastado de Titulante (mL) (KMnO <sub>4</sub> 0.1N)	Voltaje (MV)	Cambio de color del Autoindicador
0.0	60	Solución de color amarillo translúcida
10.10	95	Solución de color rosado pálido definido y estable.

El viraje de color de amarillo transparente a rosado pálido definido y estable, se pudo apreciar claramente a un volumen de 10.05 mL, con un Voltaje de 95 MV.

Reacción de la Titulación: Durante la Titulación se dan las siguientes dos semi-reacciones importantes (13):

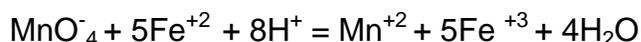
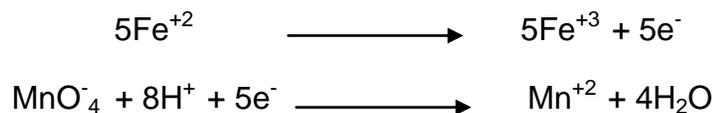
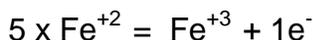
**Reacción del Analito:**



**Reacción del Autoindicador:**



**Reacción de Oxido-Reducción que tiene lugar durante la Valoración:**



La Solución de Permanganato de potasio es un Agente Oxidante fuerte. Su semireacción únicamente tiene lugar en soluciones de Ácidos fuertes, es por esto que se le adiciono Acido Sulfúrico 2N, ya que en medios menos ácidos, el producto puede ser Mn(II), Mn(IV), Mn(VI). (13)

### **CÁLCULOS PARA DETERMINAR LA CANTIDAD DE Fe<sup>+2</sup> 0.1N:**

$$\text{g de Fe}^{+2} \text{ en la alícuota} = V_{(\text{mL})\text{KMnO}_4} \times N_{\text{KMnO}_4} \times FC_{\text{KMnO}_4} \times \text{meq de Fe}^{+2}$$

Donde:

Muestra: Solución de Sulfato de Hierro Heptahidratado (FeSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O) 0.1N

Alícuota de muestra utilizada para el Análisis = 10.0 mL de FeSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O 0.1N

Se llevaron a cabo tres valoraciones:

#### **En la primera valoración:**

$$V_{1\text{mL de KMnO}_4} = 10.03 \text{ mL}$$

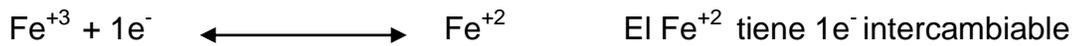
FC = Factor de Corrección. Es la relación existente entre la concentración real y la concentración teórica de una solución.

Nota: La Solución Valorante de KMnO<sub>4</sub> 0.1N es un titrisol por lo que su factor de corrección es igual a uno ya que la solución se encuentra estandarizada y su concentración es exacta.

$$FC_{\text{KMnO}_4} = \frac{\text{Normalidad Práctica}}{\text{Normalidad Teórica}} = \frac{0.1\text{N}}{0.1\text{N}} = 1.0$$

$$N_{\text{KMnO}_4} = 0.1\text{N}$$

$$\text{Peso Equivalente de Fe}^{+2} = \frac{\text{Peso Molecular}_{\text{Fe}^{+2}}}{\text{N}^\circ \text{ de e intercambiables}}$$



$$\text{Peso Equivalente}_{\text{Fe}^{+2}} = \frac{55.84\text{g/mol}}{1} = 55.84 \text{ g/L}$$

$$\text{meq}_{\text{Fe}^{+2}} = \frac{\text{Peso Equivalente}_{\text{Fe}^{+2}}}{1000}$$

$$\text{meq}_{\text{Fe}^{+2}} = \frac{55.84\text{g/L}}{1000} = 0.05584 \text{ g/mL}$$

$$\text{gramos de Fe}^{+2} \text{ en la alícuota} = V_{(\text{mL})\text{KMnO}_4} \times N_{\text{KMnO}_4} \times FC_{\text{KMnO}_4} \times \text{meq de Fe}^{+2}$$

$$\text{gramos de Fe}^{+2} \text{ en la alícuota} = (10.03 \text{ mL})(0.1\text{N})(1.0)(0.05584\text{g/mL})$$

$$\text{gramos de Fe}^{+2} \text{ en la alícuota} = \mathbf{0.056 \text{ g de Fe}^{+2}}$$

Para comprobar que la valoración de  $\text{Fe}^{+2}$  es correcta, se puede partir de lo siguiente:

Al inicio se preparó 250.0 mL de Solución de  $\text{Fe}^{+2}$ , partiendo de la sal de Sulfato de Hierro heptahidratado (Ver Anexo N° 15):

$$\text{PM FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} = 314.02 \text{ g/mol}$$

314.02 g de  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  ----- 1N -----1000.0 mL

31.402 g de  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  ----- 0.1N-----1000.0 mL

7.8505 g de  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  -----0.1N ----- 250.0 mL

0.31402 g de  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ----- 0.1N----- 10.0 mL (alícuota)

Por lo tanto:

**Peso molecular**

**Peso atómico**

314.02 g de  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  ----- 55.84 g de  $\text{Fe}^{+3}$  teóricos

0.31402 g de  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ----- X

X= 0.05584 g de  $\text{Fe}^{+2}$  teóricos para la alícuota de 10.0 mL

**0.05584 g de  $\text{Fe}^{+2}$  son los gramos teóricos** que se esperaba encontrar en la alícuota de 10.0 mL a valorar.

**0.056 g de  $\text{Fe}^{+2}$  son los gramos experimentales** encontrados en la alícuota de 10.0 mL que se valoro.

Si se comparan los gramos obtenidos para  $\text{Fe}^{+2}$ , tanto teórico (0.05584 g de  $\text{Fe}^{+2}$ ) como experimental (0.056 g de  $\text{Fe}^{+2}$ ) se puede observar que existe poca variación entre ambos, esto puede ser resultado de haber valorado un Titrisol ( $\text{KMnO}_4$  0.1N) vrs una solución elaborada con cierto margen de error (Solución de  $\text{Fe}^{+2}$  0.1N).

**PUREZA DE LA MUESTRA****Teórico****Práctico**0.05584 g de Fe<sup>+2</sup> teóricos ----- 0.056 g de Fe<sup>+2</sup> experimentales

100 g ----- X

$$X = 100.46 \% \text{ de Fe}^{+2} \text{ 0.1N}$$

**Para la Segunda Valoración (Ver Cálculo para primera valoración):**

$$V_{2\text{mL de KMnO}_4} = 10.10 \text{ mL}$$

gramos de Fe<sup>+2</sup> en la alícuota de 10.0 mL = 0.05639 g de Fe<sup>+2</sup>

$$\text{Pureza de la muestra} = 100.98 \% \text{ de Fe}^{+2} \text{ 0.1N}$$

**Para la Tercera Valoración (Ver Cálculo para primera valoración):**

$$V_{3\text{mL de KMnO}_4} = 10.07 \text{ mL}$$

gramos de Fe<sup>+2</sup> en la alícuota de 10.0 mL = 0.05623 g de Fe<sup>+2</sup>

$$\text{Pureza de la muestra} = 100.65 \% \text{ de Fe}^{+2} \text{ 0.1N}$$

$$\text{Promedio de las tres valoraciones} = (100.28\% + 100.98\% + 100.69\%) / 3$$

$$= 100.65\% \text{ de Fe}^{+2} \text{ 0.1N}$$

Según el certificado de Calidad para el  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  de ChemDat The Merck 2007, la pureza de la sustancia en Análisis debe encontrarse entre el 99.5-102.0%

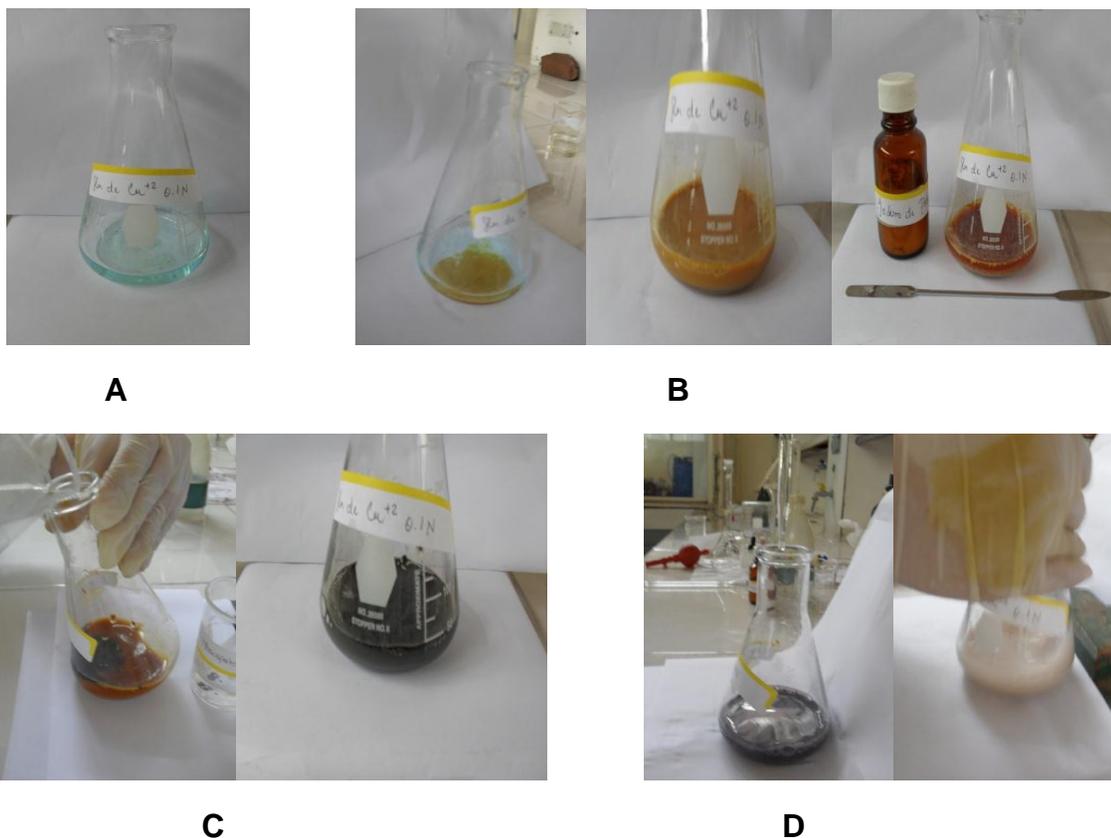
Como analistas definimos un porcentaje de error de  $\pm 1\%$  esto debido a que se trabaja con reactivos que pueden ser catalogados como materias primas. El rango aceptable para este Análisis es de 98.5 -103.0 % y el porcentaje obtenido de **100.65 %** se encuentra dentro al rango.

Con el resultado obtenido se puede expresar que la cuantificación ha sido correcta, por lo tanto el Indicador utilizado es adecuado para este tipo de Método por Titulación.

**TITULACION YODOMÉTRICA: Titulación de Sulfato de cobre pentahidratado ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  0.1N) vrs Tiosulfato de Sodio ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0.1N) utilizado Almidón al 1% como Indicador.** (2,3,13,30)

Al inicio de la valoración se observó que la coloración de la solución era celeste cielo, al adicionarle Yoduro de Potasio sólido y dejarlo reposar por 3 minutos se observó una coloración café, luego al agregarle el Almidón al 1%, la solución tomó un color azul intenso, y al titular con Tiosulfato de Sodio 0.1N ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0.1 N) se observó que el color azul intenso se tornaba a incoloro (blanco).

El viraje de color azul intenso a incoloro (blanco) en las valoraciones nos indicó el Punto Final de la titulación.



**Figura N<sup>o</sup> 35. Virajes de color obtenidos durante la Titulación Yodométrica utilizando Almidón al 1% como Indicador para la determinación de  $\text{Cu}^{+2}$ .**

- A:** Antes de iniciar la titulación, 10.0 mL de solución de cobre, con tonalidad celeste claro.
- B:** La solución presenta una coloración café al agregar 1.5 g de Yoduro de Potasio, produciendo burbujas de  $\text{I}_2$ , el color de la solución se intensifica al dejar reposar por 3 min.
- C:** La solución presenta una coloración azul intenso después que se le adicione el almidón al 1%.
- D:** Inicio de la titulación, se puede observar que el color azul intenso va desapareciendo conforme se va titulando con  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0.1N.



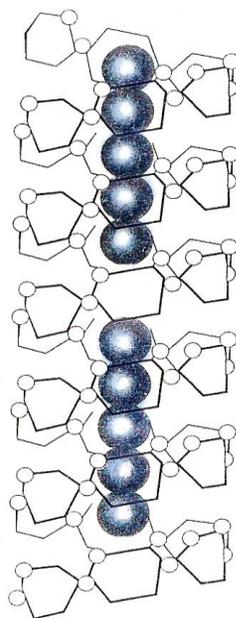
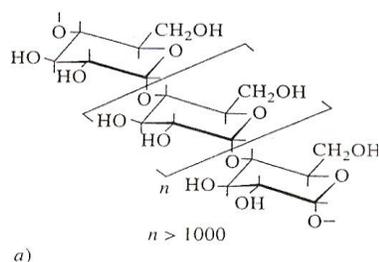
**Figura N° 36. Punto Final de la Titulación Yodométrica, detectado por el viraje de color del Indicador a incoloro (Solución blanca).**

**Cuadro N° 18. Virajes de color obtenidos durante la Titulación Yodométrica utilizando Almidón al 1% como Indicador y como valorante  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0.1 N, para la determinación de  $\text{Cu}^{+2}$ .**

Volumen gastado del Titulante (mL) ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.1 N)	Cambio de color del Indicador (Almidón al 1%)
0.0	Solución traslucida de color celeste claro
	Al adicionar el Yoduro de Potasio presento una coloración café, que se intensifico al dejar reposar por 3 min.
	Al agregarle el almidón 1% la solución obtuvo un color azul intenso
8.5	Transición de la Solución con tono azul intenso a incolora
9.25	Indicador incoloro (Solución color blanca)

El intenso color azul que se desarrolla en presencia de yodo se debe a la absorción de este en el interior de la cadena helicoidal de  $\beta$ -amilosa, componente macromolecular del almidón. En el almidón soluble comercial, se elimina la fracción alfa que forma un aducto rojo con el yodo (reacción difícil de revertir e indeseable), es por esto que el almidón que se utiliza consta principalmente de  $\beta$ -amilosa. Miles de moléculas de glucosa se polimerizan

para formar enormes moléculas de  $\beta$ -amilosa, como la que se muestra esquemáticamente en la siguiente figura.



**FIGURA Nº 37. Porción de  $\beta$ -amilosa del Almidón y su reacción esquemática con el yodo.**

- a) Las moléculas de  $\beta$ -amilosa tienden a adoptar una estructura helicoidal.  
 La especie de Yoduro  $I_5^-$ , como la que se muestra en **b)** se incorpora en el Interior de la hélice de amilasa <sup>(13)</sup>

Las preparaciones de almidón se descomponen en unos cuantos días, principalmente por acción bacteriana. Los productos de descomposición tienden a interferir con las propiedades indicadoras de la preparación y el yodo también puede oxidarlas. La alternativa más sencilla es la de preparar la solución indicadora el mismo día que se va a utilizar. Si la solución indicadora se fabricara con anticipación podría conservarse añadiéndose Yoduro de Mercurio (II) o cloroformo como bacteriostático (13)

### **CÁLCULOS PARA DETERMINAR LA CANTIDAD DE $\text{Cu}^{+2}$ 0.1N:**

$$\text{g de Cu}^{+2} \text{ en la alícuota} = V_{(\text{mL})\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \times N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \times \text{FC}_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \times \text{Meq de Cu}^{+2}$$

Donde:

Muestra: Solución de Sulfato de cobre pentahidratado ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) 0.1N

Alícuota de muestra utilizada para el Análisis = 10.0 mL de  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  0.1N

Se llevaron a cabo tres valoraciones:

#### **En la Primera Valoración:**

$$V_{1 \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = 8.90 \text{ mL}$$

FC = Factor de Corrección. Es la relación existente entre la concentración real y la concentración teórica de una solución.

Nota: La Solución Valorante de Tiosulfato de sodio 0.1N es un titrisol por lo que su factor de corrección es igual a uno ya que la solución se encuentra estandarizada y su concentración es exacta.

$$FC_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = \frac{\text{Normalidad Práctica}}{\text{Normalidad Teórica}} = \frac{0.1\text{N}}{0.1\text{N}} = 1.0$$

$$N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = 0.1\text{N}$$

$$\text{Peso Equivalente}_{\text{Cu}^{+2}} = \frac{\text{PesoMolecular}_{\text{Cu}^{+2}}}{\text{N}^\circ \text{ e intercambiabls}}$$



$$\text{Peso Equivalente}_{\text{Cu}^{+2}} = \frac{63.54\text{g/mol}}{1} = 63.54 \text{ g / L}$$

$$\text{meq}_{\text{Cu}^{+2}} = \frac{\text{PesoEquivalente}_{\text{Cu}^{+2}}}{1000}$$

$$\text{meq}_{\text{Cu}^{+2}} = \frac{63.54\text{g/L}}{1000} = 0.06354 \text{ g/mL}$$

$$\text{gramos de Cu}^{+2} \text{ en la alícuota} = (8.90\text{mL})(0.1\text{N})(1.0)(0.06354\text{g/mL})$$

$$\text{gramos de Cu}^{+2} \text{ en la alícuota} = \mathbf{0.05655 \text{ g de Cu}^{+2}}$$

Para comprobar que la valoración de  $\text{Cu}^{+2}$  es correcta, se puede partir de lo siguiente:

Al inicio se preparó 250.0 mL de Solución de  $\text{Cu}^{+2}$ , partiendo de la sal de Sulfato de Cobre pentahidratado (Ver Anexo N° 15):

PM  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = 339.68 \text{ g/mol}$

$N = 0.1$

339.68 g de  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  -----1N-----1000.0 mL

33.968 g de  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  -----0.1N-----1000.0 mL

8.492 g de  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  -----0.1N----- 250.0 mL

0.33968 g de  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  -----0.1N----- 10.0 mL (alícuota)

Por lo que:

**Peso Molecular**

**Peso Atómico**

339.68 g de  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  ----- 63.5 g de  $\text{Cu}^{+2}$  teóricos

0.33968 g de  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  ----- X

$X = 0.0635 \text{ g}$  de  $\text{Cu}^{+2}$  teóricos para la alícuota de 10.0 mL

**0.0635 g de  $\text{Cu}^{+2}$  0.1N, son los gramos teóricos** que se esperaba encontrar en la alícuota de 10.0 mL a valorar.

**0.05655 g de  $\text{Cu}^{+2}$  son los gramos experimentales** encontrados en al alícuota de 10.0 mL que se valoro.

Si se comparan los gramos obtenidos para  $\text{Cu}^{+2}$ , tanto teórico (0.0635 g de  $\text{Cu}^{+2}$ ) como experimental (0.05655 g de  $\text{Cu}^{+2}$ ) se puede observar que existe poca variación entre ambos, esto puede ser resultado de haber valorado un Titrisol ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0.1N) vrs una solución elaborada con cierto margen de error (Solución de  $\text{Cu}^{+2}$  0.1N).

### PUREZA DE LA MUESTRA

Teórico	Práctico
0.0635 g de $\text{Cu}^{+2}$ teóricos	0.05655 g de $\text{Cu}^{+2}$ experimentales
100 g	X

$$X = 89.055 \% \text{ de } \text{Cu}^{+2} \text{ 0.1N}$$

### Para la Segunda Valoración (Ver Cálculo para la primera valoración)

$$V_2 \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = 9.25 \text{ mL}$$

$$\text{gramos de } \text{Cu}^{+2} \text{ en la alícuota} = 0.05655 \text{ g de } \text{Cu}^{+2}$$

$$\text{Pureza de la muestra} = 92.55\% \text{ de } \text{Cu}^{+2} \text{ 0.1N}$$

### Para la Tercera Valoración (Ver Cálculo para la primera valoración)

$$V_3 \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = 9.60 \text{ mL}$$

$$\text{gramos de } \text{Cu}^{+2} \text{ en la alícuota} = 0.0609984 \text{ g de } \text{Cu}^{+2}$$

Pureza de la muestra = **96.06 % de Cu<sup>+2</sup> 0.1N**

Promedio de las tres valoraciones= (89.055% + 92.55% + 96.06%) / 3

= **92.55 % de Cu<sup>+2</sup> 0.1N**

Según el certificado de Calidad para el CuSO<sub>4</sub> de ChemDat The Merck 2007, la pureza de la sustancia en Análisis debe encontrarse entre el 99.0 -105.0% (Ver Anexo N° 17)

La pureza de la muestra se comparo con los porcentajes de pureza que rotula el Sulfato de cobre pentahidratado (CuSO<sub>4</sub> · 5H<sub>2</sub>O) 0.1N en el Certificado de Calidad que proporciona Merck.

Como analistas definimos un porcentaje de error de ± 1% esto debido a que se trabajo con reactivos que pueden ser catalogados como materias primas. El rango aceptable para este Análisis es de 98.0 -106.0%, el porcentaje promedio de **92.55%** obtenido se encuentra fuera del rango aceptado.

El resultado obtenido se encuentra fuera del rango establecido, esto puede deberse al error subjetivo, instrumental o a la calidad de las materia primas las cuales pudieron no estar en condiciones adecuadas de almacenamiento.

**Cuadro N° 19. Recopilación de los Métodos por Titulación desarrollados en la Parte Experimental y resultados obtenidos de la Cuantificación. (5,7,8,15)**

TIPO DE METODO	TITULANTE	INDICADOR	MUESTRA	% DE PUREZA DE LA MUESTRA SEGUN EL PROVEEDOR*	% DE PUREZA REAL	% DEL PROVEEDOR ± 1% DE ERROR **	% DE PUREZA DEL PROVEEDOR CONTRA RESULTADO REAL
1.ACIDO FUERTE-BASE FUERTE	NaOH 0.1N	Fenoltaleina al 1%	HCl 0.1N	37% como mínimo	37.11 %	36% como mínimo	PROVEEDOR: 36% como mínimo  REAL: 37.11 %
2. ACIDO DEBIL - BASE FUERTE	NaOH 0.1N	Fenoltaleina al 1%	CH <sub>3</sub> COOH 0.1N	99.8-100.5%	99.2 %	98.8- 101.5 %	PROVEEDOR: 98.8- 101.5 %  REAL: 99.2 %
3. METODO DE MORH	AgNO <sub>3</sub> 0.01N	Cromato de Potasio al 5%	NaCl; (Cl <sup>-</sup> ) 0.01N	99.0-100.5%	106.84 %	98.0- 101.5%	PROVEEDOR: 98.0- 101.5%  REAL: 106.84 %
4. METODO DE FAJANS	AgNO <sub>3</sub> 0.01N	2,7-Diclorofluoresceina al 1%	NaCl; (Cl <sup>-</sup> ) 0.01N	99.0-100.5%	98.53 %	98.0- 101.5%	PROVEEDOR: 98.0- 101.5%  REAL: 98.53 %

\* Ver Anexo N° 17. Certificados de Calidad

\*\* El 1% de error es asignado considerando que las muestras son reactivos catalogados como materias primas.

**Cuadro Nº 19. Continuación. (5,7,8,15)**

TIPO DE METODO	TITULANTE	INDICADOR	MUESTRA	% DE PUREZA DE LA MUESTRA SEGUN EL PROVEEDOR*	% DE PUREZA REAL	% DEL PROVEEDOR ± 1% DE ERROR **	% DE PUREZA DEL PROVEEDOR CONTRA RESULTADO REAL
5. METODO DIRECTO	EDTA 0.01M	Negro de eriocromo T (NET) al 1%	CaCO <sub>3</sub> ; (Ca <sup>+2</sup> ) 0.01M	98.5-100.5%	102.47 %	97.5 -101.5%	PROVEEDOR: 97.5 -101.5%  REAL: 102.47 %
6. METODO POR RETROCESO	EDTA 0.01M  ZnSO <sub>4</sub> 0.01M	Negro de eriocromo T (NET) al 1%	Al(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ; (Al <sup>+3</sup> )0.01M	>= 98.5 %	93.66 %	>= 97.5%	PROVEEDOR: >= 97.5%  REAL: 93.66 %
7.METODO CON AUTOINDICADOR	KMnO <sub>4</sub> 0.1N	KMnO <sub>4</sub> 0.1N	FeSO <sub>4</sub> ·7H <sub>2</sub> ; (Fe <sup>+2</sup> ) 0.1N	99.5-102.0 %	100.65%	98.5-103.0%	PROVEEDOR: 98.5-103.0%  REAL: 100.65%
8.METODO YODOMETRICO	Tiosulfato de Sodio 0.1N	Almidón al 1%	CuSO <sub>4</sub> · 5H <sub>2</sub> O; (Cu <sup>+2</sup> ) 0.1N	99.0-105.0 %	92.55%	98.0-106.0%	PROVEEDOR; 98.0-106.0%  REAL: 92.55%

\* Ver Anexo Nº 17. Certificados de Calidad

\*\* El 1% de error es asignado considerando que las muestras son reactivos catalogados como materias primas.

**CAPITULO VI  
CONCLUSIONES**

## 6.0 CONCLUSIONES

1. Conocer el Mecanismo de reacción de los Indicadores Químicos, permite al analista comprender los sucesos que ocurren durante una Valoración y determinar en que punto se presentó un error y poder aportar soluciones para corregirlo, a la vez permite conocer que cambios sufren las sustancias, de tal manera que los Métodos de Titulación no se desarrollan de forma mecánica sino que analítica.
2. El desarrollo de los Métodos por Titulación de tipo Acido-Base y de Oxido-Reducción, resultan factibles si se cuenta con equipos (pHmetro y Potenciómetro) en buenas condiciones y mantenimiento continuo (calibración).
3. Cada uno de los Métodos por Titulación poseen reacciones y características particulares como es el caso de los Indicadores, Titulantes, Patrones primarios y Analitos. Estos últimos se cuantifican según las propiedades físico-químicas que presenten como bases, ácidos, minerales o halógenos.
4. Los Indicadores Químicos, Patrones Primarios y la preparación correcta de los reactivos que intervienen en una Valoración Volumétrica constituyen un parámetro muy importante para asegurar una cuantificación correcta de los analitos.

5. Los Patrones primarios son sustancias de pureza conocida, que sirven como referencia de las demás sustancias. En las Valoraciones se utilizan para verificar la concentración de las Sustancias Valorantes.
6. Según el resultado de las encuestas dirigidas tanto a estudiantes universitarios como a profesionales que laboran en la Industria Farmacéutica, los Métodos Volumétricos con Indicadores Químicos que son frecuentemente utilizados son los Métodos de Titulación Ácido-Base y los Métodos de Titulación Complejométricos, esto debido a la naturaleza de las sustancias (ácidos, bases, minerales).
7. Al llevar a cabo los ocho Métodos de Titulación propuestos, los resultados del Método por precipitación fueron obtenidos en corto tiempo, contrario a los Métodos Complejométricos que resultaron complicados al demandar más tiempo en llevarse a cabo, los Métodos de Oxido-Reducción podrían presentar dificultades al no contar con un potenciómetro en condiciones óptimas y bien calibrados que proporcione un resultado exacto.
8. En la parte experimental se verificó que los Métodos de Titulación por Precipitación y de Oxido Reducción poseen aplicación práctica, a pesar que las personas encuestadas afirman no utilizarlos con frecuencia.

9. Se pudo comprobar experimentalmente que los Indicadores Químicos son parte esencial en el desarrollo de los Métodos Clásicos de Análisis por Titulación, ya que presentan un grado de sensibilidad al cambio de pH en el medio, lo que permite que cambien su estructura química, su transmisión de luz y generen un cambio de color en la solución y pueda así detectarse de manera visual el punto final de las valoraciones.
  
10. Los Indicadores sustitutos pueden utilizarse en caso de no contar con los Indicadores específicos indicados en el Método por Titulación, esto debido a que estos poseen características semejantes (el Punto Final es cercano al Punto de Equivalencia), sin embargo presentan diferente viraje de color y rango de pH en el Punto Final de las titulaciones.
  
11. Esta recopilación servirá para consulta, beneficiando a docentes, estudiantes y demás analistas en el conocimiento de las Reacciones Químicas y el uso adecuado de los Indicadores Químicos en los diferentes Métodos Clásicos de Análisis por Valoración.

**CAPITULO VII  
RECOMENDACIONES**

## 7.0 RECOMENDACIONES

1. Investigar las propiedades físicas y químicas que poseen los analitos, para determinar el Método Analítico de tipo volumétrico adecuado a utilizar, ya que éstos Métodos por Titulación nos brindan una alternativa económica, rápida y con resultados precisos.
2. Seleccionar los Indicadores Químicos a utilizarse en los Métodos de cuantificación de tipo Volumétrico, tomando como base las reacciones y las condiciones del medio que presenta este trabajo de Investigación.
3. Desarrollar los Métodos de cuantificación de tipo Volumétrico tomando en cuenta que los reactivos deben prepararse minuciosamente siguiendo las Buenas Prácticas de Laboratorio para evitar errores de tipo subjetivo o un accidente, así también los cálculos deben ser exactos para que la cuantificación sea correcta.

4. Realizar una investigación en la cual se compare el resultado de los Métodos de Titulación utilizando extractos Naturales obtenidos de vegetales, frutos y semillas, con los resultados de los Indicadores Químicos utilizados en el presente trabajo.
  
5. Ensayar los Métodos de Cuantificación de tipo volumétrico utilizando Indicadores Sustitutos o Extractos naturales, tomando en cuenta que la parte experimental del presente trabajo se llevo a cabo utilizando los Indicadores Químicos de uso frecuente.
  
6. Realizar un estudio más profundo sobre los Métodos Volumétricos de Precipitación y de Oxido-Reducción, ya que la población encuestada, tenía poco conocimiento sobre la aplicación de estos.

## BIBLIOGRAFIA

1. Alfaro Dubón S.A. y Otros. 2007. "Diseño de una Guía Práctica para la Preparación, Conservación y correcto uso de Soluciones Amortiguadoras". Trabajo de Graduación. Lic. en Química y Farmacia, Universidad de El Salvador.
2. Ayres. G. H. 1970. "Análisis Químico Cuantitativo". 2 ed. México. Ed. HARLA S.A. de C.V. 740 p.
3. Facultad de Química y Farmacia. 2004. Manual de Química Analítica II. Departamento de Análisis Químico e Instrumental. Universidad de El Salvador.
4. Franco Baires, G.R. y Otros. 2003. "Elaboración de una Guía Práctica para la preparación de Reactivos Químicos y Estándares de uso frecuente en el Análisis Químico". Trabajo de Graduación. Lic en Química y Farmacia, Universidad de El Salvador.
5. Fischer, R. B. 1970. "Análisis Químico Cuantitativo". 3 ed. México. Ed. Interamericana S.A. p 220-390.
6. Harris, DC. C2008. "Análisis Químico Cuantitativo". 2 ed. Correspondiente a la 5 ed Original Norteamericana. si. Ed. Reverté S.A. p 147-419.
7. Herrera Cornejo, J. R. y Otros. 2007. "Propuesta de un Indicador Vegetal Acido- Base a partir de las Flores de: Tecoma stans (San Andrés) y Jacaranda mimosifolia (Jacaranda)". Trabajo de Graduación. Lic en Química y Farmacia, Universidad de El Salvador.

8. López Garcíaguirre. M.A. 2005. "Métodos de Análisis Complejométrico para la cuantificación de minerales en fertilizantes" Trabajo de Graduación. Lic en Química y Farmacia, Universidad de El Salvador.
9. Merck. 2004. Indicadores: Productos de Laboratorio para la Práctica. Merck. Alemania.
10. Merritt, Paul E. 1965. "Quantitative Analysis". Ed. D.C. Heath and Company Boston. United States of America. 343 p.
11. Olson, Koch, Pimentel. 1975. "Introductory Quantitative Chemistry". 3 ed. Ed. Freeman. 470 p.
12. Reynolds, Charles A. 1970. "Principles of Analytical Chemistry. p.178-182, 150-152.
13. Skoog D A., y otros. 2001 "Química Analítica" 7 ed. Ed México D.F. Mc Graw-Hill Interamericana Editores S.A de C.V.
14. Willard, Furman, Howell. 1945. "Elementary Quantitative Analysis". 3 ed. 14<sup>o</sup> Printing. Ed. D.Van Nostrand Company. Inc.
15. Merck, Chemical Database 2007.
16. [http://es.wikiversity.org/wiki/Volumetr%C3%ADas\\_de\\_precipitaci%](http://es.wikiversity.org/wiki/Volumetr%C3%ADas_de_precipitaci%)
17. <http://www.uia.mx/campus/publicaciones/quimanal/pdf/5reaccionesneutralizacion.pdf>
18. <http://www.exp.uji.es/asignatura/obtener.php?letra=N&codigo=05&archivo=1076340997N05>
19. <http://medusa.unimet.edu.ve/quimica/fbqi01/labqui/b4titulacion.doc>

20. <http://www.uniovi.es/QFAnalitica/trans/quimFores/VALORACIONESACIDO-BASE04-05.ppt#256,1>
21. <http://www.monografias.com/trabajos5/aciba/aciba.shtml>
22. <http://html.rincondelvago.com/acides-y-basisidad.html>
23. <http://pservicios.qf.uclv.edu.cu/infolab/valoracionacidobase/teoria.html>
24. <http://platea.pntic.mec.es/cpalacio/acidobase2.htm>
25. <http://fresno.cnice.mecd.es/fgutie6/quimica2/ArchivosHTML>
26. [http://es.wikipedia.org/wiki/Indicador\\_\(qu%C3%ADmica\)](http://es.wikipedia.org/wiki/Indicador_(qu%C3%ADmica))
27. <http://www.canalsocial.net/GER/fichaGER.asp?id=10452&cat=quimica>
28. <http://www.geocities.com/ResearchTriangle/System/8440/cuantitativo/volhard.html>
29. <http://www.uia.mx/campus/publicaciones/quimanal/pdf/6reaccionesprecipitacion.pdf>
30. <http://www.heurema.com/QG7.htm>
31. <http://www.monografias.com/trabajos37/redox/redox.shtml>
32. <http://www.panreac.es/new/esp/fds/ESP/x131325.htm>

## **ANEXOS**

## **ANEXO N° 1**

**RANGO DE VIRAJE DE ALGUNOS INDICADORES QUIMICOS  
SEGÚN LA TEMPERATURA DEL MEDIO**

Tabla N° 1 Rango de viraje de algunos Indicadores Químicos según la Temperatura del Medio. (9)

INDICADOR	Rango de viraje a 18°C	Rango de viraje de 20-30°C	Rango de viraje a 100°C
Violeta de metilo	0.1 – 3.2	0.2 – 2.8	0.5 – 1.7
4-Dimetilaminoazobenceno	1.3 – 3.3	0.5 – 4.1	0.8 – 2.2
Anaranjado de metilo	3.1 – 4.4	1.9 – 2.9	2.5 – 3.7
Rojo de metilo	4.2 – 6.6	3.5 – 4.5	4.0 – 6.0
4-Nitrofenol	5.0 – 7.0	5.0 – 6.0	5.0 – 6.5
Rojo de fenol	6.8 – 8.4	7.8 – 8.2	7.3 – 8.3
Rojo de cresol	7.2 – 8.8	7.3 – 8.8	7.6 – 8.8
Fenolftaleina	8.3 – 10.0	8.2 – 9.5	8.1 – 9.0
Timolftaleina	9.3 - 10.3	8.2 - 10.0	8.8 - 9.5

## **ANEXO Nº 2**

### **RESUMEN DE TEORIAS DE ACIDOS Y BASES**

Tabla N° 2 Resumen de Teorías de Ácidos y Bases. (28)

<b>CONCEPTO</b> <b>TEORIA</b>	<b>ACIDO</b>	<b>BASE</b>	<b>NEUTRALIZACION</b>
<b>ARRHENIUS</b>	En Soluciones Acuosas producen iones H <sup>+</sup>	En Soluciones Acuosas producen iones OH <sup>-</sup>	Sal + H <sub>2</sub> O
<b>BRONSTED</b>	Donadores de Protones (H <sup>+</sup> )	Aceptores de Protones (H <sup>+</sup> )	Compuestos con Enlace Covalente Polar
<b>LEWIS</b>	Aceptores de Pares Electrónicos	Donadores de Pares Electrónicos	Enlace Covalente Coordinado

### **ANEXO N° 3**

INDICADORES ACIDO-BASE CON SU RESPECTIVO RANGO DE VIRAJE Y FORMA DE PREPARACIÓN.

Tabla N° 3 Indicadores Acido-Base con su respectivo Rango de Viraje y forma de preparación. (9)

Indicador	Rango de viraje cambio de color	Solución indicadora (obtención)	Emp
Verde malaquita, oxalato (C.I.42000)	0,0 – 2,0 amarillo verde azul	0,1 g en 100 ml agua	
Verde brillante (C.I.Nr. 42040)	0,0 – 2,6 amarillo verde	0,1 g en 100 ml agua	
Eosina amarillenta (C.I.Nr. 45380)	0,0 – 3,0 amarillo fluoresc verde	0,1 g en 100 ml agua	
Eritrosina B (C.I.Nr. 45430)	0,0 – 3,6 naranja rojo	0,1 g en 100 ml agua	
Verde metilo (C.I.Nr. 42590)	0,1 – 2,3 amarillo azul	0,1 g en 100 ml agua	
Violeta metilo (C.I.Nr. 42535)	0,1 – 2,7 amarillo violeta	0,1 g en 100 ml etanol (20%)	
Ác.pícrico (C.I.Nr. 10305)	0,2 – 1,0 incoloro amarillo	0,1 g en 100 ml etanol (70%)	
Rojo cresol	0,2 – 1,8 rojo amarillo	0,1 g en 100 ml etanol (20%) disolver 0,04 g en 1,05 ml sosa cáustica 0,1 mol/l y completar con agua a 100 ml	
Violeta cristal (C.I.Nr. 42555)	0,8 – 2,6 amarillo azul violeta	0,1 g en 100 ml etanol (70%)	
Púrpura m-cresol	1,2 – 2,8 rojo amarillo	0,04 g en 100 ml etanol (20%) ó disolver 0,04 g en 1,05 ml sosa cáustica 0,1 mol/l y completar a 100 ml con agua	
Azul timol	1,2 – 2,8 rojo amarillo	0,04 g en 100 ml etanol (20%) ó disolver 0,04 g en 0,86 ml de sosa cáustica 0,1 mol/l y completar a 100 ml agua	
Azul timol, sal sódica	1,2 – 2,8 violeta rojo marrón amarillo	0,1 g en 100 ml agua	
Azul p-xilenol	1,2 – 2,8 rojo amarillo	0,1 g en 100 ml etanol (50%) ó disolver 0,04 g en 0,98 ml sosa cáustica 0,1 mol/l y completar a 100 ml con agua	
2,2'2"4,4'-Pentametoxi-trifenilcarbinol	1,2 – 3,2 rojo incoloro	0,1 g en 100 ml etanol (96%)	
Eosina azulada (C.I.Nr. 45400)	1,4 – 2,4 incoloro rosa fluorescente	0,1 g en 100 ml agua	
Rojo quinaldina	1,4 – 3,2 incoloro rosa	0,1 g en 100 ml etanol (60%)	
2,4-Dinitrofenol	2,8 – 4,7 incoloro amarillo	0,1 g en 100 ml etanol (70%)	
4-(Dimetilamino)-azobenceno	2,9 – 4,0 rojo amarillo naranja	0,1 – 0,5 g en 100 ml etanol (90%) 50 g	
Azul bromoclorofenol (C.I.Nr. 11020)	3,0 – 4,6 amarillo azul violeta	0,1 g en 100 ml etanol (20%) ó disolver 0,04 g en 0,69 ml sosa cáustica	
Azul bromofenol	3,0 – 4,6 amarillo azul violeta	0,1 g en 100 ml etanol (20%) ó diso 0,4 g en 0,6 ml sosa cáustica	
Azul bromofenol, sal sódica	3,0 – 4,6 amarillo verde azul violeta	0,1 mol/l y completar y 100 ml con agua 0,05 g en 100 ml agua	

Tabla Nº 3. Continuación (9)

Indicador	Rango de viraje cambio de color		Solución indicadora obtención
Rojo Congo (C.I.Nr. 22120)	3,0 azul	– 5,2 amarillo	0,2 g en 100 ml agua
Anaranjado metilo	3,1 rojo amarillo	– 4,4 naranja	0,04 g en 100 ml etanol (20%) ó 0,04 g en 100 ml agua
Anaranjado metilo, solución			
Indicador mixto 4,5 sg. Mortimer	4,3 rojo	– 5,2 azul	
Verde bromocresol	3,8 amarillo	– 5,4 azul	0,1 g en 100 ml etanol (20%) ó disolver 0,04 g en 0,58 ml sosa cáustica 0,1 mol/l y completar a 100 ml con agua
Verde bromocresol, sal sódica	3,8 amarillo verde	– 5,4 azul	0,1 g en 100 ml agua
2,5-Dinitrofenol	4,0 incolore	– 5,8 amarillo	0,05 – 0,1 g en 100 ml etanol (70%)
Rojo metilo	4,4 rojo	– 6,2 amarillo naranja	0,1 g en 100 ml etanol (96%)
Rojo metilo, sal sódica (C.I.Nr. 13020)	4,4 rojo	– 6,2 amarillo naranja	
Indicador mixto 5	4,4 rojo violeta	– 5,8 verde	
Rojo clorofenol	4,8 amarillo	– 6,4 púrpura	0,1 g en 100 ml etanol (20%) ó disolver 0,04 g en 0,4 ml sosa cáustica 0,1 mol/l y completar a 100 ml con agua
Púrpura bromocresol	5,2 amarillo	– 6,8 púrpura	0,1 g en 100 ml etanol (20%) ó disolver 0,04 g en 0,74 ml sosa cáustica 0,1 mol/l y completar a 100 ml con agua
Rojo bromofenol	5,2 naranja amar.	– 6,8 púrpura	0,1 g en 100 ml etanol (20%) ó disolver 0,04 g en 0,94 ml sosa cáustica 0,1 mol/l y completar con agua a 100 ml
4-Nitrofenol	5,4 incolore	– 7,5 amarillo	0,2 g en 100 ml etanol (96%) ó disolver 0,08 g en 0,74 ml sosa cáustica 0,1 mol/l y completar con agua a 100 ml
Azul bromoxilenol	5,7 amarillo	– 7,5 azul	0,1 g en 100 ml etanol (96%)
Azul bromotimol, sal sódica	5,8 amarillo	– 7,6 azul	0,1 g en 100 ml agua
Azul bromotimol	6,0 amarillo	– 7,6 azul	0,1 g en 100 ml etanol (20%) ó disolver 0,04 g en 0,64 ml sosa cáustica 0,1 mol/l y completar con agua a 100 ml
Rojo fenol	6,4 amarillo	– 8,2 rojo violeta	0,1 g en 100 ml etanol (20%) ó disolver 0,04 g en 1,13 ml sosa cáustica 0,1 mol/l y completar con agua a 100 ml
3-Nitrofenol	6,6 incolore	– 8,6 amarillo naranja	0,3 g en 100 ml etanol (96%) 0,08 g en 100 ml agua ó disolver
Rojo cresol	7,0 naranja	– 8,8 púrpura	0,1 g en 100 ml etanol (50%) ó disolver 0,04 g en 1,05 ml sosa cáustica 0,1 mol/l y completar con agua a 100 ml
Azul timol, sal sódica	7,8 verde amarillo	– 9,5 azul	0,1 g en 100 ml agua

Tabla N° 3. Continuación.(9)

Indicador	Rango de viraje	Solución indicadora	E
1-Naftoltaleína	7,1 - 8,3 parduzco azul verde	0,1 g en 100 ml etanol (96%)	
Púrpura m-cresol	7,4 - 9,0 amarillo púrpura	0,04 g en 100 ml etanol (20%) ó disolver 0,04 g en 1,05 ml sosa cáustica 0,1 mol/l y completar con agua a 100 ml	
Azul timol	8,0 - 9,6 amarillo azul	0,04 g en 100 ml etanol (20%) ó disolver 0,04 g 0,86 ml sosa cáustica 0,1 mol/l y completar con agua a 100 ml	
Azul p-xilenol	8,0 - 9,6 amarillo azul	0,04 g en 100 ml etanol (50%) ó disolver 0,04 g en 0,98 ml sosa cáustica 0,1 mol/l y completar con agua a 100 ml	
Fenoltaleína	8,2 - 9,8 inoloro rojo violeta	0,1 g en 100 ml etanol (96%)	
Fenoltaleína solución (1% en etanol)			2
Fenoltaleína solución (0,375% en metanol)			2
Timoltaleína	9,3 - 10,5 inoloro azul	0,1 g en 100 ml etanol (50%)	
Azul álcali (C.I.Nr. 42765)	9,4 - 14,0 violeta rosa	0,1 g en 100 ml etanol (96%)	
Amarillo alizarina GG (C.I.Nr. 14025)	10,0 - 12,1 amarillo pardo claro amarillo	0,1 g en 100 ml agua	
Amarillo titanio (C.I.Nr. 19450)	11,5 - 13,0 amarillo rojo	0,25 g en 100 ml etanol (20%)	
Indigocarmín (C.I.Nr. 73015)	11,5 - 13,0	0,1 g en 100 ml etanol (50%)	



#### **ANEXO Nº 4**

INDICADORES DE ABSORCIÓN Y SU CAMBIO DE COLOR CON  
DIFERENTES SUSTANCIAS VALORANTES Y VALORADAS.

Tabla N° 5 Indicadores de Absorción y su cambio de color con diferentes sustancias valorantes y valoradas. (9)

Indicador	Cambio de color		Valoración de	Con solución valorante:	Solución indicadora (obtención)
Rojo alizarina S	amarillo	rojo	SCN-	AgNO <sub>3</sub>	0,4 g – 1 g en 100 ml agua
Púrpura bromocresol	de violeta	verde azul	Cl-, Br-, SCN-	AgNO <sub>3</sub>	0,1 g en 1,85 ml sosa cáustica diluir 0,1 mol/l y completar con agua a 100 ml
Azul de bromofenol	verde amarillo	verde azul	Cl-, Br-, I-, Hg2+	AgNO <sub>3</sub>	diluir 0,1 g en 1,5 ml sosa cáustica 0,1 mol/l y completar con agua a 100 ml
Azul de bromotimol	incolore	azul	Cl-, Br-, I-, SCN-	AgNO <sub>3</sub>	0,1 g en 100 ml etanol (96%)
Quinina	amarillento	verde fluoresc.	Cl-, Br-, I-,	AgNO <sub>3</sub>	0,1 g en 100 ml etanol (96%)
Rojo de clorofenol	amarillo	violeta	Cl-, Br-	Hg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	diluir 0,1 g en 2,35 ml sosa cáustica; diluir 0,1 mol/l y completar con agua a
2',7'-dicloro-fluoresceína	amarillo verde	rosa fluoresc.	Cl-, Br-, I-	AgNO <sub>3</sub>	0,1 g en 100 ml etanol (70%)
5-(4-Dimetil-aminobenciliden)-rodanina	rojo violeta	azul pálido	Hg2+	Br-	0,03 g en 100 l acetona
Difenilamina	violeta	verde	Cl-, Br-, I-, SCN-*	AgNO <sub>3</sub>	1 g en 100 ml ácido sulfúrico (56%)
1,5-Difenil-carbazida	azul violeta	incolore	Hg2+, CN-	Cl-, Br-, AgNO <sub>3</sub>	0,1 g en 100 ml etanol (96%)
1,5-Difenil-carbazona	rojo	azul violeta	Cl-, Br-, I-, SCN-**	AgNO <sub>3</sub>	0,1 g en 100 ml etanol (96%)
Eosina azulada	rosa	azul rosa	Br-, I-	AgNO <sub>3</sub>	0,5 g en 100 ml agua
Eosina amarillenta	rosa	rojo violeta	Br-, I-, SCN-	AgNO <sub>3</sub>	0,5 g en 100 ml agua
Eritrosina B	naranja	rojo violeta	I-	AgNO <sub>3</sub>	0,2 g en 100 ml agua
Fluoresceína sódica (C.I.Nr. 45350)	verde fluoresc.	rosa	Cl-, I-	AgNO <sub>3</sub>	0,2 g en 100 ml agua
Indicador de Yodo	incolore	azul	I-, I <sub>2</sub>	p. ej. Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NaAsO <sub>2</sub>	
Rojo Congo	azul	rojo	Cl-, Br-, I-	AgNO <sub>3</sub>	0,1 g en 100 ml agua
Rojo metilo	rosa	amarillo	Zn2+	Fe(CN) <sub>6</sub> <sup>4-</sup>	0,1 g en 100 ml etanol
Rojo neutro	rojo violeta	naranja	Br-, I-	AgNO-	0,1 g en 100 ml etanol (70%)
Floxina B	naranja	rojo violeta	Br-, I-	AgNO-	0,1 g en 100 ml etanol (96%)
1-(2-Piridil-azo)-2-naftol	rojo violeta	verde pálido	I-, Cu 2+ Titriplex®III	AgNO <sub>3</sub> saturado en etanol (96%)	
Riboflavina	verdoso	amarillo fluoresc.	Ag+	SCN-	saturado en agua

e yodo o vanadato de HgCl<sub>2</sub>

## **ANEXO Nº 5**

**INDICADORES DE METALES ESPECÍFICOS CON SU RESPECTIVO  
VIRAJE DE COLOR A UN RANGO DETERMINADO DE PH Y SU  
FORMA DE PREPARACIÓN**

Tabla Nº 6 Indicadores de Metales específicos con su respectivo viraje de color a un rango determinado de pH y su forma de preparación. (9)

### ALUMINIO

Denominación	Solución indicadora	Viraje del indicador		Rango de pH
Ác.aurintricarbónico, sal amónica (Aluminón)	0,2 g en 100 ml agua	rojo	azul violeta	4,4
Cromazurol S (C.I.Nr. 43825)	0,1 – 0,4 g en 100 ml agua	violeta	amarillo	4,0
Eriocromocianina R (C.I.Nr. 43820)	0,1 – 0,4 g en 100 ml agua ó	púrpura	amarillo	5,0 – 6,0

### BARIO

Denominación	Solución indicadora	Viraje del indicador		Rango de pH
Ác. Alizarín-3-metilamino-N,N-diacético, dihidrato (Alizaríncomplexona)	0,5 g en 100 ml agua	azul	rojo	10,0
Negro de eriocromo T	0,05 – 0,5 g en 100 ml etanol (96%) ó trituración con NaCl 1:100	rojo	verde	10,5
Azul metilimol sal sódica	1,0 g en 100 ml etanol (96%) ó trituración con KNO <sub>3</sub> 1:100	azul	gris	10,0 – 11,0
Púrpura ftaleína (Metalftaleína)	0,1 g en 100 ml agua ó 0,1 g púrpura de ftaleína + 0,005 g rojo de metilo + 0,05 g verde naftol B en 100 ml agua y tratar con 1–2 ml amoniaco (25%)	rojo	rosa	10,5 – 11,0
Ác.rodizónico, sal disódica	1,0 g en 100 ml agua	azul violeta	amarillo	9,5

Tabla Nº 6. Continuación (9)

**BISMUTO**

Denominación	Solución indicadora	Viraje del indicador		Rango de pH
Violeta pirocatequina (Pirocatequinasulfonftaleína)	0,1 g en 100 ml agua	azul	amarillo	2,0 – 3,0
Ditizona (1,5-Difeniltiocarbazona)	0,025g – 0,05 g en 100 ml etanol (96%) ó metanol	rojo	verde	2,5 – 5,0
Azul metiltimol sal sódica	1,0 g en 100 ml etanol (96%) ó trituración con KNO <sub>3</sub> 1:100	azul	amarillo	1,0 – 3,0
1-(2-Piridilazo)-2-naftol(PAN)	0,01 – 0,1 g en 100 ml etanol (96%) ó saturado en etanol (96%)	rojo	amarillo	1,0 – 3,0
4-(2-Piridilazo)-resorcina sal monosódica (PAR)	0,05 – 0,2 g en 100 ml agua	rojo	amarillo	1,0 – 2,0
Rojo pirogalol	0,05 g en 100 ml etanol (50%)	rojo	naranja	2,0 – 3,0
Torina	0,5 g en 100 ml agua	rojo	amarillo	2,0 – 3,0
Anaranjado xilenol sal tetrasódica	0,1 g en 100 ml etanol (50%) ó trituración con KNO <sub>3</sub> 1:100	rojo	amarillo	1,0 – 3,0

**PLOMO**

Denominación	Solución indicadora	Viraje del indicador		Rango de pH
Ác.alizarin-3-metilamino- -N,N-diacético, dihidrato (Alizarincomplexona)	0,5 g en 100 ml agua	rojo	amarillo	4,1 – 4,3
Violeta pirocatequina (Pirocatequinasulfonftaleína)	0,1 g en 100 ml agua	azul	amarillo	5,5
Rojo bromopirogalol	0,05 g en 100 ml etanol (50%)	azul.violeta	rojo	5,0 – 6,0
1,5-Difenilcarbazona	0,2 g en 100 ml etanol (96%)	rojo	incoloro	4,5 – 6,5
Azul eriocromo SE (C.I.Nr. 16680)	0,1 – 4,0 g en 100 ml metanol (25%) ó tritur. con KCl 1:200 ó azul eriocromo SE: verde tritur. con indicador mixto NaCl: verde naftol B 200:1:1,7	rojo	azul	10,0
Negro eriocromo T	0,05 – 0,5 g en 100 ml etanol (96%) ó tritur. con NaCl 1:100	rojo	azul	10,0
Azul metiltimol sal sódica	1,0 g en 100 ml etanol (96%) ó tritur. con NaNO <sub>3</sub> 1:100	azul	amarillo	6,0
4-(2-Piridilazo)-resorcina sal monosódica (PAR)	0,05 – 0,2 g en 100 ml agua	rojo	amarillo	5,0 – 9,0
Rojo pirogalol	0,05 g en 100 ml etanol (50%)	violeta	rojo	5,0 – 6,0
Anaranjado xilenol sal tetrasódica	0,1 g en 100 ml etanol (50%) ó tritur. con KNO <sub>3</sub> 1:100	rojo violeta	amarillo	5,0 – 6,0

## **ANEXO Nº 6**

INDICADORES REDOX CON SUS CAMBIOS DE COLOR HA  
DETERMINADO POTENCIAL NORMAL.

Tabla N° 7 Indicadores REDOX con sus cambios de color ha determinado  
Potencial Normal. (2)

INDICADOR	COLOR		E <sup>0</sup> , V
	REDUCIDO	OXIDADO	
Tripiridina dicloruro de rutenio	Incoloro	Amarillo	+1,33
5-Nitro-1,10-fenantrolina ferrosa (nitroferroina)	Rojo	Azul	1,25
p-Nitrofenilamina	Incoloro	Violeta	1,06
1,10-Fenantrolina ferrosa (Ferroina)	Rojo	Azul	1,06
5-Metil-1,10-fenantrolina sulfonato ferroso	Rojo	Azul	1,02
Erioglaucina A	Rojo	Verde	1,00
2,2'-Bipiridinosulfato ferroso	Rojo	Azul	0,97
Acido N,N'-tetrametilbencidina-3-sulfonico	Incoloro	Amarillo	0,88
Acido difenilamino sulfonico	Incoloro	Violeta	0,84
Sulfonato de 3,3'-dimetilnaftadina	Incoloro	Rojo purpúreo	0,80
Difenilamina	Incoloro	Violeta	0,76
3,3'-Dimetilnaftadina	Incoloro	Rojo purpúreo	0,71
1-Naftol-2-acido sulfonico indofenol	Incoloro	Rojo	0,54
Azul de Metileno	Incoloro	Verde Azulado	0,36
Fenosafranina	Incoloro	Azul	0,28
Indigo monosulfonato	Incoloro	Azul	0,26

## **ANEXO N° 7**

**MÉTODOS CLÁSICOS POR TITULACIÓN UTILIZADOS  
FRECUENTEMENTE EN LA CUANTIFICACIÓN DE LAS  
SUSTANCIAS.**

Tabla N° 8. Métodos Clásicos por Titulación utilizados frecuentemente en la cuantificación de las sustancias.<sup>(5,7,8)</sup>

MÉTODO	SUB-TIPO DE MÉTODO	TITULANTE	ANALITO	INDICADOR	VIRAJE DE COLOR
Titulaciones Acido-Base	Acido Fuerte-Base Fuerte	NaOH 0.1N	HCl 0.1 N	Fenolftaleina al 1%	Incoloro a Rosa
	Acido Débil-Base Fuerte	NaOH 0.1N	CH <sub>3</sub> COOH 0.1 N	Fenolftaleina al 1%	Incoloro a Rosa
Titulaciones por Precipitación	Método de Morh	AgNO <sub>3</sub> 0.01N	Cl <sup>-</sup> Aproximadamente 0.01 N	Sal de Cromato de Potasio al 5%	Precipitado Blanco a Precipitado Rojo Ladrillo
	Método de Fajans	AgNO <sub>3</sub> 0.01N	Cl <sup>-</sup> Aproximadamente 0.01 N	2', 7'-Diclorofluoresceína al 0.1 %	Amarillo verde a Rosado Fluorescente
Titulación Complejométrica	Titulación Directa	EDTA 0.1 M	Ca <sup>+2</sup> Aproximadamente 0.01 M	Negro de Eriocromo T (NET) al 1 %	Rojo a Azul
	Titulación por Retroceso	EDTA 0.1 M Sulfato de Zinc 0.1 M	Al <sup>+3</sup> Aproximadamente 0.01 M	Negro de Eriocromo T (NET) al 1%	Rojo a Azul
Titulación de Oxido-Reducción	Titulación Con KMnO <sub>4</sub>	KMnO <sub>4</sub> 0.1 N	Fe <sup>+3</sup> Aproximadamente 0.1 N	KMnO <sub>4</sub>	Incoloro a Rosado
	Titulación Yodométrica	Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0.1 N	Cu <sup>+2</sup> Aproximadamente 0.1	Almidón al 1%	Azul a Incoloro

## **ANEXO N° 8**

### **PREPARACIÓN DE LOS INDICADORES ESPECÍFICOS Y SUSTITUTOS**

**TABLA Nº 9. PREPARACIÓN DE LOS INDICADORES ESPECIFICOS** (8)

INDICADORES ESPECIFICOS	PREPARACION
<b>Fenolftaleína al 1%</b>	Pesar en un beaker de 50 mL, 1.0 g de Fenolftaleína empleando balanza semianalitica. Añadir 25 mL de Etanol al 96% y agitar hasta disolver completamente. Transferir a un frasco volumétrico de 100.00 mL, lavar el beaker con etanol y transferir al frasco volumétrico, aforar a la marca de 100.0 mL con etanol al 96% y homogenizar. Envasar en frasco ámbar y etiquetar. (8)
<b>Sal de Cromato de Potasio al 5 %</b>	Pesar 5.0g de cristales de Cromato de Potasio empleando balanza Semianalitica. Disolver los cristales en suficiente cantidad de Agua Destilada, agitando constantemente. Transferir a un frasco volumétrico de 100.0 mL, lavar el beaker con Agua Destilada y transferir los lavados al frasco volumétrico, aforar a la marca de 100.0 mL con Agua Destilada y Homogenizar. Envasar en frasco ámbar y Etiquetar.(9)
<b>2', 7'- Diclorofluoresceína al 0.1%</b>	Pesar 0.1 g de 2', 7'-Diclorofluoresceína empleando balanza Semianalitica. Añadir 25 mL de Etanol 70% y agitar hasta disolver completamente. Transferir a un frasco volumétrico de 100 mL, lavar el beaker con Etanol 70% y transferir al frasco volumétrico, aforar a la marca de 100.0 mL con Etanol 70 % y Homogenizar. Envasar en frasco ámbar y Etiquetar.(9)
<b>Negro de Eriocromo T (NET) al 1%</b>	Pesar 1.0 g de Negro de Eriocromo T (NET) y disolver en Etanol 96%, añadir 75 mL de Trietanolamina, agitar. Envasar en frasco ámbar y Etiquetar. (4)

**TABLA Nº 9. Continuación** (8)

INDICADOR ESPECIFICO	PREPARACION
<b>KMnO<sub>4</sub> 0.1 N</b> <b>Viraje de color:</b> morado a incoloro	Pesar cuidadosamente 3.16 g de la sal 100 % pura en un beaker adecuado. Disolver la sal en una pequeña cantidad de agua destilada ebulviendo. Transferir a un balón volumétrico de un litro y lavar el beaker arrastrando residuos, añadir al balón y llevar a volumen. Homogenizar envasar en frasco ámbar y rotular. (4)
<b>Almidón al 1%</b> <b>Viraje de color:</b> Azul a incoloro	Pesar 1.0 g de Almidón Soluble. Medir una pequeña cantidad de agua destilada y agregar con agitación hasta formar una pasta. Agregar la mezcla formada con agitación continua a 100 mL de agua en ebullición. Hervir durante un minuto y dejar enfriar; en el caso de no utilizar inmediatamente la solución, agregar 2.3 g de Yoduro de Potasio, el cual sirve como preservante. Almacenar en un frasco bien cerrado. Etiquetar. (4)

**TABLA N° 9. PREPARACION DE INDICADORES SUSTITUTOS <sup>(8)</sup>**

INDICADORES SUSTITUTOS	PREPARACION
<b>Azul Timol</b> (8.0-9.6) amarillo-azul	a) Pesar en un beaker de 50 mL, 0.04 g de Azul timol empleando balanza Semianalitica. Añadir 25 mL de etanol al 20% y agitar hasta disolver completamente. Transferir a un frasco volumétrico de 100.0 mL, lavar el beaker con Etanol y transferir al frasco volumétrico, aforar a la marca de 100.0 mL con etanol y Homogenizar. Envasar en frasco ámbar y Etiquetar.(8)  b) Pesar en un beaker de 50 mL, 0.04 g de Azul timol empleando balanza Semianalitica. Añadir 0.86 mL de Sosa cáustica 0.1M y disolver. Transferir a un frasco volumétrico de 100.0 mL, lavar el beaker con agua libre de CO <sub>2</sub> y transferir al frasco volumétrico, aforar a la marca de 100.0 mL con Agua libre de CO <sub>2</sub> y Homogenizar. Envasar en frasco plástico y Etiquetar.(8)
<b>Azul Timol, sal sódica</b> (7.8-9.5) verde amarillo-azul	a) Pesar en un beaker de 50 mL, 0.1 g de Azul timol sal sódica, empleando balanza Semianalitica. Añadir 25 mL de etanol al 50% y agitar hasta disolver completamente. Transferir a un frasco volumétrico de 100.0 mL, lavar el beaker con etanol y transferir al frasco volumétrico, aforar a la marca de 100.0 mL con etanol y Homogenizar. Envasar en frasco ámbar y Etiquetar.(8)
<b>Rojo Cresol</b> (7.0-8.8) naranja-púrpura	a) Pesar en un beaker de 50 mL, 0.1g de Rojo Cresol empleando balanza Semianalitica. Añadir 25 mL de etanol al 50% y agitar hasta disolver completamente. Transferir a un frasco volumétrico de 100.0 mL, lavar el beaker con etanol y transferir al frasco volumétrico, aforar a la marca de 100.0 mL con etanol y Homogenizar. Envasar en frasco ámbar y Etiquetar.(8)
<b>Púrpura m-cresol</b> (7.4-9.0) amarillo-púrpura	a) Pesar en un beaker de 50 mL, 0.04 g de Púrpura m-cresol empleando balanza Semianalitica. Añadir 25 mL de etanol al 20% y agitar hasta disolver completamente. Transferir a un frasco volumétrico de 100.0 mL, lavar el beaker con Etanol y transferir al frasco volumétrico, aforar a la marca de 100.0 mL con etanol y Homogenizar. Envasar en frasco ámbar y Etiquetar.(8)

**TABLA Nº 9. Continuación. (8)**

INDICADORES SUSTITUTOS	PREPARACION
<p><b>Anaranjado de Metilo</b> (3.1- 4.4) Rojo amarillo-naranja</p>	<p>a) Pesar en un beaker de 50 mL, 0.04 g de Anaranjado de metilo empleando balanza analítica. Añadir 25 mL de agua destilada y agitar hasta disolver completamente. Transferir a un frasco volumétrico de 100.0 mL, lavar el beaker con agua destilada y transferir al frasco volumétrico, aforar a la marca de 100.0 mL y Homogenizar. Envasar en frasco ámbar y Etiquetar.(8)</p> <p>b) Pesar en un beaker de 50 mL, 0.04 g de Anaranjado de metilo, empleando balanza analítica. Añadir 25 mL de agua destilada y agitar hasta disolver completamente. Transferir a un frasco volumétrico de 100.0 mL, lavar el beaker con agua destilada y transferir al frasco volumétrico, aforar a la marca de 100.0 mL y Homogenizar. Envasar en frasco ámbar y Etiquetar.(8)</p>
<p><b>Rojo Congo</b> (3.0-5.2) Azul-amarillo</p>	<p>a) Pesar en un beaker de 50 mL, 0.2 g de Rojo congo, empleando balanza analítica. Añadir 25 mL de agua destilada y agitar hasta disolver completamente. Transferir a un frasco volumétrico de 100.0 mL, lavar el beaker con agua destilada y transferir al frasco volumétrico, aforar a la marca de 100.0 mL y Homogenizar. Envasar en frasco ámbar y Etiquetar.(8)</p>
<p><b>Verde de Bromocresol</b> (3.8-5.4) Amarillo-azul</p>	<p>a) Pesar en un beaker de 50 mL, 0.1 g de Verde de bromocresol, empleando balanza Semianalitica. Añadir 25 mL de etanol al 20% y agitar hasta disolver completamente. Transferir a un frasco volumétrico de 100.0 mL, lavar el beaker con etanol y transferir al frasco volumétrico, aforar a la marca de 100.0 mL con etanol y Homogenizar. Envasar en frasco ámbar y Etiquetar.(8)</p>
<p><b>Azul Bromofenol</b> (3.0-4.6) amarillo-azul violeta</p>	<p>a) Pesar en un beaker de 50 mL, 0.1 g de Azul bromofenol, empleando balanza Semianalitica. Añadir 25 mL de etanol al 20% y agitar hasta disolver completamente. Transferir a un frasco volumétrico de 100.0 mL, lavar el beaker con etanol y transferir al frasco volumétrico, aforar a la marca de 100.0 mL con etanol y Homogenizar. Envasar en frasco ámbar y Etiquetar.(8)</p>

**TABLA Nº 9. Continuación. (8)**

INDICADORES SUSTITUTOS	PREPARACION
<p><b>Azul p-xilenol</b> (8.0-9.6) amarillo-azul</p>	<p>a) Pesar en un beaker de 50 mL, 0.04 g de Azul p-xilenol, empleando balanza Semianalitica. Añadir 25mL de etanol al 50% y agitar hasta disolver completamente. Transferir a un frasco volumétrico de 100.0 mL, lavar el beaker con Etanol y transferir al frasco volumétrico, aforar a la marca de 100.0 mL con etanol y Homogenizar. Envasar en frasco ámbar y Etiquetar.(8)</p> <p>b) Pesar en un beaker de 50 mL, 0.04 g de Azul timol empleando balanza Semianalitica. Añadir 0.98 mL de Sosa cáustica 0.1M y disolver. Transferir a un frasco volumétrico de 100.0 mL, lavar el beaker con agua libre de CO<sub>2</sub> y transferir al frasco volumétrico, aforar a la marca de 100.0 mL con Agua libre de CO<sub>2</sub> y Homogenizar. Envasar en frasco plástico y Etiquetar.(8)</p>
<p><b>2', 7'-Diclorofluoresceína</b> pH= 4.0 - 6.6 amarillo verde a rosado fluorescente</p>	<p>a) Pesar en un beaker de 50 mL, 1.0 g de 2', 7'-Diclorofluoresceína, empleando balanza Semianalitica. Añadir 25 mL de etanol al 96% y agitar hasta disolver completamente. Transferir a un frasco volumétrico de 100.0 mL, lavar el beaker con Etanol y transferir al frasco volumétrico, aforar a la marca de 100.0 mL con etanol y Homogenizar. Envasar en frasco ámbar y Etiquetar.(8)</p>
<p><b>Azul de Bromotimol</b> incoloro a azul Para la determinación de Cl<sup>-</sup>, Br<sup>-</sup>, I<sup>-</sup> y SCN<sup>-</sup></p>	<p>a) Pesar en un beaker de 50 mL, 0.1 g de Azul de bromotimol, empleando balanza Semianalitica. Añadir 25 mL de etanol al 96% y agitar hasta disolver completamente. Transferir a un frasco volumétrico de 100.0 mL, lavar el beaker con Etanol y transferir al frasco volumétrico, aforar a la marca de 100.0 mL con etanol y Homogenizar. Envasar en frasco ámbar y Etiquetar.(8)</p>
<p><b>Quinina</b> amarillento-verde fluorescente Para la determinación de Cl<sup>-</sup>, Br<sup>-</sup>, I<sup>-</sup></p>	<p>a) Pesar en un beaker de 50 mL, 0.1 g de quinina, empleando balanza Semianalitica. Añadir 25 mL de etanol al 96% y agitar hasta disolver completamente. Transferir a un frasco volumétrico de 100.0 mL, lavar el beaker con Etanol y transferir al frasco volumétrico, aforar a la marca de 100.0 mL con etanol y Homogenizar. Envasar en frasco ámbar y Etiquetar.(8)</p>

**TABLA Nº 9. Continuación. (8)**

INDICADORES SUSTITUTOS	PREPARACION
<p style="text-align: center;"><b>Fluoresceina Sódica</b> verde fluorescente-rosa</p> <p>Para la determinación de Cl<sup>-</sup>, I<sup>-</sup></p>	<p>a) Pesar en un beaker de 50 mL, 0.2 g de Fluoresceina Sódica, empleando balanza Semianalitica. Añadir 25 mL de Agua destilada y agitar hasta disolver completamente. Transferir a un frasco volumétrico de 100.0 mL, lavar el beaker con Agua destilada y transferir al frasco volumétrico, aforar a la marca de 100.0 mL con Agua destilada y Homogenizar. Envasar en frasco ámbar y Etiquetar.(8)</p>
<p style="text-align: center;"><b>Murexida</b> (Acido purpurico,sal amonica) pH = 10.0 rosa - violeta Para la determinación de Calcio</p> <p style="text-align: center;"><b>Murexida</b> (Acido purpurico,sal amonica) pH = 8.0 - 10.0 Amarillo - violeta Para la determinación de Cobalto</p> <p style="text-align: center;"><b>Murexida</b> (Acido purpurico,sal amonica) pH = 4.0 naranja a rojo Para la determinación de cobre</p> <p style="text-align: center;"><b>Murexida</b> (Acido purpurico,sal amonica) pH = 10.0 naranja a rojo Para la determinación de Manganeso</p> <p style="text-align: center;"><b>Murexida</b> (Acido purpurico,sal amonica) pH = 8.5 - 11.5 amarillo - púrpura Para la determinación de Níquel</p>	<p>a) Pesar en un beaker de 50 mL, 1.0 g de Murexida, empleando balanza Semianalitica. Añadir 25 mL de Agua destilada y agitar hasta disolver completamente. Transferir a un frasco volumétrico de 100.0 mL, lavar el beaker con Agua destilada y transferir al frasco volumétrico, aforar a la marca de 100.0 mL con Agua destilada y Homogenizar. Envasar en frasco ámbar y Etiquetar.(8)</p> <p>a) Pesar en un beaker de 50 mL, 1.0 g de Murexida, empleando balanza Semianalitica. Titruar la Murexida con sacarosa en una proporción 1:500.(8)</p>

**ANEXO Nº 9**

**TABLA PERIÓDICA DE LOS ELEMENTOS QUÍMICOS**

# Tabla de Isótopos Radioactivos Seleccionados

## Grupo IA

1	1.00794	H
14.023	26.9815	Li
0.08099	7.01603	Be
3	6.941	Li
9.01218	12.0107	Be

11	22.98977	Na
11.986	24.305	Mg
37.451	74.9216	K
0.907	1.00794	H

19	39.0983	K
103.2	137.327	Rb
138.3	171.934	K
0.866	1.00794	H

37	85.4678	Rb
91.224	137.327	K
1.533	1.00794	H

55	132.90545	Cs
94.4	137.327	Rb
1.87	1.00794	H

87	171.934	Rb
91.224	137.327	K
1.533	1.00794	H

90	232.0377	Th
238.02891	238.02891	U
11.01143	11.01143	Pa

91	231.03628	Pa
238.02891	238.02891	U
11.01143	11.01143	Pa

92	238.02891	U
238.02891	238.02891	U
11.01143	11.01143	Pa

93	237.04862	Pa
238.02891	238.02891	U
11.01143	11.01143	Pa

94	244.06422	Pu
244.06422	244.06422	Pu
11.01143	11.01143	Pa

95	243.06131	Am
243.06131	243.06131	Am
11.01143	11.01143	Pa

96	247.07031	Cm
247.07031	247.07031	Cm
11.01143	11.01143	Pa

97	251.07626	Bk
251.07626	251.07626	Bk
11.01143	11.01143	Pa

98	255.08322	Cf
255.08322	255.08322	Cf
11.01143	11.01143	Pa

99	262.10987	Es
262.10987	262.10987	Es
11.01143	11.01143	Pa

99	115.3304	Bi
115.3304	115.3304	Bi
115.3304	115.3304	Bi

82	208.98038	Pb
208.98038	208.98038	Pb
208.98038	208.98038	Pb

84	208.98038	Pb
208.98038	208.98038	Pb
208.98038	208.98038	Pb

86	223.01848	Rn
223.01848	223.01848	Rn
223.01848	223.01848	Rn

88	226.02541	Ra
226.02541	226.02541	Ra
226.02541	226.02541	Ra

90	232.0377	Th
232.0377	232.0377	Th
232.0377	232.0377	Th

Se ha indicado en color azul la masa atómica de los isótopos radioactivos más estables. La letra m indica un isótopo de un otro isótopo con el mismo número de masa. La vida media se expresa entre paréntesis, siendo s, min, h, d, y, respectivamente, segundos, minutos, horas, días y años. La tabla incluye principalmente los isótopos radioactivos de vida más larga; se han producido muchos otros. No están incluidos los isótopos subatómicamente radioactivos, pero con una media vida superior a 10<sup>10</sup> años. Los símbolos que describen la forma (o formas) principales de radioactividad son los siguientes (estos procesos en general van acompañados de radiación gamma):

α Emisión de partícula alfa  
β Emisión de partícula beta (electrón)  
β<sup>+</sup> Emisión de positrón  
EC Captura de electrón orbital  
IT Transición isomérica de un estado superior a uno inferior  
SF Fisión espontánea

α Emisión de partícula alfa  
β Emisión de partícula beta (electrón)  
β<sup>+</sup> Emisión de positrón  
EC Captura de electrón orbital  
IT Transición isomérica de un estado superior a uno inferior  
SF Fisión espontánea

α Emisión de partícula alfa  
β Emisión de partícula beta (electrón)  
β<sup>+</sup> Emisión de positrón  
EC Captura de electrón orbital  
IT Transición isomérica de un estado superior a uno inferior  
SF Fisión espontánea

α Emisión de partícula alfa  
β Emisión de partícula beta (electrón)  
β<sup>+</sup> Emisión de positrón  
EC Captura de electrón orbital  
IT Transición isomérica de un estado superior a uno inferior  
SF Fisión espontánea

α Emisión de partícula alfa  
β Emisión de partícula beta (electrón)  
β<sup>+</sup> Emisión de positrón  
EC Captura de electrón orbital  
IT Transición isomérica de un estado superior a uno inferior  
SF Fisión espontánea

**Clave**

Número atómico	1	1.00794	Protección (2)
Punto de ebullición, °C	-14.023	H	Valencia (la más estable)
Punto de fusión, °C	0.08099	H	Símbolo (1)
Densidad (g/cm <sup>3</sup> )	0.0899	H	Estructura electrónica

1<sup>+</sup> Hidrógeno

Nombre

METALES																	
NO METALES																	
HIDRÓGENO																	
HELIUM																	
LITIO																	
BERILIO																	
BORO																	
CARBONO																	
NITRÓGENO																	
OXÍGENO																	
FLUOR																	
NEÓN																	
SODIO																	
MAGNESIO																	
ALUMINIO																	
SILICIO																	
FOSFORO																	
AZUFRE																	
CLORO																	
ARGÓN																	
KALIO																	
CALCIO																	
SCANDIO																	
TITANIO																	
VANADIO																	
CROMO																	
MANGANESO																	
HIERRO																	
COBALTO																	
NÍQUEL																	
COPRE																	
ZINC																	
GALIO																	
GERMANIO																	
ARSENIO																	
SELENIO																	
BROMO																	
KRIPTÓN																	
RUBIDIO																	
ESTRONCIO																	
ITRIO																	
CERIO																	
PRASEODIMIO																	
NEODIMIO																	
PROMETIO																	
SAMARIO																	
EUROPIO																	
GADOLINIO																	
TERBIO																	
DYSPROMIO																	
HOLMIO																	
ERBIO																	
TULIO																	
YTERBIO																	
LUTECIO																	
HAFNIO																	
TANTALO																	
TUNGSTENO																	
RENO																	
RADIO																	
ACTINIO																	
FRANCIO																	
RADIOACTIVOS																	

58	140.12	Ce
59	140.9077	Pr
60	144.24	Nd
61	144.9126	Pm
62	150.36	Sm
63	151.96	Eu
64	157.25	Gd
65	158.9254	Tb
66	162.50	Dy
67	164.9304	Ho
68	167.26	Er
69	168.9342	Tm
70	173.04	Yb
71	174.967	Lu
90	232.0377	Th
91	231.03628	Pa
92	238.02891	U
93	237.04862	Pa
94	244.06422	Pu
95	243.06131	Am
96	247.07031	Cm
97	251.07626	Bk
98	255.08322	Cf
99	262.10987	Es
100	267.10372	Fm
101	268.10187	Md
102	269.10154	No
103	269.10154	Lw

(1) Verde = gaseoso; Azul = líquido; Negro = sólido; Naranja = preparado sintéticamente.  
(2) Formando como base el carbono 12.  
(3) El isótopo más estable o el más común.  
(3E) Anterior se refiere al estado gaseoso a 273 K y 1 atm y son dados en g/L.

TABLA LAMINADA, AUTORIZADA, HECHA EN MÉXICO Distribuidor para Centro América: Joaquín Méndez Barahona

Figura N° 38. Tabla Periódica de los Elementos Químicos

## **ANEXO Nº 10**

GRAFICA DE POTENCIAL DURANTE LA TITULACIÓN DE 50.0 mL DE  
 $\text{Fe}^{+2}$  0.1 M CON  $\text{Ce}^{+4}$  0.1 M

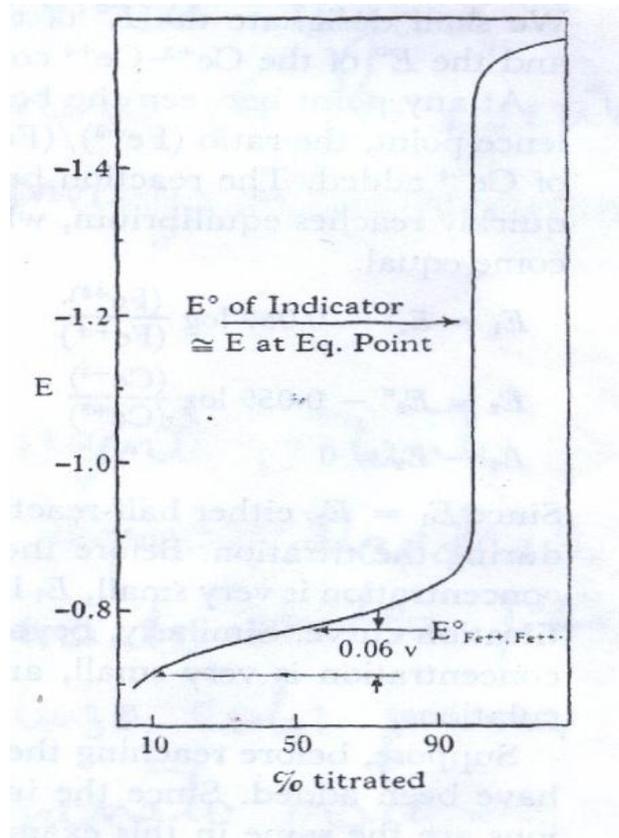


Figura N° 39. Gráfica de Potencial durante la titulación de 50.0 mL de  $Fe^{+2}$  0.1 M con  $Ce^{+4}$  0.1 M (11)

**ANEXO N° 11**

APARATO UTILIZADO PARA LLEVAR A CABO EL MÉTODO DE  
KJELDAHL

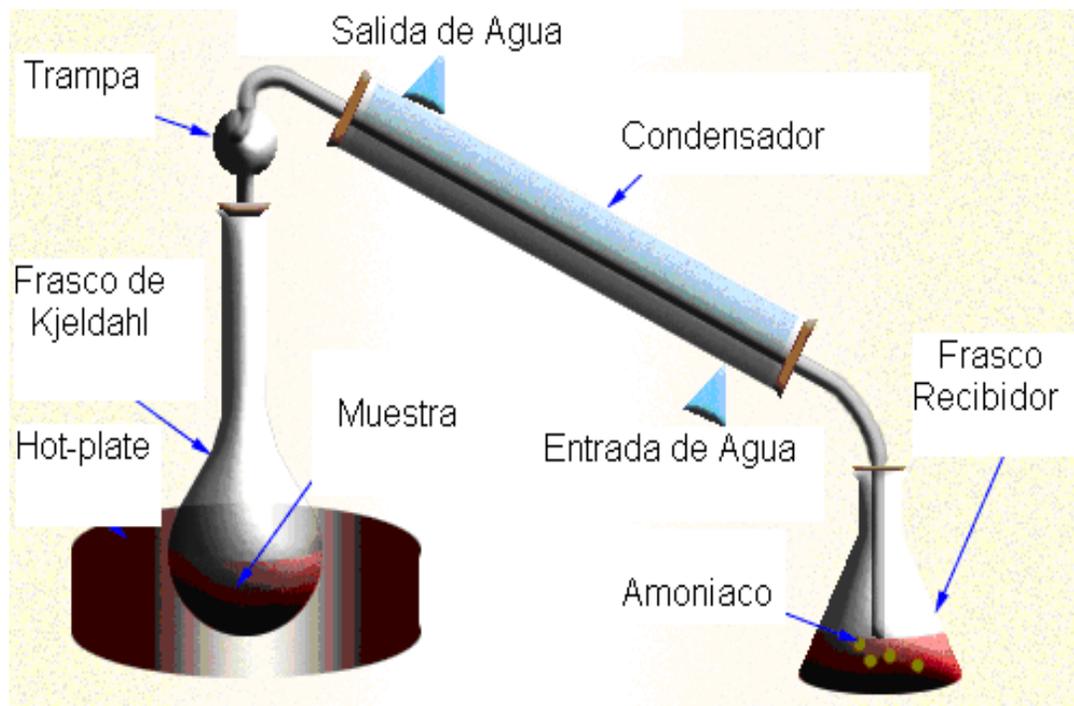


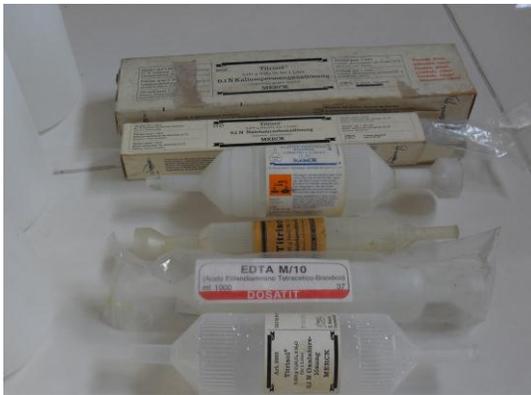
Figura N° 40. Aparato utilizado para llevar a cabo el Método de Kjeldahl. En la Figura Superior se encuentra el aparato para la Digestión y Destilación. En la Figura Inferior se observa el aparato de Valoración.

**ANEXO Nº 12**

MATERIAL PARA PREPARAR LOS REACTIVOS



**Figura N° 41.** Materiales utilizados para la preparación de los reactivos.



**Fig.N° 42.** Titrsoles utilizados para la preparación de reactivos.



**Fig. N° 43.** Preparación de Titrsoles.



**Fig. N°44.**Reactivos preparados para la realización de la parte experimental.

## **ANEXO Nº 13**

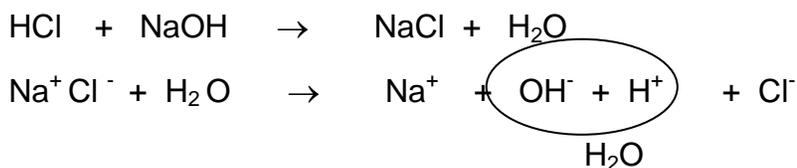
**CRITERIOS PARA LA SELECCIÓN DE INDICADORES EN LOS  
MÉTODOS CLÁSICOS DE VALORACIÓN**

## CRITERIOS PARA LA SELECCIÓN DE INDICADORES EN LOS MÉTODOS CLÁSICOS DE VALORACIÓN (2,6)

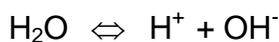
### - Determinación del punto de equivalencia y el pH de la solución en las Valoraciones Acido-Base (2,6)

Las Reacciones Químicas que ocurren en la valoración generan cierto valor de pH y El valor de pH en el Punto de Equivalencia permite seleccionar el Indicador cuyo intervalo de transición sea cercano a este, reduciéndose así el error de Titulación. A Continuación se presentan los cálculos para determinar el pH en El Punto de Equivalencia:

**CASO Nº 1:** La reacción Química ocasionada por una sal proveniente de un “Acido Fuerte” con una “Base Fuerte”. (2,6)



Tiende a la neutralización



$$K_w = \frac{[\text{H}^+][\text{OH}^-]}{[\text{H}_2\text{O}][\text{NaCl}]}$$

$$K_w = [\text{H}^+][\text{OH}^-]$$

$$K_h = K_w = 1 \times 10^{-14}$$

$$[\text{H}^+] = [\text{OH}^-]$$

$$[\text{H}^+]^2 = K_w$$

$$[H^+] = \sqrt{1 \times 10^{-14}}$$

$$[H^+] = 1 \times 10^{-7}$$

Para el Agua:

$$\text{pH} = -\log [H^+]$$

$$\text{pH} = -\log 1 \times 10^{-7}$$

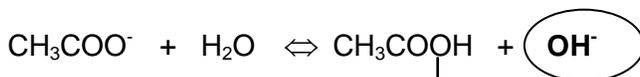
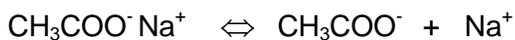
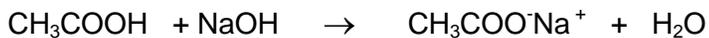
$$\text{pH} = 7$$

NOTA: Los electrolitos Fuertes se disocian completamente.

El pH de esta solución es neutro y cercano a 7 por lo tanto se utiliza un Indicador como la FENOLFTALEINA con un Intervalo de Transición entre 8.0-10.0.

El proceso da como resultado la producción de una sal y agua.

**CASO N° 2:** Hidrólisis ocasionada por una sal proveniente de un “**Acido Débil**” con una “**Base Fuerte**”. (2,6)



Los iones liberados  $\text{OH}^-$

Nos produce un **pH básico** en la Solución.

Acido débil que originó a la sal se regenera con el agua.

La K del Acido Fuerte, Base Débil que se esta regenerando y la K de disociación del Agua = Kh

$$K_h = \frac{[CH_3COOH][OH^-]}{[CH_3COO^-]} \qquad K_a = \frac{[H^+][A^-]}{[HA]}$$



$$K_a = \frac{[CH_3COO^-][H^+]}{[CH_3COOH]}$$

$$K_w = [H^+][OH^-]$$

$$K_h = \frac{[CH_3COOH][OH^-][H^+]}{[CH_3COO^-][H^+]}$$

$$K_h = \frac{1}{K_a} K_w$$

$$K_h = \frac{K_w}{K_a} = \frac{[OH^-]^2}{C_{Sal}}$$

Cuando una sal entra en contacto con el agua esta se disocia y la parte que proviene del electrolito débil, se hidroliza. La cantidad hidrolizable es muy pequeña sin embargo no es nula y esta se regenera al acido débil o base débil que había dado origen a la sal.

Cuando este acido se regenera a partir de la unión con el agua deja libres iones  $OH^-$  que le dan carácter básico a la solución.

La constante de hidrólisis ( $K_h$ ) dependerá directamente de la constante de ionización del agua e inversamente de la constante de acidez del ácido regenerado.

Como las concentraciones del ácido débil regenerado de los iones  $\text{OH}^-$  generados son iguales, las podemos deducir en la ecuación y en cuanto a la concentración del ion proveniente del ácido débil (Acetato) esta es insignificante a la par de la sal original por lo tanto diremos que la concentración del Acetato es igual a la concentración del Acetato de Sodio

Que se encontraba en la sal original.

$$[\text{OH}^-]^2 = \frac{K_w}{K_a} (C_{\text{Sal}})$$

Donde:

$$K_w = 1 \times 10^{-14}$$

$$K_a = 1 \times 10^{-5}$$

$$[\text{OH}^-] = \sqrt{\frac{1 \times 10^{-14}}{1.8 \times 10^{-5}} (0.1)}$$

$$[\text{OH}^-] = 7.45 \times 10^{-10}$$

$$\text{pOH} = -\log [\text{OH}^-]$$

$$\text{pOH} = -\log 7.45 \times 10^{-10}$$

$$\text{pOH} = 9.12$$

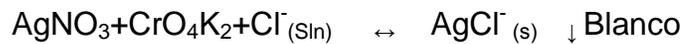
El pH de esta solución es básica por lo tanto se utiliza un Indicador como la FENOLFTALEINA con un Intervalo de Transición entre 8.0 - 10.0.

**- Reacciones de precipitación para determinar la solubilidad de los compuestos iónicos. (2,6)**

**METODO DE MORH (formación de un precipitado coloreado) (2,6)**

Titulación de ion Cloruro con ion Plata en la que se usa ion cromato como indicador. Las reacciones que se llevan a cabo son las siguientes:

Rx Titulación :



Rx Indicador:



En el equilibrio se tiene la solución que contiene  $(\text{Ag}^+) = (\text{Cl}^-) = 1.34 \times 10^{-5} \text{ M}$

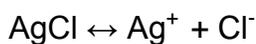
Las titulaciones de precipitación se basan en reacciones que forman compuestos iónicos de solubilidad restringidas.

Producto de solubilidad ( Kps )

Para electrolitos escasamente solubles en agua y totalmente disociados en solución acuosa saturada; el producto de solubilidad se define como la multiplicación de las concentraciones de los iones en equilibrio con el sólido.

- El producto de solubilidad permite predecir las condiciones de concentración para la precipitación cuantitativa, y el exceso necesario del ion precipitante.

- A partir del producto de solubilidad, se puede deducir el valor de la solubilidad de la sustancia.

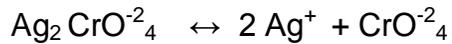


$$K_{ps} = (\text{Ag}^+) (\text{Cl}^-)$$

$$K_{ps} = S \times S = S^2 \text{ (Solubilidad)}$$

$$S = \sqrt{K_{ps}} = \sqrt{1.8 \times 10^{-10}}$$

$$S = 1.34 \times 10^{-5}$$



$$K_{ps} = (\text{Ag}^+)^2 (\text{CrO}_4^{2-})$$

$$K_{ps} = (2S)^2 \times (S) = 4S^3 \text{ (Solubilidad)}$$

$$S = \sqrt[3]{\frac{K_{ps}}{4}} = S = \sqrt[3]{\frac{1.3 \times 10^{-12}}{4}}$$

$$S = 6.85 \times 10^{-5}$$

Precipitará primero el más insoluble, el que necesita menor cantidad de reactivo precipitante para saturar la solución, en este caso precipitará primero el cloruro de plata ya que es el más insoluble y luego precipitará el Cromato de Plata cuando la concentración del ion Plata alcance un valor lo suficientemente grande como para exceder el producto de solubilidad del Cromato de Plata.

**METODO DE FAHANS** (indicadores coloreados de adsorción que se adhieren al precipitado que se forma) (2,6)

Este método consiste en la titulación de una muestra de cloruros, con una solución estándar de nitrato de plata ( $\text{AgNO}_3$  0.01N). En este método, se utiliza como indicador la fluoresceína, que es un ácido débil orgánico y halogenado (tiene cloro presente). Al comenzar la titulación, los iones plata atraen electromagnéticamente a los iones cloruro, de manera que estos forman la sal de cloruro de plata ( $\text{AgCl}$ )  $\text{Cl} + \text{Ag}^+$ . Al formarse la masa de cloruro de plata, los iones de plata siguen atrayendo a los iones cloruro, pero al momento en que ya no hay iones cloruro en solución, es decir, ya todos formaron cloruro de plata, dichos iones de plata, atraen a la fluoresceína (por los cloros de la molécula),

que en su estado normal es de color amarillo verdoso. La fluoresceína al ser atraída por los iones plata ( $\text{AgCl}$ )  $\text{Ag}^+$  (en exceso)  $\text{FI}^-$  ( $\text{AgCl}$ ) , se ve excitada, por lo tanto su coloración pasa a un color rosa; formando el Fluoresceinato de Plata  $\text{AgFI}(\text{AgCl})$ . Al darse esta coloración se infiere, que todos los iones cloruro han formado cloruro de plata. Por lo tanto, como la relación estequiométrica en el cloruro de plata es 1:1, se puede decir que los moles de plata consumidos son equivalentes a los moles de cloruros en solución.

Las reacciones que se llevan acabo son las siguientes:

EXCESO DE ION CLORURO:

( $\text{AgCl}$ )  $\text{Cl}^- + \text{FI}^-$  No hay Adsorción. Color amarillo

EXCESO DE ION PLATA:

( $\text{AgCl}$ )  $\text{Ag}^+ + \text{FI}^-$  ( $\text{AgCl}$ )  $\text{AgFI}$  Si hay Adsorción. nos produce Color Rosado

### **- Importancia del pH para las Reacciones Complejométricas. (2,6)**

En Complejometria es necesario comprender que el medio en el que se encuentre el Analito debe ser debidamente Amortiguado, para obtener un pH propicio en el que se desprendan los iones Hidrógenos del EDTA, necesarios para reaccionar con el Analito formando un complejo con mayor estabilidad que el complejo que se forma en un inicio entre el Analito y el Indicador.

Cuando se da la formación de un complejo (Metal-Indicador) y luego se sustituye por otro (Metal-EDTA), se observa el cambio de color del Indicador al pasar de un estado combinado a un estado iónico, esto determina el Punto Final de la Valoración.

Ver las diferentes formas en las que actúa el EDTA según el pH en la y Figura Nº 14 del Marco Teórico.

### **- Determinación del Potencial Eléctrico Generado en el Punto de Equivalencia en las Valoraciones de Oxido-Reducción. (2,6)**

A Continuación se presenta un ejemplo de cómo se debe calcular el Potencial de la Reacción entre el Analito y el Valorante en el Punto de Equivalencia.

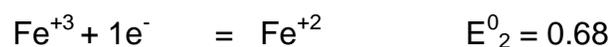
A partir de este Valor se selecciona un Indicador cuyo Potencial Eléctrico se encuentre en un rango cercano, al Potencial que se genera en la reacción de Equilibrio.

### **MÉTODO CON AUTOINDICADORES (KMnO<sub>4</sub>) (2,6)**

Cuando el número de electrones (e<sup>-</sup>) no es igual a 1 sucede lo siguiente:

Reacción de la Titulación:

A partir de las semi-reacciones:



Empleando la ecuación de Nerst:

$$E_1 = E_1^0 - (0.0591/5) \log (\text{Mn}^{+2}) / (\text{MnO}_4^-) (\text{H}^+)^8$$

$$E_2 = E_2^0 - (0.0591/1) \log (\text{Fe}^{+2}) / (\text{Fe}^{+3})$$

Eliminando denominadores se tiene:

$$E = E_2^0 - (0.0591/1) \log (\text{Fe}^{+2}) / (\text{Fe}^{+3})$$

$$5E = 5E_1^0 - 0.0591 \log (\text{Mn}^{+2}) / (\text{MnO}_4^-) (\text{H}^+)^8$$

$$\text{Sumando: } 6E = 5E_1^0 + E_2^0 - 0.0591 \log (\text{Fe}^{+2}) (\text{Mn}^{+2}) / (\text{Fe}^{+3}) (\text{MnO}_4^-) (\text{H}^+)^8$$

En base a la Ecuación General se obtiene que:

$$1/5 (\text{Fe}^{+3}) = (\text{Mn}^{+2})$$

$$1/5 (\text{Fe}^{+2}) = (\text{MnO}_4^-) \text{ de donde}$$

$$6E = (E_2^0 \text{Fe}^{+3} + 5E_{\text{MnO}_4^-}^0) - 0.0591 \log 5(\text{MnO}_4^-)(\text{Mn}^{+2}) / 5(\text{MnO}_4^-) (\text{Mn}^{+2}) (\text{H}^+)^8$$

Quedando:

$$6E = E_2^0 \text{Fe}^{+3} + 5E_{\text{MnO}_4^-}^0 - 0.0591 \log 1/ (\text{H}^+)^8$$

Despejando:

$$E = (E_2^0 \text{Fe}^{+3} + E_{\text{MnO}_4^-}^0 / 6) - (0.0591/6) \log 1/ (\text{H}^+)^8$$

Si  $(\text{H}^+) = 1 \text{ M}$  por lo tanto queda:

$$E = (E_2^0 \text{Fe}^{+3} + 5 E_{\text{MnO}_4^-}^0) / 6$$

$$E = 0.771 + 5 (1.51) / 6$$

$$E = (0.771 + 9.06) / 6$$

$$E = 9.831/6$$

$$E = 1.638 \text{ vltts}$$

## **ANEXO Nº 14**

**MODELO DE ENCUESTA UTILIZADA EN LA FASE EXPERIMENTAL**

## MODELO DE ENCUESTA UTILIZADA EN LA FASE EXPERIMENTAL

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR  
FACULTAD DE QUIMICA Y FARMACIA



**OBJETIVO:** Determinar que tipos de Métodos por Valoración son utilizados frecuentemente para la Cuantificación de Muestras en los Sitios en donde se realizan Análisis Químicos.

Lea las preguntas que a continuación aparecen y marque con una X las opciones que considere convenientes.

**Estudiantes** \_\_\_\_\_

**Profesionales** \_\_\_\_\_

1. ¿Utilizan Métodos Clásicos de Valoración de tipo Volumétrico para la cuantificación de muestras en su sitio de trabajo?

SI \_\_\_\_\_

NO \_\_\_\_\_

2. ¿Que Ventajas encuentra en la Aplicación de estos Métodos?

Precisos: \_\_\_\_\_ Rápidos: \_\_\_\_\_ Económicos: \_\_\_\_\_ Otros: \_\_\_\_\_

3. ¿Qué tipo de Muestras analiza frecuentemente?

Ácidos \_\_\_\_\_

Bases \_\_\_\_\_

Halógenos \_\_\_\_\_

Minerales \_\_\_\_\_

Otros \_\_\_\_\_ ¿Cuales? \_\_\_\_\_

4. ¿Qué reactivos utiliza frecuentemente como Valorantes?

Hidróxido de Sodio \_\_\_\_\_

Nitrato de Plata \_\_\_\_\_

Acido Etilendiaminotetracético (EDTA) \_\_\_\_\_

Permanganato de Potasio \_\_\_\_\_

Tiosulfato de Sodio \_\_\_\_\_

Otros \_\_\_\_\_ ¿Cuales? \_\_\_\_\_

5. ¿Qué Sustancias Químicas utiliza frecuentemente como Indicadores?

Fenolftaleína \_\_\_\_\_

Anaranjado de Metilo \_\_\_\_\_

Dicromato de potasio \_\_\_\_\_

Fluoresceína \_\_\_\_\_

Negro de Eriocromo (Net) \_\_\_\_\_

Murexida \_\_\_\_\_

Permanganato de Potasio \_\_\_\_\_

Almidón \_\_\_\_\_ ¿Cuales? \_\_\_\_\_

**ANEXO Nº 15**

CÁLCULOS Y PREPARACIÓN DE LOS REACTIVOS UTILIZADOS EN  
LA PARTE EXPERIMENTAL

## **PREPARACION DE LA SOLUCION ESTANDAR DE HIDROXIDO DE SODIO (NaOH) 0.1 N. <sup>(4)</sup>**

### **TECNICA DE PREPARACION DEL TITRISOL DE NaOH 0.1N:**

1. Colocar la ampolla de NaOH 0.1N en el cuello del balón volumétrico de 1000.0 mL. Perforar la membrana superior con una varilla de vidrio puntiaguda.
2. Posteriormente con la misma varilla perforar la membrana inferior y dejar caer el contenido de la ampolla sobre el balón volumétrico de 1000.0 mL
3. Sacar la varilla de vidrio lavándola con agua destilada a 20°C, luego de retirar la varilla, girar la ampolla y realizar enjuagues con agua destilada a la misma temperatura.
4. Llevar a volumen con agua destilada a 20°C, homogenizar, envasar en frasco plástico, y rotular.

NOTA: Todas las soluciones Valorantes a utilizar en la parte experimental son Titríssoles, ya estandarizados y de concentración exacta, mientras que las Soluciones Muestras y demás reactivos fueron preparados según los cálculos realizados.

## **CALCULOS Y PREPARACION DE LA SOLUCION MUESTRA DE ÁCIDO**

### **CLORHÍDRICO (HCl) 0.1 N <sup>(4)</sup>.**

PM del HCl = 36.46 g/mol de HCl

% Pureza del HCl = 37% p/p de HCl (g de HCl en g de solución)

$\rho$  de HCl= 1.19 g/mL

$$\text{Peso Equivalente}_{\text{HCl}} = \frac{\text{Peso Molecular}_{\text{HCl}}}{\text{N}^{\circ} \text{ de Hidrogenos sustituibles}}$$

$$\text{Peso Equivalente}_{\text{HCl}} = \frac{36.46 \text{ g/mol}}{1} = 36.46 \text{ g/L}$$

36.46 g de HCl ----- 1 N ----- 1000.0 mL

3.64 g de HCl ----- 0.1N ----- 1000.0 mL

**0.9115 g de HCl ----- 0.1N ----- 250.0 mL**

Calculo en base a la pureza del acido el cual se encuentra al 37 % p/p :

37.0 g de HCl -----100 g de solución

0.9115 g de HCl ----- X

X= 2.4635 g de HCl en solución

Para la preparación del reactivo se debe hacer la conversión de masa a volumen utilizando la siguiente formula:

$$\rho = m/v \quad v = m/\rho$$

Donde:

$\rho$  = densidad del HCl

m= masa del HCl

V= volumen de HCl

$$V = m/\rho$$

$$V = 2.4635 \text{ g de HCl} / (1.19 \text{ g/mL})$$

V= 2.07 mL de HCl concentrado para preparar 250 mL de solución 0.1 N.

## TECNICA PARA PREPARAR HCl 0.1 N:

1. **Trabajar en Cámara extractora de gases:** Adicionar 100 mL de agua destilada a un beaker de 250 mL y colocarlo en baño de hielo, seguidamente adicionar aproximadamente 2.07mL de Acido Clorhídrico concentrado, y agitar la solución cuidadosamente.
2. Transferir el contenido del beaker a un balón volumétrico de 250.0 mL y Llevar a volumen con agua destilada a temperatura ambiente.
3. Homogenizar, envasar en frasco de vidrio y rotular.

**NOTA: La preparación de la solución de Acido Clorhídrico 0.1N debe realizarse en cámara de extracción de gases, haciendo uso de medidas de seguridad para evitar quemaduras.**

## CALCULOS Y PREPARACION DE LA SOLUCION ÁCIDO ACETICO

### (CH<sub>3</sub>COOH) 0.1N <sup>(4)</sup>

PM del CH<sub>3</sub>COOH = 60.05 g/mol de CH<sub>3</sub>COOH

% Pureza del CH<sub>3</sub>COOH = 99.8% p/p (g de CH<sub>3</sub>COOH en g de solución)

$\rho$  del CH<sub>3</sub>COOH = 1.05 g/ mL

$$\text{Peso Equivalente}_{\text{CH}_3\text{COOH}} = \frac{\text{Peso Molecular}_{\text{CH}_3\text{COOH}}}{\text{N}^\circ \text{ de Hidrogenos del Acido}}$$

$$\text{Peso Equivalente}_{\text{CH}_3\text{COOH}} = \frac{60.05 \text{ g/mol}}{1} = 60.05 \text{ g/L}$$

60.05 g de CH<sub>3</sub>COOH ----- 1 N -----1000.0 mL

6.005 g de CH<sub>3</sub>COOH-----0.1 N-----1000.0 mL

**1.50125 g de CH<sub>3</sub>COOH-----0.1 N----- 250.0 mL**

Pureza del CH<sub>3</sub>COOH:

99.8 g de CH<sub>3</sub>COOH -----100 g de solución

1.50125 g de CH<sub>3</sub>COOH ----- X

**X = 1.504 g de CH<sub>3</sub>COOH**

$$\rho = m/v \quad v = m/\rho$$

Donde:

$\rho$  = densidad del CH<sub>3</sub>COOH

m= masa del CH<sub>3</sub>COOH

V= volumen del CH<sub>3</sub>COOH

$$v = m/\rho$$

V= 1.504 g de CH<sub>3</sub>COOH / (1.05 g/mL)

**V= 1.4326 mL de CH<sub>3</sub>COOH** glacial para preparar 250.0 mL de Solución 0.1N

#### **TECNICA DE PREPARACION DE CH<sub>3</sub>COOH 0.1 N:**

- 1. Trabajar en cámara extractora de gases:** Adicionar 100 mL de agua destilada a un beaker de 250 mL y colocarlo en baño de hielo, seguidamente adicionar aproximadamente 1.43 mL de Acido Acético Glacial, y agitar la solución cuidadosamente.

2. Transferir el contenido del beaker a un balón volumétrico de 250.0 mL y Llevar a volumen con agua destilada a temperatura ambiente.
3. Homogenizar, envasar en frasco de vidrio y rotular.

**NOTA: La preparación de la solución de Acido Acético 0.1 N debe realizarse en cámara de extracción de gases, haciendo uso de medidas de seguridad para evitar quemaduras.**

## **PREPARACION DE LA SOLUCIÓN ESTANDAR DE NITRATO DE PLATA**

**(AgNO<sub>3</sub>) 0.01 N <sup>(4)</sup>**

### **TECNICA DE PREPARACION DEL TITRISOL DE AgNO<sub>3</sub> 0.01N:**

Nota: La preparación de la solución Titulante se realizó a partir de un Titrisol de AgNO<sub>3</sub> 0.1N

1. Colocar la ampolla de AgNO<sub>3</sub> 0.1N en el cuello del balón volumétrico de 1000.0 mL. Perforar la membrana superior con una varilla de vidrio puntiaguda.
2. Posteriormente con la misma varilla perforar la membrana inferior y dejar caer el contenido de la ampolla sobre el balón volumétrico de 1000.0 mL
3. Sacar la varilla de vidrio lavándola con agua destilada a 20°C, luego de retirar la varilla, girar la ampolla y realizar enjuagues con agua destilada a la misma temperatura.

4. Llevar a volumen con agua destilada a 20°C, homogenizar, envasar en frasco de vidrio color ámbar y rotular. (AgNO<sub>3</sub> 0.1N)
5. Tomar 10.0 mL de esta solución (AgNO<sub>3</sub> 0.1N) con una pipeta volumétrica de 10.0 mL y transferir a un balón volumétrico de 1000.0 mL.
6. Llevar a volumen con agua destilada a 20°C, homogenizar, guardar en un frasco de vidrio color ámbar y rotular. (AgNO<sub>3</sub> 0.01N)

## **CALCULOS Y PREPARACION DE LA SOLUCION DE CLORURO DE SODIO**

**(NaCl) 0.01 N** <sup>(4)</sup>

PM de NaCl = 58.5 g/mol B

% Pureza de NaCl sólido = 100 %p/p de NaCl

$$\text{Peso Equivalente NaCl} = \frac{58.5 \text{ g/mol}}{1} = 58.5 \text{ g/L}$$

58.5 g de NaCl----- 1N ----- 1000.0 mL

5.85 g de NaCl----- 0.1N -----1000.0 mL

0.585 g de NaCl----- 0.01N -----1000.0 mL

**0.2925 g de NaCl----- 0.01N ----- 500.0 mL**

### **TECNICA EXPERIMENTAL PARA PREPARAR NaCl 0.01N :**

1. Pesar 0.2925 g de Cloruro de Sodio en balanza analítica, previamente secado a 105°C por dos horas en una estufa, dejar enfriar en un desecador y transferir en un beaker de 250 mL
2. Añadir 100 mL de agua destilada y agitar hasta su disolución.

3. Transferir el volumen de la mezcla a un balón de 500.0 mL y llevar a volumen con agua destilada a temperatura ambiente.
4. Homogenizar, Envasar y etiquetar. (4)

## **PREPARACION DE LA SOLUCION ESTANDAR DE ACIDO**

### **ETILENDIAMINOTETRACETICO (EDTA) 0.01M (4)**

#### **TECNICA PARA PREPARAR EL TITRISOL DE EDTA 0.01 M:**

Nota: La preparación de la solución Titulante se realizó a partir de un Titrisol de EDTA 0.1M

1. Colocar la ampolla de EDTA 0.1M en el cuello del balón volumétrico de 1000.0 mL. Perforar la membrana superior con una varilla de vidrio puntiaguda.
2. Posteriormente con la misma varilla perforar la membrana inferior y dejar caer el contenido de la ampolla sobre el balón volumétrico de 1000.0 mL
3. Sacar la varilla de vidrio lavándola con agua destilada a 20°C, luego de retirar la varilla, girar la ampolla y realizar enjuagues con agua destilada a la misma temperatura.
4. Llevar a volumen con agua destilada a 20°C, homogenizar, envasar en frasco de vidrio y rotular. (EDTA 0.1M)

5. Tomar 10.0 mL de esta solución (EDTA 0.1M) en una pipeta volumétrica de 10.0 mL y transferir a un balón volumétrico de 100.0 mL.
6. Llevar a volumen con agua destilada a 20°C, homogenizar, rotular y guardar en frasco de vidrio. (EDTA 0.01M).

### **CALCULOS Y PREPARACION DE LA SOLUCION DE CARBONATO DE**

#### **CALCIO (CaCO<sub>3</sub>) 0.01 M <sup>(4)</sup>**

PM CaCO<sub>3</sub> = 100.09 g /mol

M CaCO<sub>3</sub> = 0.01 M

100.09 g de CaCO<sub>3</sub>-----1M-----1000.0 mL

10.009 g de CaCO<sub>3</sub>-----0.1M-----1000.0 mL

**1.009 g de CaCO<sub>3</sub>-----0.01M-----1000.0 mL**

#### **TECNICA PARA PREPARAR CaCO<sub>3</sub> 0.01M:**

1. Pesar 1.0g de Carbonato de Calcio AR en balanza analítica. (previamente secado en estufa a 400°C por cuatro horas y enfriado en desecador con silica gel).
2. Colocarlo en un beaker de 100 mL y agregar 10 mL de Acido Clorhídrico 3N, agitar hasta disolver.
3. Transferir el contenido del beaker a un balón volumétrico de 1000.0 mL y Llevar a volumen con agua destilada a temperatura ambiente.

4. Homogenizar, envasar y rotular.

## **PREPARACION DE LA SOLUCION ESTANDAR DE SULFATO DE ZINC**

**(ZnSO<sub>4</sub>) 0.01M** <sup>(4)</sup>

### **TECNICA PARA PREPARAR EL TITRISOL DE ZnSO<sub>4</sub> 0.01M:**

Nota: La preparación de la solución Titulante se realizó a partir de un Titrisol de ZnSO<sub>4</sub> 0.1M

1. Colocar la ampolla de ZnSO<sub>4</sub> 0.1M en el cuello del balón volumétrico de 1000.0 mL. Perforar la membrana superior con una varilla de vidrio puntiaguda.
2. Posteriormente con la misma varilla perforar la membrana inferior y dejar caer el contenido de la ampolla sobre el balón volumétrico de 1000.0 mL
3. Sacar la varilla de vidrio lavándola con agua destilada a 20°C, luego de retirar la varilla, girar la ampolla y realizar enjuagues con agua destilada a la misma temperatura.
4. Llevar a volumen con agua destilada a 20°C, homogenizar, envasar en frasco de vidrio y rotular (ZnSO<sub>4</sub> 0.1M).
5. Tomar 10.0 mL de esta solución (ZnSO<sub>4</sub> 0.1M) en una pipeta volumétrica de 10.0 mL y transferir a un balón volumétrico de 100.0 mL.
6. Llevar a volumen con agua destilada a 20°C, homogenizar, envasar en frasco de vidrio y rotular (ZnSO<sub>4</sub> 0.01M).

## **CALCULOS Y PREPARACION DE LA SOLUCION DE NITRATO DE**

### **ALUMINIO $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 0.01 M <sup>(4)</sup>**

PM  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 = 150.98 \text{ g/mol}$

M de  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 = 0.01\text{M}$

150.98 g de  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  ----- 1M-----1000.0mL

15.098 g de  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  ----- 0.1M-----1000.0mL

1.5098 g de  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  -----0.01M----- 1000.0mL

**0.37745 g de  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  ----- 0.01M----- 250.0mL**

### **TÉCNICA PARA PREPARAR $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 0.01 M:**

1. Pesar 0.5325g de Nitrato de Aluminio en balanza analítica.
2. Colocarlo en un beaker de 150 mL y adicionar 50 mL de agua destilada, agitar hasta disolución.
3. Transferir el contenido del beaker a un balón volumétrico de 250.0 mL y llevar a volumen a temperatura ambiente, homogenizar, guardar y rotular.

## **PREPARACION DE LA SOLUCION ESTANDAR DE PERMANGANATO DE**

### **POTASIO ( $\text{KMnO}_4$ ) 0.1N <sup>(4)</sup>:**

#### **TECNICA PARA PREPARAR $\text{KMnO}_4$ 0.1N :**

1. Colocar la ampolla de  $\text{KMnO}_4$  0.1N en el cuello del balón volumétrico de 1000.0 mL. Perforar la membrana superior con una varilla de vidrio puntiaguda.

2. Posteriormente con la misma varilla perforar la membrana inferior y dejar caer el contenido de la ampolla sobre el balón volumétrico de 1000.0 mL
3. Sacar la varilla de vidrio lavándola con agua destilada a 20°C, luego de retirar la varilla, girar la ampolla y realizar enjuagues con agua destilada a la misma temperatura.
4. Llevar a volumen con agua destilada a 20°C, homogenizar, envasar en frasco de vidrio color ámbar y rotular (KMnO<sub>4</sub> 0.1N).

### CALCULOS Y PREPARACION DE LA SOLUCION DE SULFATO DE HIERRO

**(FeSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O) 0.1 N** <sup>(4)</sup>

PM FeSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O = 314.02 g/mol

N = 0.1

Peso Equivalente de FeSO<sub>4</sub> =  $\frac{\text{Peso Molecular}_{\text{Fe}^{+2}}}{\text{N}^{\circ} \text{ de e intercambiabes}}$

Fe<sup>+3</sup> + 1e<sup>-</sup>  $\longleftrightarrow$  Fe<sup>+2</sup>      El Fe<sup>+2</sup> tiene 1e<sup>-</sup> intercambiable

Peso Equivalente<sub>FeSO<sub>4</sub></sub> =  $\frac{314.02 \text{ g/mol}}{1} = 314.02 \text{ g/L}$

314.02 g de FeSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O-----1N----- 1000.0 mL

31.402 g de FeSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O-----0.1N-----1000.0 mL

**7.8505 g de FeSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O-----0.1N----- 250.0 mL**

### **TECNICA PARA PREPARAR $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 0.1 N :**

1. 7.85g de Sulfato de Hierro en balanza analítica.
2. Colocar en un beaker de 250 mL y adicionar 100 mL de agua destilada, agitar hasta disolución.
3. Transferir el contenido del beaker a un balón volumétrico de 250.0 mL y llevar a volumen, homogenizar, guardar y rotular.

### **PREPARACION DE LA SOLUCION ESTANDAR TIOSULFATO DE SODIO**

**$(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$  0.1N <sup>(4)</sup>**

### **TECNICA PARA PREPARAR EL TITRISOL DE TIOSULFATO DE SODIO**

**$(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$  0.1N:**

1. Colocar la ampolla de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0.1N en el cuello del balón volumétrico de 1000.0 mL. Perforar la membrana superior con una varilla de vidrio puntiaguda.
2. Posteriormente con la misma varilla perforar la membrana inferior y dejar caer el contenido de la ampolla sobre el balón volumétrico de 1000.0 mL
3. Sacar la varilla de vidrio lavándola con agua destilada a 20°C Libre de  $\text{CO}_2$ , luego de retirar la varilla, girar la ampolla y realizar enjuagues con agua destilada a la misma temperatura.

4. Llevar a volumen con agua destilada a 20°C libre de CO<sub>2</sub>, homogenizar, envasar en frasco de vidrio color ámbar y rotular (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0.1N)

### CALCULOS Y PREPARACION DE LA SOLUCION DE SULFATO DE COBRE

**(CuSO<sub>4</sub>·5H<sub>2</sub>O) 0.1 N** <sup>(4)</sup>

PM CuSO<sub>4</sub>·5H<sub>2</sub>O= 339.68 g/mol

N = 0.1

$$\text{Peso Equivalente}_{\text{CuSO}_4} = \frac{\text{PesoMolecular}_{\text{CuSO}_4}}{\text{N}^\circ \text{ e intercambiables}}$$



$$\text{Peso Equivalente}_{\text{CuSO}_4} = \frac{339.68 \text{ g/mol}}{1} = 339.68 \text{ g / L}$$

339.68 g de CuSO<sub>4</sub>·5H<sub>2</sub>O -----1N-----1000.0 mL

33.968 g de CuSO<sub>4</sub>·5H<sub>2</sub>O -----0.1N-----1000.0 mL

**8.49 g de CuSO<sub>4</sub>·5H<sub>2</sub>O -----0.1N----- 250.0 mL**

### TECNICA PARA PREPARAR CuSO<sub>4</sub>·5H<sub>2</sub>O 0.1 N :

1. En un beaker de 150 mL pesar 8.49g de Sulfato de Cobre en balanza analítica.
2. Adicionar 50 mL de agua destilada, agitar hasta disolución.
3. Transferir el contenido del beaker a un balón volumétrico de 250.0 mL y llevar a volumen a temperatura ambiente, homogenizar, guardar y rotular.

## CALCULOS Y PREPARACION DE LA SOLUCION ACIDO CLORHÍDRICO

**(HCl) 3 N** <sup>(4)</sup> (Nota: utilizado en la preparación del Carbonato de Calcio, sirve como disolvente).

$$PM_{\text{HCl}} = 36.46 \text{ g/mol}$$

$$\% \text{ Pureza}_{\text{HCl}} = 37\% \text{ p/p}$$

$$\rho = 1.19 \text{ g/mL}$$

$$\text{Peso Equivalente}_{\text{HCl}} = \frac{\text{Peso Molecular}_{\text{HCl}}}{\text{N}^\circ \text{ de Hidrogenos sustituyibles}}$$

$$\text{Peso Equivalente}_{\text{HCl}} = \frac{36.46 \text{ g/mol}}{1} = 36.46 \text{ g/L}$$

$$36.46 \text{ g de HCl} \text{ ----- } 1 \text{ N} \text{ ----- } 1000.0 \text{ L}$$

$$109.38 \text{ g de HCl} \text{ ----- } 3 \text{ N} \text{ ----- } 1000.0 \text{ L}$$

$$27.34 \text{ g de HCl} \text{ ----- } 3 \text{ N} \text{ ----- } 250.0 \text{ L}$$

$$37.0 \text{ g}_{\text{HCl}} \text{ ----- } 100 \text{ g de solución}$$

$$27.34 \text{ g}_{\text{HCl}} \text{ ----- } X$$

$$X = 73.89 \text{ g de HCl en solución}$$

$$\rho = m/v \quad v = m/\rho$$

Donde:

$$\rho = \text{Densidad}$$

$$M = \text{masa}$$

$$V = \text{volumen}$$

$$V = 73.89 \text{ g} / 1.19 \text{ g/mL}$$

$$V = 62.09 \text{ mL de HCl concentrado para preparar 250 mL de solución 3 N}$$

### **TECNICA PARA PREPARAR HCl 3N:**

- 1. Trabajar en Cámara extractora de gases:** Adicionar 150 mL de agua destilada a un beaker de 250 mL y colocarlo en baño de hielo, seguidamente con una bureta adicionar 62.09 mL de Acido Clorhídrico concentrado, y agitar la solución.
- 2.** Transferir el contenido del beaker a un balón volumétrico de 250.0 mL y llevar a volumen con agua destilada a temperatura ambiente.
- 3.** Homogenizar, envasar en frasco de vidrio y rotular. **NOTA: La preparación de la solución de Acido Clorhídrico 3N debe realizarse en cámara de extracción de gases, haciendo uso de medidas de seguridad para evitar quemaduras.**

### **SOLUCION BUFFER CLORURO DE AMONIO - HIDROXIDO DE AMONIO.<sup>(8)</sup> (BUFFER AMONIAL)**

#### **TECNICA PARA PREPARAR EL BUFFER AMONIAL:**

- 1. Trabajar en cámara extractora de gases:** Pesar en balanza analítica 67.5 g de Cloruro de Amonio y disolverlo en 570 mL de Amoniaco concentrado. Mezclar bien.
- 2.** Transferir a un balón volumétrico de 1000.0 mL. Llevar a volumen con agua libre de CO<sub>2</sub> a temperatura ambiente, Homogenizar. Envasar en frasco de plástico y rotular. **NOTA: La preparación de la solución Buffer debe realizarse en cámara de extracción de gases, haciendo uso de medidas de seguridad para evitar accidentes.**

**ANEXO Nº 16**

HOJA DE SEGURIDAD PARA EL MANEJO DEL NITRATO DE PLATA.

# HOJA DE SEGURIDAD PARA EL MANEJO DEL NITRATO DE PLATA. (32)



## HOJA DE DATOS DE SEGURIDAD

Dirección Nacional de Bomberos: 104  
Centro de Información y Asistencia Toxicológica: 1722  
Unidad Académica de Seguridad: 929 13 08

## NITRATO DE PLATA

### 1) IDENTIFICACIÓN DEL PRODUCTO

Sinónimos: Sal de plata (I)  
N° CAS: 7761-88-8  
Fórmula Química:  $\text{AgNO}_3$   
Peso fórmula: 169.87  
Aspecto: Cristales incoloros

### 2) IDENTIFICACIÓN DE PELIGROS

#### !! Puede provocar quemaduras graves !!

Puede causar severas quemaduras en los ojos (ojos de conejos: 1mg, efecto severo). Puede causar severas quemaduras en la piel. La ingestión puede causar quemaduras severas de la boca, garganta y estómago. La inhalación puede causar severas quemaduras de las membranas mucosas y las vías respiratorias superiores.

#### !! Peligro de fuego en contacto con sustancias inflamables !!

En contacto con productos combustibles puede provocar un incendio.

#### Incompatibilidades

Sustancias inflamables, agentes reductores fuertes, alcoholes, amoníaco, magnesio, bases fuertes. El  $\text{AgNO}_3$  es sensible a la luz.

### 3) CONTROL DE RIESGOS

#### Medidas de Prevención

- ✓ Mantener alejado de sustancias incompatibles.
- ✓ Conservar alejado de toda llama o fuente de chispas.
- ✓ No fumar en el laboratorio.
- ✓ Mantener el recipiente bien cerrado cuando no lo está usando y cuando lo transporta.
- ✓ Evitar el contacto con los ojos y la piel.
- ✓ No comer ni beber en el laboratorio.
- ✓ Lavar regularmente sus manos, especialmente antes de retirarse del laboratorio.

#### Medidas de Protección

- ✓ Usar lentes o gafas de seguridad (nadie queda eximido de su uso).
- ✓ Usar túnica (abrochada) y, si es posible, guantes de látex.
- ✓ No usar calzado abierto (sandalias, por ejemplo).
- ✓ Si es posible, trabajar en campana.

# HOJA DE SEGURIDAD PARA EL MANEJO DEL NITRATO DE PLATA.

Continuación (32)

## 4) ACTUACIÓN EN CASO DE EMERGENCIA

### Primeros Auxilios

Mantener la calma. Avisar inmediatamente al docente. Acudir inmediatamente a un médico.  
Las vías de exposición más probables son el contacto con la piel y los ojos.

#### Contacto con los ojos:

Lavar inmediatamente con un chorro suave pero abundante de agua, por lo menos durante 15 minutos, separando los párpados con los dedos (no permitir que la víctima cierre los ojos).

#### Contacto con la piel:

Lavar inmediatamente y abundantemente con agua, por lo menos durante 15 minutos, mientras se quita la ropa y zapatos contaminados. Lavar la ropa antes de usarla nuevamente.

#### Ingestión:

¡No inducir el vómito!

Si la persona está consciente, enjuagar la boca y dar de beber grandes cantidades de agua.

#### Inhalación:

Retirar a la víctima al aire fresco y mantenerla con calor e inmóvil.

### Incendios

Mantener la calma. Avisar inmediatamente al docente.

Usar polvo químico.

En caso de ser necesario, evacuar el laboratorio en forma ordenada y siguiendo las vías de escape señaladas. Una vez fuera del laboratorio, no regresar por ningún motivo.

### Derrames

Aislar el área. Eliminar todas las fuentes de ignición. Usar lentes o gafas de seguridad, guantes de látex y una mascarilla para polvos. Recoger y colocar en un recipiente apropiado los cristales cuidando de no dispersarlos en el aire. Tratar como un residuo. Ventilar y limpiar el área afectada con agua.

## 5) GESTIÓN DE RESIDUOS

Almacenar en un recipiente adecuado y correctamente señalado para su posterior recuperación. Si no es posible la recuperación del producto, precipitarlo como sulfuro por tratamiento con bisulfuro de amonio en medio ácido. Consultar los detalles de la técnica con el docente. Almacenar en un recipiente adecuado para su posterior enterramiento. No tirar por la piletta ya que el producto es tóxico para los organismos acuáticos (EC50 48h, Daphnia magna: 0.002mg/L).

## 6) OTRA INFORMACIÓN

La presente hoja de datos de seguridad contiene información acerca de los peligros de este producto químico y las medidas para controlar los riesgos originados en su utilización. Está dirigida a estudiantes de cursos prácticos con laboratorio donde se trabaja con productos químicos, con el objetivo de disminuir el riesgo de accidentes. Para el diseño de la misma se ha tomado información de fuentes que se consideran confiables y se ha adaptado dicha información a las características particulares de los laboratorios de enseñanza. Es intención que se lea este documento antes de asistir a clase y sólo como una guía para el manejo del producto con las precauciones apropiadas. Junto con este documento se suministra un ejercicio de autoevaluación, el cual se recomienda realizar antes de asistir a clase.

Esta hoja de datos de seguridad ha sido elaborada por la Unidad Académica de Seguridad de la Facultad de Química, en el marco del proyecto INFOLAB, del cual participó también el Centro de Educación Flexible del Departamento Estrella Campos de la Facultad de Química. La concreción de este proyecto fue posible gracias al apoyo económico de la Comisión Sectorial de Enseñanza de la Universidad de la República.

Fecha de elaboración: Mayo de 2004.

Información de revisión: Primera versión.

SDS N°036

Página 2 de 2

**ANEXO Nº 17**

CERTIFICADOS DE CALIDAD

# CERTIFICADO DE CALIDAD DEL ACIDO CLORHIDRICO. (15)

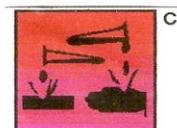


## Ficha de datos técnicos

**113386 Ácido clorhídrico fumante 37% p.a. max. 0,001 ppm Hg**

### Información general sobre producto:

Densidad: ~ 1.19 g/cm<sup>3</sup> (20 °C)  
Código HS: 28061000  
Categoría de almacenamiento: Almacenar entre +2°C y +25°C.  
FDS disponible  
Frase R: R 34-37  
Frase S: S 26-36/37/39-45



### Prod. Químicos / Datos físicos:

Olor: penetrante  
Forma: líquido  
Color: incoloro  
Solubilidad en agua: (20 °C) soluble  
Presión de vapor: 190 hPa (20 °C)  
Viscosidad dinámica: 2.3 mPa\*s (15 °C)

### Información sobre embalajes:

Núm. artículo	Envase	Envases por paleta	Material de embalaje primario
1.13386.2500	2.5 L	72	Frasco de vidrio

### Especificación

Assay (acidimetric)	min 37.0	%
Colour	max 10	Hazen
Bromide (Br)	max 50	ppm
Free chlorine (Cl)	max 0.5	ppm
Phosphate (PO <sub>4</sub> )	max 0.5	ppm
Sulphate (SO <sub>4</sub> )	max 1	ppm
Sulfite (SO <sub>3</sub> )	max 1	ppm
Al (Aluminium)	max 0.05	ppm
As (Arsenic)	max 0.01	ppm
Ba (Barium)	max 0.02	ppm
Be (Beryllium)	max 0.02	ppm
Bi (Bismuth)	max 0.1	ppm
Ca (Calcium)	max 0.5	ppm
Cd (Cadmium)	max 0.01	ppm
Co (Cobalt)	max 0.01	ppm
Cr (Chromium)	max 0.02	ppm
Cu (Copper)	max 0.02	ppm

## CERTIFICADO DE CALIDAD DEL ACIDO CLORHIDRICO.

Continuación <sup>(15)</sup>

### Ficha de datos técnicos

---

113386    Ácido clorhídrico fumante 37% p.a. max. 0,001 ppm Hg

---

Fe (Iron)	max 0.2	ppm
Ge (Germanium)	max 0.05	ppm
Hg (Mercury)	max 0.001	ppm
K (Potassium)	max 0.1	ppm
Li (Lithium)	max 0.01	ppm
Mg (Magnesium)	max 0.1	ppm
Mn (Manganese)	max 0.01	ppm
Mo (Molybdenum)	max 0.02	ppm
NH <sub>4</sub> (Ammonium)	max 1	ppm
Na (Sodium)	max 0.5	ppm
Ni (Nickel)	max 0.02	ppm
Pb (Lead)	max 0.02	ppm
Sr (Strontium)	max 0.01	ppm
Ti (Titanium)	max 0.1	ppm
Tl (Thallium)	max 0.05	ppm
V (Vanadium)	max 0.01	ppm
Zn (Zinc)	max 0.05	ppm
Zr (Zirconium)	max 0.1	ppm
Residue on ignition (as SO <sub>4</sub> )	max 5	ppm

# CERTIFICADO DE CALIDAD DEL ACIDO ACETICO.(15)



## Ficha de datos técnicos

**100056 Ácido acético (glacial) 100% EMPROVE® Ph  
Eur,BP,JP,USP,E 260**

### Información general sobre producto:

Fórmula empírica según (Hill):	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> O <sub>2</sub>
Fórmula empírica estructurada:	CH <sub>3</sub> COOH
Densidad:	1.05 g/cm <sup>3</sup> (20 °C)
Masa molar:	60.05 g/mol
Número CAS:	64-19-7
Número de índice EC:	607-002-00-6
Código HS:	29152100
Número EG:	200-580-7
Categoría de almacenamiento:	Almacenar entre +15°C y +25°C.
FDS	disponible
RTECS:	AF1225000
Frase R:	R 10-35
Frase S:	S 23.2-26-45



### Prod. Químicos / Datos físicos:

Olor:	penetrante
Forma:	líquido
Color:	incoloro
Límite de explosión:	4 - 19.9 Vol%
Temperatura de ignición:	485 °C
Valor de pH:	2.5 (50 g/l 20 °C)
Solubilidad en agua:	(20 °C) soluble
Solubilidad en etanol:	soluble
Índice de refracción:	1.37 (20 °C)
Temperatura de inflamabilidad:	39 °C (c.c.)
Punto de ebullición:	116 - 118 °C (1013 hPa)
Punto de fusión:	17 °C
Presión de vapor:	15.4 hPa (20 °C)
Viscosidad dinámica:	1.22 mPa*s (20 °C)
Viscosidad cinemática:	1.17 mm <sup>2</sup> /s (20 °C)
Concentration de saturación (aire):	38 g/m <sup>3</sup> (20 °C)

# CERTIFICADO DE CALIDAD DEL ACIDO ACETICO.

Continuación (15)

## Ficha de datos técnicos

100056 Ácido acético (glacial) 100% EMPROVE® Ph  
Eur, BP, JP, USP, E 260

## Datos toxicológicos:

LD 50 oral: LD 50 oral rata 3310 mg/kg (RTECS)  
LD 50 dérmico: LD 50 dérmica conejo 1060 mg/kg (Sax)

## Información sobre embalajes:

Núm. artículo	Envase	Envases por paleta	Material de embalaje primario
1.00056.2500	2.5 L	72	Frasco de vidrio
1.00056.9025	25 L	11	Bidón de plástico
1.00056.9190	190 L	2	Barril de plástico

## Especificación

Assay (acidimetric)	99.8 - 100.5	%
Identity (IR-spectrum)	passes test	
Appearance of the substance	passes test	
Solidification temperature	>= 15.6	°C
Foreign organic substances	passes test	
Formic acid	<= 0.10	%
Heavy metals (as Pb)	<= 0.0005	%
Chloride (Cl)	<= 0.0002	%
Sulphate (SO <sub>4</sub> )	<= 0.0005	%
Al (Aluminium)	<= 0.00005	%
Arsenic and Antimony (as As)	<= 0.00010	%
Cu (Copper)	<= 0.0005	%
Fe (Iron)	<= 0.0005	%
Hg (Mercury)	<= 0.00010	%
Pb (Lead)	<= 0.0005	%
Zn (Zinc)	<= 0.0005	%
Residual solvents (Ph. Eur./ICH)	...excluded by production process	
Substances reducing potassium dichromate	passes test	
Substances reducing potassium permanganate	passes test	
Non volatile matter	<= 0.005	%

Corresponds to Ph Eur, BP, JP, USP, E260 This item conforms to the German  
Zusatzstoffverkehrsordnung.

## CERTIFICADO DE CALIDAD DEL CLORURO DE SODIO. (15)



# Ficha de datos técnicos

**106404 Sodio cloruro p.a. ACS,ISO,Reag. Ph Eur**

### Aplicaciones:

For freezing mixtures, starting material for further sodium compounds.

### Información general sobre producto:

Fórmula empírica según (Hill):	CINa
Fórmula empírica estructurada:	NaCl
Densidad:	2.17 g/cm <sup>3</sup> (20 °C)
Masa molar:	58.44 g/mol
Densidad aparente:	~ 1140 kg/m <sup>3</sup>
Número CAS:	7647-14-5
Código HS:	25010091
Número EG:	231-598-3
Categoría de almacenamiento:	Sin limitaciones.
FDS	disponible
RTECS:	VZ4725000

### Prod. Químicos / Datos físicos:

Olor:	inodoro
Forma:	sólido
Color:	incoloro
Valor de pH:	4.5 - 7.0 (100 g/l 20 °C)
Solubilidad en agua:	358 g/l (20 °C)
Solubilidad en etanol:	0.51 g/l (25 °C)
Punto de ebullición:	1461 °C (1013 hPa)
Punto de fusión:	801 °C
Presión de vapor:	1.3 hPa (865 °C)

### Datos toxicológicos:

LD 50 oral:	LD 50 oral rata 3000 mg/kg (RTECS)
LD 50 dérmico:	LD 50 dérmica conejo > 10000 mg/kg (RTECS)

# CERTIFICADO DE CALIDAD DEL CLORURO DE SODIO.

Continuación (15)

## Ficha de datos técnicos

106404 Sodio cloruro p.a. ACS,ISO,Reag. Ph Eur

### Información sobre embalajes:

Núm. artículo	Envase	Envases por paleta	Material de embalaje primario
1.06404.0500	500 G	576	Frasco de plástico
1.06404.1000	1 KG	480	Frasco de plástico
1.06404.5000	5 KG	72	Frasco de plástico
1.06404.9025	25 KG	24	Caja de cartón ondulado
1.06404.9050	50 KG	16	Caja de cartón ondulado

### Especificación

Assay		
argentometric	>= 99.5	%
argentometric; calculated on dried substance	99.0 - 100.5	%
Identity	passes test	
Appearance of solution	passes test	
Acidity or alkalinity	passes test	
pH-value (5 %; water)	5.0 - 8.0	
Insoluble matter	<= 0.005	%
Bromide (Br)	<= 0.005	%
Chlorate and Nitrate (as NO <sub>3</sub> )	<= 0.003	%
Hexacyanoferrate II	<= 0.0001	%
Ferrocyanides	passes test	
Iodide (I)	<= 0.001	%
	passes test	
Nitrite (NO <sub>2</sub> )	passes test	
Phosphate (PO <sub>4</sub> )	<= 0.0005	%
Sulphate (SO <sub>4</sub> )	<= 0.001	%
Total nitrogen (N)	<= 0.0005	%
Heavy metals (as Pb)	<= 0.0005	%
As (Arsenic)	<= 0.00004	%
Ba (Barium)		
	passes test	
	<= 0.001	%
Ca (Calcium)	<= 0.002	%
Cu (Copper)	<= 0.0002	%
Fe (Iron)	<= 0.0001	%
K (Potassium)	<= 0.005	%
Mg (Magnesium)	<= 0.001	%
Calcium, Magnesium and R <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -precipitate	<= 0.005	%
Magnesium and earth alkali metals (as Ca)	<= 0.01	%
Loss on drying (105 °C, 2 h)	<= 0.5	%

## CERTIFICADO DE CALIDAD DEL NITRATO DE ALUMINIO. (15)



# Ficha de datos técnicos

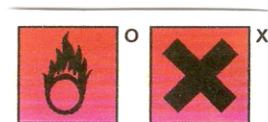
## 101063 Aluminio nitrato nonahidrato p.a.

### Aplicaciones:

Extraction of uranium.

### Información general sobre producto:

Fórmula empírica según (Hill):  $\text{AlN}_3\text{O}_9 \times 9 \text{H}_2\text{O}$   
Fórmula empírica estructurada:  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \times 9 \text{H}_2\text{O}$   
Masa molar: 375.13 g/mol  
Densidad aparente: ~ 880 kg/m<sup>3</sup>  
Número CAS: 7784-27-2  
Código HS: 28342980  
Número EG: 236-751-8  
Categoría de almacenamiento: Sin limitaciones.  
FDS disponible  
RTECS: BD1050000  
Frase R: R 8-36/38



### Prod. Químicos / Datos físicos:

Olor: a nítrico  
Forma: sólido  
Color: incoloro  
Valor de pH: 2.0 - 4.0 (50 g/l 20 °C)  
Solubilidad en agua: 419 g/l (20 °C)  
Solubilidad en etanol: (20 °C) fácilmente soluble  
Punto de fusión: 73 °C  
Descomposición térmica: 135 °C

### Datos toxicológicos:

LD 50 oral: LD 50 oral rata 3671 mg/kg (RTECS)

# CERTIFICADO DE CALIDAD DEL NITRATO DE ALUMINIO.

Continuación (15)

## Ficha de datos técnicos

---

101063 Aluminio nitrato nonahidrato p.a.

---

### Información sobre embalajes:

Núm. artículo	Envase	Envases por paleta	Material de embalaje primario
1.01063.0500	500 G	576	Frasco de plástico
1.01063.9050	50 KG	12	Caja de cartón ondulado

---

### Especificación

Assay (complexometric)	>= 98.5	%
pH-value (5 %; water)	2.0 - 4.0	
Chloride (Cl)	<= 0.001	%
Sulphate (SO <sub>4</sub> )	<= 0.005	%
Heavy metals (as Pb)	<= 0.001	%
Fe (Iron)	<= 0.002	%
K (Potassium)	<= 0.002	%
Na (Sodium)	<= 0.005	%
NH <sub>4</sub> (Ammonium)	<= 0.02	%

---

### Consejo:

Informamos y asesoramos a nuestros clientes sobre la técnica de aplicación y en cuestiones de autorización en la medida de nuestras posibilidades y según nuestro mejor criterio, pero sin compromiso y sin asumir responsabilidad. Nuestros clientes deberán observar en todo caso las leyes y otras disposiciones vigentes. Esto es válido también respecto a posibles derechos de terceros. Nuestra información y asesoramiento no eximen a nuestros clientes del requisito de comprobar nuestros productos bajo su propia responsabilidad respecto a la aptitud para los fines previstos. Si requieren más información, por favor, contactar con su representante.

# CERTIFICADO DE CALIDAD DEL CARBONATO DE CALCIO. (15)



## Ficha de datos técnicos

**102069 Calcio carbonato precipitado EMPROVE® Ph  
Eur,BP,USP,E 170,FCC**

### Información general sobre producto:

Fórmula empírica según (Hill):	CCaO <sub>3</sub>
Fórmula empírica estructurada:	CaCO <sub>3</sub>
Densidad:	2.93 g/cm <sup>3</sup> (20 °C)
Masa molar:	100.09 g/mol
Densidad aparente:	~ 400 - 700 kg/m <sup>3</sup>
Número CAS:	471-34-1
Código HS:	28365000
Número EG:	207-439-9
Categoría de almacenamiento:	Sin limitaciones.
FDS	disponible
RTECS:	FF9335000

### Prod. Químicos / Datos físicos:

Olor:	inodoro
Forma:	sólido
Color:	blanco
Valor de pH:	9.5 - 10.5 (100 g/l 20 °C) (pasta húmeda)
Solubilidad en agua:	0.014 g/l (20 °C)
Solubilidad en etanol:	insoluble
Punto de ebullición:	(descomposición)
Punto de fusión:	825 °C (descomposición)
Descomposición térmica:	> 825 °C

### Datos toxicológicos:

LD 50 oral:	LD 50 oral rata 6450 mg/kg (RTECS)
-------------	------------------------------------

# CERTIFICADO DE CALIDAD DEL CARBONATO DE CALCIO.

## Continuación (15)

### Ficha de datos técnicos

102069 Calcio carbonato precipitado EMPROVE® Ph Eur, BP, USP, E 170, FCC

### Información sobre embalajes:

Núm. artículo	Envase	Envases por paleta	Material de embalaje primario
1.02069.9025	25 KG	8	Caja de cartón ondulado
1.02069.9050	50 KG	6	Caja de cartón ondulado

### Especificación

Assay (complexometric; calculated on dried substance)	98.5 - 100.5	%
Identity	passes test	
Substances insoluble in acetic acid	<= 0.2	%
Substances insoluble in hydrochloric acid	<= 0.2	%
Chloride (Cl)	<= 0.025	%
Fluoride (F)	<= 0.005	%
Sulphate (SO <sub>4</sub> )	<= 0.25	%
Heavy metals (as Pb)	<= 0.002	%
Al (Aluminium)	<= 0.04	%
As (Arsenic) -	<= 0.0003	%
Ba (Barium)	passes test	
	<= 0.002	%
Cd (Cadmium)	<= 0.0001	%
Cr (Chromium)	<= 0.002	%
Cu (Copper)	<= 0.001	%
Fe (Iron)	<= 0.02	%
Hg (Mercury)	<= 0.00005	%
Pb (Lead)	<= 0.0003	%
Sb (Antimony)	<= 0.002	%
Zn (Zinc)	<= 0.001	%
Magnesium and alcali salts		
at 800 °C	<= 1.0	%
at 600 °C	<= 1.5	%
Residual solvents (Ph.Eur./USP/ICH)	excluded by production process	
Organic volatile impurities	conforms	
Loss on drying (200 °C)	<= 2	%
Corresponds to Ph. Eur., BP, USP, E 170, FCC		

## CERTIFICADO DE CALIDAD DEL SULFATO DE COBRE. (15)



### Ficha de datos técnicos

**102790 Cobre(II) sulfato pentahidrato p.a. ACS,ISO,Reag. Ph Eur**

#### Aplicaciones:

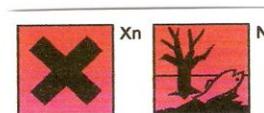
Product for electroplating / electrolytic baths and electrodes, catalyst for the Kjeldahl method. For the detection of reducing sugars (Fehling's solution). Spray reagent for TLC.

#### Bibliografía

1. Jork, H., Funk, W., Fischer, W., Wimmer, H.: Dünnschicht-Chromatographie-Reagenzien und Nachweismethoden, Band 1a, VCH-Verlag, Weinheim 1989

#### Información general sobre producto:

Fórmula empírica según (Hill):	$\text{CuO}_4\text{S} \times 5 \text{H}_2\text{O}$
Fórmula empírica estructurada:	$\text{CuSO}_4 \times 5 \text{H}_2\text{O}$
Densidad:	2.29 g/cm <sup>3</sup> (20 °C)
Masa molar:	249.68 g/mol
Densidad aparente:	~ 900 - 1200 kg/m <sup>3</sup>
Número CAS:	7758-99-8
Número de índice EC:	029-004-00-0
Código HS:	28332500
Número EG:	231-847-6
Categoría de almacenamiento:	Sin limitaciones.
FDS	disponible
RTECS:	GL8900000
Frase R:	R 22-36/38-50/53
Frase S:	S 22-60-61



#### Prod. Químicos / Datos físicos:

Olor:	inodoro
Forma:	sólido
Color:	azul
Valor de pH:	3.5 - 4.5 (50 g/l 20 °C)
Solubilidad en agua:	317 g/l (20 °C)
Solubilidad en etanol:	insoluble
Descomposición térmica:	340 - 650 °C

# CERTIFICADO DE CALIDAD DE SULFATO DE COBRE.

Continuación (15)

## Ficha de datos técnicos

102790 Cobre(II) sulfato pentahidrato p.a. ACS,ISO,Reag. Ph Eur

### Datos toxicológicos:

LD 50 oral: LD 50 oral rata 960 mg/kg (HSDB)  
LD 50 dérmico: LD 50 dérmica rata > 2000 mg/kg (RTECS)  
LD inferior: LDLO oral hombre 1088 mg/kg (RTECS)

### Información sobre embalajes:

Núm. artículo	Envase	Envases por paleta	Material de embalaje primario
1.02790.0250	250 G	756	Frasco de plástico
1.02790.1000	1 KG	480	Frasco de plástico
1.02790.5000	5 KG		Frasco de plástico
1.02790.9050	50 KG	18	Caja de cartón ondulado

### Especificación

Assay (iodometric)	99.0 - 100.5	%
Insoluble matter	<= 0.005	%
Chloride (Cl)	<= 0.0005	%
Total nitrogen (N)	<= 0.001	%
Ca (Calcium)	<= 0.005	%
Fe (Iron)	<= 0.003	%
K (Potassium)	<= 0.001	%
Na (Sodium)	<= 0.005	%
Ni (Nickel)	<= 0.005	%
Pb (Lead)	<= 0.005	%
Zn (Zinc)	<= 0.03	%

### Consejo:

Informamos y asesoramos a nuestros clientes sobre la técnica de aplicación y en cuestiones de autorización en la medida de nuestras posibilidades y según nuestro mejor criterio, pero sin compromiso y sin asumir responsabilidad. Nuestros clientes deberán observar en todo caso las leyes y otras disposiciones vigentes. Esto es válido también respecto a posibles derechos de terceros. Nuestra información y asesoramiento no eximen a nuestros clientes del requisito de comprobar nuestros productos bajo su propia responsabilidad respecto a la aptitud para los fines previstos. Si requieren más información, por favor, contactar con su representante.

# CERTIFICADO DE CALIDAD DE SULFATO DE HIERRO. (15)



## Ficha de datos técnicos

**103965 Hierro(II) sulfato heptahidrato p.a. ACS,ISO,Reag. Ph Eur**

### Aplicaciones:

Preparation of ink.

### Información general sobre producto:

Fórmula empírica según (Hill):	$\text{FeO}_4\text{S} \times 7 \text{H}_2\text{O}$
Fórmula empírica estructurada:	$\text{FeSO}_4 \times 7\text{H}_2\text{O}$
Densidad:	1.89 g/cm <sup>3</sup> (20 °C)
Masa molar:	278.02 g/mol
Densidad aparente:	~ 600 kg/m <sup>3</sup>
Número CAS:	7782-63-0
Código HS:	28332950
Número EG:	231-753-5
Categoría de almacenamiento:	Almacenar entre +15°C y +25°C.
FDS	disponible
RTECS:	NO8510000
Frase R:	R 22
Frase S:	S 24/25



### Prod. Químicos / Datos físicos:

Olor:	inodoro
Forma:	sólido
Color:	verde azulado
Valor de pH:	3 - 4 (50 g/l 20 °C)
Solubilidad en agua:	~ 400 g/l (20 °C)
Solubilidad en etanol:	insoluble
Punto de fusión:	> 60 °C (eliminación de agua de cristalización)
Descomposición térmica:	> 300 °C

### Datos toxicológicos:

LD 50 oral: LD 50 oral rata 319 mg/kg (sustancia anhidra), (Literatura)

# CERTIFICADO DE CALIDAD DE SULFATO DE HIERRO.

Continuación (15)

## Ficha de datos técnicos

103965 Hierro(II) sulfato heptahidrato p.a. ACS,ISO,Reag. Ph Eur

### Información sobre embalajes:

Núm. artículo	Envase	Envases por paleta	Material de embalaje primario
1.03965.0100	100 G		Frasco de plástico
1.03965.0500	500 G	576	Frasco de plástico
1.03965.1000	1 KG	270	Frasco de plástico
1.03965.5000	5 KG		Frasco de plástico
1.03965.9025	25 KG	5	Tambor de plástico

### Especificación

Assay (manganometric)	99.5 - 102.0	%
Identity	passes test	
Appearance of solution	passes test	
insoluble matter	<= 0.01	%
pH-value (5 %; water)	3.0 - 4.0	
Chloride (Cl)	<= 0.0005	%
Phosphate (PO <sub>4</sub> )	<= 0.001	%
Total nitrogen (N)	<= 0.001	%
Heavy metals as Pb	<= 0.005	%
As (Arsenic)	<= 0.0002	%
Ca (Calcium)	<= 0.005	%
Cu (Copper)	<= 0.001	%
Fe III (Iron III)	<= 0.02	%
K (Potassium)	<= 0.02	%
Mg (Magnesium)	<= 0.002	%
Mn (Manganese)	<= 0.05	%
Na (Sodium)	<= 0.02	%
Pb (Lead)	<= 0.0005	%
Zn (Zinc)	<= 0.005	%