

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTAD DE QUIMICA Y FARMACIA



**PROPUESTA DE ACTUALIZACION DE UNA GUIA DE PRACTICAS DE
LABORATORIO DE ANALISIS QUIMICO CUANTITATIVO**

TRABAJO DE GRADUACION PRESENTADO POR

**JESICA MICHEL GALLEGOS CARCAMO
ANABELL BEATRIZ MENA ALVARADO**

SEPTIEMBRE 2009

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 LIZETTE MARTINEZ DE DIAZ

COMITÉ DE TRABAJO DE GRADUACION

COORDINADORA GENERAL

Licda. Maria Concepción Odette Rauda Acevedo.

ASESORA DEL AREA DE INDUSTRIA FARMACAEUTICA, COSMETICA Y VETERINARIA

Licda. Mercedes Rossana Brito Mendoza.

ASESORA DE AREA DE CONTROL DE CALIDAD DE PRODUCTOS FARMACEUTICOS COSMETICOS Y VETERINARIOS

MSc. Rocío Ruano de Sandoval.

DOCENTE DIRECTOR

Lic. Arturo Alfonso García Mazzini.

AGRADECIMIENTOS

A NUESTROS DOCENTES DIRECTORES: Lic. Arturo García Manzini y Licda. Digna de García, por la colaboración prestada para poder terminar nuestro proceso de Graduación y apoyarnos con su valiosa colaboración en el desarrollo del presente Trabajo.

A MIEMBROS DEL COMITÉ DE TRABAJO DE GRADUACION.

AL PERSONAL DE LABORATORIO DE QUIMICA ANALITICA: Por habernos permitido realizar nuestra investigación.

A Todos mis amigos y personas que nos incentivaron a la culminación de mis estudios y formaron parte para la realización de nuestro trabajo de Graduación.

MUCHAS GRACIAS

Jesica Michel Gallegos Cárcamo

DEDICATORIA

A DIOS TODOPODEROSO: GRACIAS, por regalarme vida y haber podido culminar esta etapa de mi vida, ya que sin su apoyo incondicional, jamás hubiera terminado mi trabajo de graduación.

A MI VIRGENCITA MARIA: por su amor infinito como madre; gracias, que siempre esta a mi lado dándome el aliento necesario en todo momento.

A MIS PAPIS: Edgard Gallegos y Julia Esther de Gallegos se que ustedes siempre estarán para mi, son el orgullo y motor de mi vida y eso me inspira para poder seguir adelante.

A NINA BLANQUI: Por su apoyo constante y amor que siempre ha tenido hacia mi.

A MIS HERMANOS: David y Rachell con mucho cariño.

AMIS ABUELITOS: Mami Santos y Papi Eduviges por el amor y poyo incondicional que me ha regalado.

A MI FAMILIA: A mis tíos, primos, sobrinos y demás familia, con cariño.

A MI ESPOSO FRANK: Por estar conmigo en momentos difíciles y brindarme su apoyo y amor en todo momento.

AGRADECIMIENTOS.

A DIOS TODOPODEROSO, por darme fuerzas y ánimo para continuar el trabajo de graduación y que los días eran difíciles solo el me ayudaba para que el día terminará bien.

A la **VIRGENCITA DE GUADALUPE**, por darme sus bendiciones cada día de mi vida.

Lic. Arturo García Mazzini y Licenciada Digna de García, por que nos ofrecieron su ayuda incondicional para la realización del trabajo de graduación.

Licda. Odette Rauda por su paciencia, ayuda y comprensión.

Licda. Xiomara Cristina Rodríguez jefe de Farmacia del Hospital Nacional San Rafael por su ayuda incondicional, comprensión y a lo largo de este trabajo me ha brindado su apoyo.

A mis compañeros de Trabajo porque cada día estuvieron pendiente de mi, por su amistad.

A mis amigas de infancia que han estado pendiente de mi en las buenos y malos momentos de mi vida.

Y a todas aquellas personas que con una sola palabra aportaron en la realización de trabajo de graduación.

Anabell Beatriz Mena Alvarado.

DEDICATORIA

Este trabajo se lo dedico a personas que son muy especial en mi vida.

A DIOS TODOPODEROSO, y VIRGENCITA DE GUADALUPE por prestarme todo este tiempo, y cada día fueron los que me ayudaron y me seguirán protegiendo cada día de mi vida GRACIAS.

Mi MADRE Vilma Amparo de Mena, por su cariño, amor y comprensión que sin ella no hubiera podido finalizar este trabajo, Y por decidir entregar todos su esfuerzo y por haberme enseñado que con humildad se alcanzan las metas.
GRACIAS

Mi PADRE Sarbelio Mena, por su cariño, comprensión y amor que me dio cada día de mi vida.

Mis HERMANOS, Ronald, Mirna de Mena, Karla de Iraheta y Victor Iraheta que siempre han estado pendiente de mi, de protegerme cada día, cariño y amor.

Mis SOBRINITOS, Ronalito Mena, Victorito Iraheta, Ericka Gabriela y Karla René que con su alegría y cariño me han enseñado a tener siempre una sonrisa para ellos.

Mi ESPOSO, Roberto García Bracamonte, por su cariño y amor que ha tenido hacia mi y paciencia en estos años, sabiendo que el amor que nos tenemos nos ha unido cada día más y que ha sido en mi un cambio e

Anabell Beatriz Mena Alvarado

INDICE

| | |
|--|------|
| RESUMEN | Pág. |
| CAPITULO I | |
| 1.0 INTRODUCCION | xxii |
| CAPITULO II | |
| 2.0 OBJETIVOS | 25 |
| CAPITULO III | |
| 3.0 MARCO TEORICO | 27 |
| 3.1 Química Analítica. | 27 |
| 3.1.1 División de la Química Analítica. | 27 |
| 3.1.1.1 Análisis Cualitativo. | 27 |
| 3.1.1.2 Análisis Cuantitativo. | 27 |
| 3.2 Análisis Químico Cuantitativo. | 27 |
| 3.3 Análisis Químico. | 28 |
| 3.4 Importancia de la Química Analítica. | 28 |
| 3.5 Clasificación de los Métodos Analíticos. | 28 |
| 3.5.1 Análisis Inorgánico. | 28 |
| 3.5.2 Análisis Orgánico. | 29 |
| 3.6 División de la Química Inorgánica. | 29 |
| 3.6.1 Análisis Cualitativo. | 30 |
| 3.6.2 Análisis Cuantitativo. | 30 |
| 3.7 División del Análisis Químico Cuantitativo | 30 |

| | |
|---|----|
| 3.8 División de los Métodos Químicos dependiendo de la Naturaleza de la Medición Final. | 30 |
| 3.9 Clasificación de los Análisis Químico considerando los factores presentes. | 31 |
| 3.9.1 Tipos de Métodos Analíticos considerando la cantidad de la muestra. | 31 |
| 3.9.2 Tipos de Métodos Analíticos de acuerdo a los constituyentes de la muestra. | 31 |
| 3.9.3 Clasificación de los métodos analíticos de acuerdo al tratamiento que se da al muestra durante el análisis. | 32 |
| 3.10 Etapas de un Análisis Cuantitativo | 32 |
| 3.10.1 Selección de un Método de Análisis. | 33 |
| 3.10.2 Muestreo. | 33 |
| 3.10.3 Procesamiento de la muestra. | 33 |
| 3.10.4 Pesada. | 33 |
| 3.10.5 Disolución de la muestra. | 34 |
| 3.10.6 Eliminación de interferencias. | 34 |
| 3.10.7 Calibración y Medición. | 34 |
| 3.10.8 Cálculo e interpretación de Resultados. | 34 |
| 3.10.9 Evaluación de Resultados. | 34 |
| 3.11 Método Gravimétrico. | 35 |
| 3.11.1 Fundamento. | 35 |

| | |
|--|----|
| 3.11.2 Concepto. | 35 |
| 3.11.3 Requisitos de los Métodos Gravimétricos. | 35 |
| 3.11.4 Estequiometría. | 36 |
| 3.11.5 Clasificación de los Métodos Gravimétricos en Base separación de Sustancias. | 36 |
| 3.11.5.1 Método de Precipitación. | 36 |
| 3.11.5.2 Método de Volatilización. | 41 |
| 3.11.6 Ventaja de los Métodos Gravimétricos. | 42 |
| 3.11.7 Desventaja de Métodos Gravimétricos. | 42 |
| 3.12 Métodos Volumétricos. | 43 |
| 3.12.1 Fundamento | 43 |
| 3.12.2 Concepto. | 43 |
| 3.12.3 Requisitos Fundamentales para que se de una reacción Volumétrica. | 44 |
| 3.12.4 Condiciones que se deben cumplir para la realización de Análisis Volumétricos. | 45 |
| 3.12.5 Aspectos Generales de los Métodos Volumétricos. | 45 |
| 3.12.6 Tipos de Reacciones empleadas en Análisis Volumétrico | 51 |
| 3.12.7 Tipos de Reacciones Volumétricas. | 52 |
| 3.12.7.1 Volumetría de Neutralización. | 52 |
| 3.12.7.2 Volumetría de Precipitación. | 66 |

| | |
|---|----|
| 3.12.7.3 Volumetría de Complejos. | 74 |
| 3.12.7.4 Volumetría de Oxidación –Reducción | 78 |
| 3.12.8 Diferencias entre Análisis Gravimétrico y Volumétrico | 81 |
| 3.12.9 Ventajas de los Métodos Volumétricos. | 81 |
| 3.13 Métodos Instrumentales. | 82 |
| 3.13.1 Introducción. | 82 |
| 3.13.2 División de Métodos Instrumentales de acuerdo a la propiedad que se mide. | 82 |
| 3.13.3 Requisitos o condiciones necesarias para un análisis electrogravimétrico. | 83 |
| 3.13.4 Métodos Potenciométricos. | 83 |
| 3.13.4.1 Fundamento de Electroquímica. | 83 |
| 3.13.4.2 Relación entre el Potencial de Electrodo y concentración. | 83 |
| 3.13.5 Tipos de Métodos Electroanalíticos. | 87 |
| 3.13.6 Métodos Potenciométricos. | 87 |
| 3.13.6.1 Fundamento | 87 |
| 3.13.6.2 Electrodo Indicadores de uso frecuente. | 88 |
| 3.13.6.3 Métodos Poteciométricos pueden realizarse de dos maneras | 88 |
| 3.13.7 Medición de pH | 89 |

| | |
|---|-----|
| 3.13.7.1 Características que deben poseer un electrodo indicador, para que pueda ser en potenciometría Directa | 89 |
| 3.13.7.2 Potenciometría Directa | 90 |
| - Electrodo de Hidrogeno | |
| - Electrodo de Vidrio. | |
| 3.13.7.2.1 Electrodo de Vidrio | 93 |
| CAPITULO IV | |
| 4.0 DISEÑO METODOLOGICO. | 95 |
| 4.1 Investigación Bibliográfica. | 95 |
| 4.2 Investigación de Campo. | 96 |
| CAPITULO V | |
| 5.0 RESULTADOS | 103 |
| 5.1 Comparación de Contenidos de Practicas de Laboratorio de Química Analítica establecidas en la Facultad de Química y Farmacia y la Propuesta de Actualización de Guías de Practicas de Laboratorios de Química Analítica Cuantitativa. | 103 |
| 5.2 Propuesta de Actualización de la Guía de Practicas de Laboratorio de Análisis Químico Cuantitativo fue que métodos se utilizo en cada una de las muestras a analizar. | 110 |
| 5.3 Guías de Prácticas de Laboratorio de Química Analítica Cuantitativa (Química Analítica) | 115 |

| | | |
|--------|--|-----|
| 1.0 | Introducción. | 119 |
| 1.1 | Métodos Gravimétricos | 119 |
| 1.2 | Métodos Volumétricos | 120 |
| 1.3 | Métodos Instrumentales | 121 |
| 2.0 | Objetivos. | 122 |
| 2.1 | Objetivo General. | 122 |
| 2.2 | Objetivos Específicos. | 122 |
| 3.0 | Seguridad en los Laboratorios. | 123 |
| 3.1 | Introducción. | 123 |
| 3.2 | Normas Generales. | 124 |
| 3.3 | Accidentes más Frecuentes. | 125 |
| 3.4 | Normas de Seguridad. | 125 |
| 3.5 | Reglas de Seguridad. | 129 |
| 3.6 | Sustancias Tóxicas | 131 |
| 3.7 | Almacenamiento para Guardar Disolventes, Reactivos y Equipo de Laboratorio. | 130 |
| 3.8 | Reglas que Deben Existir para Disminuir la Exposición a Sustancias Tóxicas. | 133 |
| 3.9 | Desechos de las Sustancias Químicas | 134 |
| 3.10 | Pasos a Seguir en los Accidentes de Laboratorio | 137 |
| 3.11 | Procedimiento de Emergencia | 138 |
| 3.11.1 | Ubicación de Extintores | 138 |

| | |
|---|-----|
| 3.11.2 Acciones para combatir el Fuego | 138 |
| 3.11.3 Indicaciones Generales para Combatir el Fuego | 139 |
| 3.12 Buenas Prácticas de Laboratorio. | 139 |
| 3.13 Acciones Internas. | 139 |
| 3.14 Equipo de Protección. | 140 |
| 3.14.1 Manipulación de Material de Vidrio o Cristalería. | 141 |
| 3.15 Reglamento de Seguridad en los Laboratorios. | 141 |
| 3.16 Reglamento de comportamiento de los alumnos en los laboratorios. | 142 |
| 3.17 Información General sobre las prácticas de laboratorio. | 143 |
| 4.0 Tipos de Análisis Volumétricos | 144 |
| 4.1 Experimento No. 1 | 144 |
| Volumetría de Neutralización. | |
| Valoraciones Ácido-Base. | |
| 4.2 Experimento No. 2 | 160 |
| Volumetría de Neutralización. Parte II | |
| 4.3 Experimento No. 3 | 169 |
| Volumetría de Precipitación. | |
| 4.4 Experimento No. 4. | 198 |
| Valoraciones Complejométricas. | |
| 4.5 Experimento No. 5 | 214 |
| Volumetría de Oxido- Reducción. | |

| | |
|--|-----|
| 4.6 Experimento No. 6 | 230 |
| Volumetría de Oxido - Reducción que involucran Yodo. | |
| 4.7 Experimento No. 7 | 247 |
| Valoraciones Oxido - Reducción que involucran Yodo. Parte II | |
| 4.8 Experimento No. 8 | 252 |
| Valoraciones Oxido - Reducción que involucran Yodo. Parte III | |
| 4.9 Experimento No. 9 | 260 |
| pHmetría. | |
| CAPITULO VI | |
| 6.0 INTERPRETECION DE RESULTADOS | 268 |
| CAPITULO VII | |
| 7.0 CONCLUSIONES | 271 |
| CAPITULO VIII | |
| 8.0 RECOMENDACIONES | 274 |
| BIBLIOGRAFIA | |
| GLOSARIO | |
| ANEXOS | |

ÍNDICE DE CUADROS

| Cuadro No. | Pagina |
|--|--------|
| 1 Agentes Precipitantes Inorgánicos utilizados. | 39 |
| 2. Factores que afectan la solubilidad de los precipitados. | 41 |
| 3. Conceptos Teóricos de Ácidos y Bases dependiendo de su estructura y reacciones que presentan. | 52 |
| 4. Ácidos y Bases Fuertes Comúnmente utilizados. | 55 |
| 5. Algunos indicadores Ácido-Base Comúnmente utilizados. | 59 |
| 6. Autoindicadores de Métodos Redox. | 68 |
| 7. Indicadores Redox Utilizados | 81 |
| 8. Diferentes Muestras Analizadas en la Guía de Prácticas de Laboratorio de Análisis Químico Cuantitativo. | 101 |
| 9. Cuadro Comparativo de Contenidos de Prácticas de Laboratorio de Química Analítica II y la Propuesta de Actualización de Guías de Prácticas de Laboratorio de Química Analítica Cuantitativa | 104 |
| 10. Experimentos Realizados para la Propuesta de Actualización una Guía de Prácticas de Laboratorio de Análisis Químico Cuantitativo | 110 |
| 11. Cuadro de Resultados | 269 |

INDICE DE FIGURAS

| Figura No. | | Pagina |
|------------|--|--------|
| 1. | Clasificación de Química Analítica | 30 |
| 2. | Curva de Valoración que Reaccionan Ácido Fuerte –Base Fuerte | 56 |
| 3. | Curva de Valoración que Reaccionan Ácido Débil – Base Fuerte | 57 |
| 4. | Formula Estructural del EDTA | 76 |

INDICE DE ANEXOS

Anexo No.

1.

Recolección de datos

R

2.

Informe de Análisis

I

RESUMEN

La elaboración de esta guía tiene la finalidad de explicar los fundamentos de la Química Analítica Cuantitativa mostrando cómo se aplican a otras disciplinas afines de la materia en forma clara y precisa.

En toda la investigación se hace énfasis en el Análisis Cuantitativo ya que el Químico Analista se desarrolla en todos los campos del conocimiento, por los principios que puede aplicar para mejorar su trabajo y lograr sus objetivos, es así como se efectúan las determinaciones analíticas ya que existen un número casi ilimitado de tipos de métodos, pero solo unos cuantos son los suficientes generales para que merezcan ser mencionados en este manual.

Además se incluyen métodos establecidos ya que son fundamentales para proporcionar conocimientos sólidos de la Química Analítica.

Esta guía presenta fundamentos teóricos relacionados con técnicas analíticas entre estos están: Fundamentos Gravimétricos los cuales incluyen Métodos de Precipitación y Métodos de Volatilización este método es básico en la

evaluación de un procedimiento estándar; Fundamentos de Volumetría, entre estos están Métodos de Neutralización, Métodos de Precipitación, Métodos Complejométricos y Métodos de Oxido-Reducción; los Electroquímicos estos se dividen en Potenciométricos y Conductométricos; también comprende esta guía la seguridad que se debe preservar en los laboratorios de Análisis Químico, se incluyen Normas Generales, Reglas, Precauciones, Accidentes más frecuentes que se pueden dar en la realización de una práctica, Almacenamiento de reactivos y Equipo de laboratorio, Reglamento de Seguridad en los laboratorios.

Además contiene soluciones a los problemas que están plasmados en secuencias para ayudar al estudiante a seguir el razonamiento implicado, contiene capítulos con los Experimentos a realizar en donde se incluye; Reacciones, Ejercicios, Problemas, Causas de Error, Preguntas y Glosario que incluye términos importantes empleados en la realización de esta guía de Laboratorios de Química Analítica Cuantitativa.

En esta Propuesta de elaboración de la Guía de Practicas de Laboratorios de Química Analítica, tiene la finalidad de introducir a los estudiantes de Química y Farmacia la Importancia que tiene el Análisis Químico Cuantitativo y también de consultar los diferentes métodos de Analisis, para su adecuada realización de operaciones básicas y técnicas de aplicación.

CAPITULO I
INTRODUCCION

1.0 INTRODUCCION

La Química Analítica se ocupa de identificar cualitativamente y cuantitativamente los constituyentes de una sustancia, comprende principios fundamentales como son cálculos de las técnicas realizadas, reacciones entre las cuales están ácido-base en medio acuoso, oxido-reducción, precipitación, complejométricos entre otros, consiguiendo una mejor aplicación en el laboratorio.

Los Métodos Clásicos de Análisis juegan un papel fundamental en el desarrollo de la teoría aportando herramientas básicas que posiblemente son las que más se utilizan para identificar y obtener la composición cualitativa y cuantitativa de una sustancia orgánica e inorgánica.

Es necesario contar con lineamientos requeridos para la realización de una práctica específica, por lo tanto la elaboración de una recopilación de dichas prácticas de Análisis Químico Cuantitativo detallará un amplio marco de la Química Analítica donde se involucra conocimientos y que se combinen las distintas técnicas que se pueden realizar en el laboratorio.

El presente trabajo tiene la finalidad de ampliar conocimientos acerca de las distintas subdivisiones del Análisis Volumétricos, Análisis Gravimétricos e Instrumentales sencillos para reconocer y explicar los distintos temas que abarca un problema analítico y mostrar que estos principios se pueden aplicar a la Química Analítica así como a disciplinas relacionadas dando como resultado material suficiente y claro para los estudiantes en cursos avanzados, con el fin de resolver problemas que se pueden dar en el transcurso de la materia y una vez analizados los diversos tipos de reacciones se puede estudiar los aspectos cuantitativos.

CAPITULO II

OBJETIVOS

2.0 OBJETIVOS.

2.1 Objetivo General:

Proponer la actualización de una guía de prácticas de laboratorio de Análisis Químico Cuantitativo.

2.2 Objetivos Específicos:

2.2.1 Revisar el contenido de la guía de prácticas de laboratorio de

Análisis Químico Cuantitativo, efectuando un cuadro comparativo, para sugerir cambios en su contenido.

2.2.2 Recopilar la información necesaria referente a la seguridad que debe existir en los laboratorios de la Facultad de Química y Farmacia.

2.2.3 Dar a conocer conceptos fundamentales aplicables en cada método del Análisis Químico Cuantitativo.

2.2.4 Recopilar técnicas y procedimientos de diferentes muestras que permitan la realización de prácticas de laboratorios en los métodos Volumétricos e Instrumentales (pHmetría).

2.2.5 Describir los Métodos Analíticos propuestos para la Actualización de la Guía de Prácticas de Laboratorio de Análisis Químico Cuantitativo.

CAPITULO II

OBJETIVOS

2.0 OBJETIVOS.

2.1 Objetivo General:

Proponer la actualización de una guía de prácticas de laboratorio de Análisis Químico Cuantitativo.

2.2 Objetivos Específicos:

2.2.1 Revisar el contenido de la guía de prácticas de laboratorio de

Análisis Químico Cuantitativo, efectuando un cuadro comparativo, para sugerir cambios en su contenido.

2.2.2 Recopilar la información necesaria referente a la seguridad que debe existir en los laboratorios de la Facultad de Química y Farmacia.

2.2.3 Dar a conocer conceptos fundamentales aplicables en cada método del Análisis Químico Cuantitativo.

2.2.4 Recopilar técnicas y procedimientos de diferentes muestras que permitan la realización de prácticas de laboratorios en los métodos Volumétricos e Instrumentales (pHmetría).

2.2.5 Describir los Métodos Analíticos propuestos para la Actualización de la Guía de Prácticas de Laboratorio de Análisis Químico Cuantitativo.

CAPITULO III
MARCO TEORICO

3.0 MARCO TEORICO

FUNDAMENTOS TEORICOS

3.1 Química Analítica: (2,3)

Es la ciencia que estudia el conjunto de principios, leyes y técnicas cuya finalidad es la determinación de la composición y cuantificación Química de una muestra natural o artificial.

3.1.1 División de la Química Analítica. (2,3)

3.1.1.1 Análisis Cualitativo.

Identifica elementos en su forma, tales como aniones y cationes en una muestra.

3.1.1.2 Análisis Cuantitativo.

Determina la cantidad de uno o varios elementos presentes en una muestra. Se asemejan en el hecho de que se utilizan para la determinación de las propiedades de interés en una sustancia ya sean Físicas o Químicas.

3.2 Análisis Químico Cuantitativo. (3,5,7)

La Química Analítica se considera como la ciencia de la caracterización o del reconocimiento de las sustancias químicas, ya que sirve para saber cuando este presente una sustancia y conocer la cantidad de estas sustancia.

Nos permite contestar las preguntas que surgen al emplear cualquiera de los procesos químicos para fines técnicos y científicos.

Se considera una ciencia central, ya que es una herramienta esencial en todos los campos de la ciencia, que desarrolla y mejora métodos para obtener información sobre la composición y naturaleza química de la materia.

3.3 Análisis Químico. (3,5)

Es el conjunto de técnicas operativas útiles para la determinación de un compuesto, aplica métodos de análisis para resolver problemas relativos a la composición y naturaleza Química de la materia; la ejecución de este análisis Químico requiere destreza, cuidado y paciencia por parte del analista.

3.4 Importancia de la Química Analítica. (3,5)

Es de gran importancia para las ciencias físicas y biológicas debido a que se requieren resultados de tipo analítico, también en medicina para diagnósticos clínicos, geología etc.

3.5 Clasificación de los Métodos Analíticos. (3,5)

3.5.1 Análisis Inorgánico.

Se identifican y determinan sustancias de naturaleza inorgánica.

3.5.2 Análisis Orgánico.

Se identifican y determinan sustancias de naturaleza orgánica.

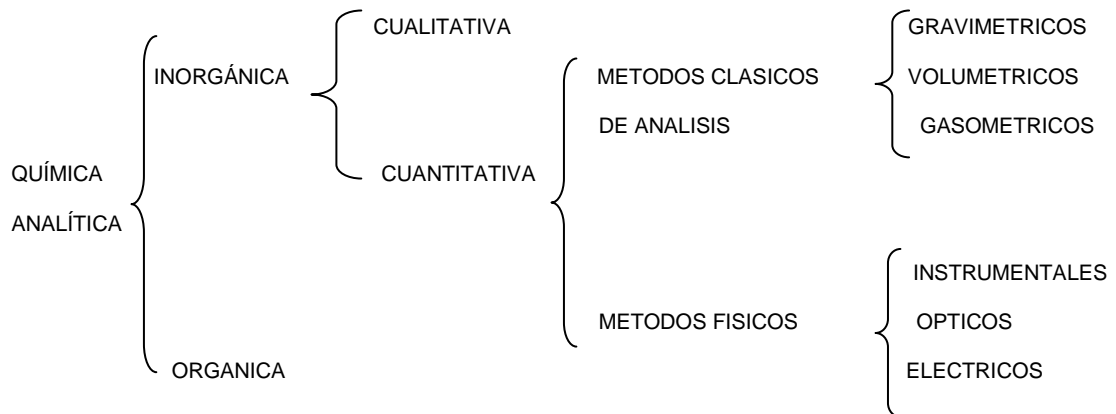


Figura N° 1: Clasificación de la Química Analítica

3.6 División de la Química Inorgánica. (3,5)

3.6.1 Análisis Cualitativo. (3,5)

Es la identificación y reconocimiento de los componentes de una muestra o de una mezcla de elementos.

3.6.2 Análisis Cuantitativo. (3,5)

Comprende la determinación de las cantidades relativas o absolutas de uno o varios componentes.

3.7 División del Análisis Químico Cuantitativo. (3,5)

- METODOS QUIMICOS.
- METODOS FISICOS O FISICOQUÍMICOS.
-

3.9 Clasificación de los Análisis Químicos considerando los siguientes factores

- Tamaño de la muestra.
- Cantidad de material disponible.
- Constituyentes presentes a analizar o información deseada.
- Tratamiento que se da a la muestra durante el análisis.

3.9.1 Tipos de Métodos Analíticos considerando la cantidad de la muestra.

1. Macrométodos: se aplican a muestras de 0.1g o más grandes.
2. Semimicrométodos: se aplican a muestras comprendidas entre 0.01 y 0.1g.
3. Micrométodos: se aplican a muestras comprendidas entre 0.001g y 0.1g.
4. Ultramicrométodos: entre 1 y 10 mg.

3.9.2 Tipos de Métodos Analíticos de acuerdo a los constituyentes de una Muestra. (3,5)

- Análisis Completo: cuando en un material se determinan cuantitativamente todos los elementos que contiene, inclusive los que se encuentran en cantidades sumamente pequeñas.
- Análisis Parcial: es la determinación cuantitativa de uno o más constituyentes de una muestra.
- Análisis Aproximado: es la determinación del porcentaje de uno o más de los constituyentes de una muestra, los cuales, bajo la acción de cierto tratamiento, reaccionan de manera similar.

- Análisis elemental: es la determinación del porcentaje de cada uno de los elementos de una sustancia dada. Este tipo de análisis, por lo general se aplica en el análisis de compuestos Orgánicos, con objeto de ayudar a establecer la fórmula de la sustancia.

3.9.3 Clasificación de los métodos analíticos de acuerdo al tratamiento que se le da a la muestra durante el análisis. (3,5)

- Análisis destructivo: cuando para llevar a cabo el análisis es necesario que la muestra se descomponga en otras sustancias más sencillas.
- Análisis no destructivo: cuando para conocer el contenido de un compuesto en una muestra, no necesitamos cambiar la composición original de la muestra.

En estos métodos se miden propiedades físicas como: color, densidad, diferencia de potencial etc.

3.10 Etapas de un Análisis Cuantitativo: (2, 6, 11,13)

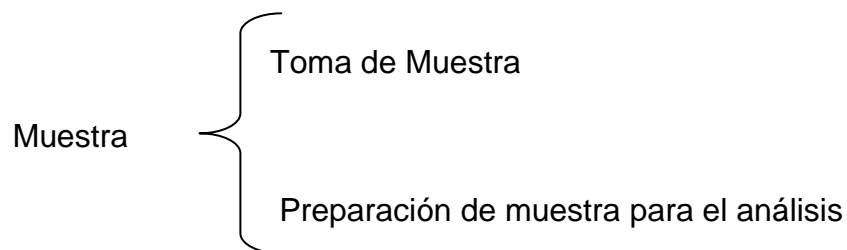
Aunque los métodos difieren entre si, un análisis cuantitativo típico comprende una secuencia de etapas, para cada una de esta se establecen ciertos etapas para que el método sea eficaz o simplemente sencillo para realizarlo.

3.10.1 Selección de un método de análisis.

Es el primer paso fundamental en cualquier Análisis Cuantitativo. Uno de los factores que hay que considerar al elegir un método es el nivel de exactitud requerido, número de muestras que se quiere analizar así como la cantidad de sus componentes.

3.10.2 Muestreo.

Para que un análisis proporcione la información importante debe efectuarse en una muestra que tenga una composición tal que sea representativa del material donde se tomo. Con frecuencia el muestreo es la etapa más difícil de un análisis y el que conduce a un mayor error, donde el resultado final de un análisis va a ser más confiable de lo que es la etapa de muestreo.



3.10.3 Procesamiento de la muestra

Consiste en procesar la muestra, a veces no es necesario efectuar este paso por lo que se procede a la etapa de medición directa.

3.10.4 Pesada

Los resultados analíticos se expresan en términos relativos, ya sea de unidades de peso o volumen del componente presente en la muestra. Si se realiza la determinación en forma gravimétrica debe pesarse también el

producto que se obtiene al final del análisis; si se sigue un método volumétrico se necesita preparar soluciones de concentración conocida.

3.10.5 Disolución de la muestra

Se debe hacer en un disolvente capaz de disolver todos los componentes de la muestra.

3.10.6 Eliminación de interferencias.

Proceso en el cuál se aíslan los constituyentes de la muestra ya sean naturales o sintéticos y evitar así interferencias en la determinación del compuesto deseado.

3.10.7 Calibración y medición.

Los resultados analíticos dependen de la medición final que se realizan de acuerdo a la clase de análisis.

3.10.8 Cálculo e interpretación de resultados.

Son los valores numéricos obtenidos en la práctica, que guardan una relación directa con la cantidad de especie presente en la muestra.

3.10.9 Evaluación de resultados.

En esta última etapa es la evaluación de cada proceso que se dará si el resultado es fiable en la cuantificación de las muestras existentes de cada método y se puede decir si dicho método cumple con las características que evalúen si es confiable realizarlo o simplemente no cumple con las condiciones que se han considerado.

3.11 Método Gravimétrico. (2,3,13)

3.11.1 *Fundamento.*

Sistema de métodos de Análisis Cuantitativo, que consisten en separar o aislar de una muestra pesada analíticamente, componentes determinados, finalizándose con una medición de peso. Cuando se obtiene el peso y composición Química, se deduce matemáticamente el contenido del elemento o compuesto en estudio. El Análisis Gravimétrico implica la preparación y pesado en gran estado de pureza de un elemento o compuesto de composición y concentración conocida y que se encuentre en relación estequiométricamente definida con la sustancia a determinar.

3.11.2 *Concepto.* (6)

El Análisis Gravimétrico es, la determinación de la masa de un compuesto puro, con el que el analito está relacionado químicamente.

En este método la determinación de una sustancia en una muestra se realiza indirectamente, por medición de una solución de peso conocido, requerido para reaccionar con otra sustancia químicamente conocida.

3.11.3 *Requisitos de los Métodos Gravimétricos.*

1. La reacción a desarrollarse debe estar definida con anterioridad.⁽³⁾
2. La reacción debe ser rápida.
3. La reacción debe ser completa (Estequiometría)

3.11.4 *Estequiometría.* (14)

Concepto.

La Estequiometría es la medición de las relaciones ponderales entre los constituyentes de una sustancia y productos de las reacciones. Su aplicación al Análisis Cuantitativo es fundamental y relativamente sencilla.

La Estequiometría es la que combina las relaciones ponderales (o de masa) entre reactivos y productos en una reacción química.

3.11.5 Clasificación de los Métodos Gravimétricos en Base a Métodos de separación de la Sustancia:

- Métodos de Precipitación.
 - Métodos por Volatilización o Desprendimiento.
 - Métodos Electrogravimétrico
 - Otros métodos físicos de separación.
- { Extracción con Solventes
- { Métodos Cromatográficos.

3.11.5.1 Método de Precipitación. (2, 3, 5)

Fundamento.

En el método de precipitación, el componente que se desea determinar se precipita de la solución en forma de un compuesto escasamente o poco soluble, el método más común de lograrlo es hacer que la sustancia estable precipite de una solución, dejando tras ella los materiales que podrían

contaminar y alterar la composición de la sustancia, luego se separa de los demás constituyentes de la muestra por filtración.

El análisis se completa determinando el peso de este precipitado, o el de alguna sustancia formada a partir de él, realizándose por medio de tratamientos adecuados.

La gravimetría por precipitación, separa el componente a determinar por medio de una precipitación, filtración, calcinación y pesada.

Los métodos de precipitación son los más importantes en el Análisis Gravimétrico.

Etapas del Método de Precipitación: (2,6)

- Pesada de muestra.
- Disolución.
- Adición de un precipitante para obtener un compuesto poco soluble.
- Separación del precipitado (filtración).
- Purificación del precipitado (lavados).
- Calcinación.
- Enfriamiento de la muestra.
- Pesada del precipitado.

Requisitos que deben tomarse en cuenta en los Métodos de Precipitación:

(2,6)

- El precipitado formado debe poseer baja solubilidad para que no existan pérdidas debido a la misma.
- El precipitado debe tener características físicas que le permitan separarlo fácilmente de la solución y puedan eliminarse las impurezas con el lavado.
- Alta filtrabilidad ya que un precipitado debe ser posible separarlo de la solución en forma rápida.
- Si el tamaño de las partículas es grande será más fácil de filtrar, en cambio si son pequeñas, tendremos el proceso de filtrado y lavado bastante lento.
- El precipitado debe poder transformarse en una sustancia pura de composición química definida, esto se logra por calcinación o por tratamiento químico, mediante un reactivo apropiado.

Cuando se obtiene un precipitado en forma de cristales perfectos de gran tamaño se minimizan los problemas de impurezas.

Formación de Precipitados : (11)

La formación del precipitado es un proceso dinámico, en donde se lleva a cabo un equilibrio entre un sólido y la solución que se da por diferentes procesos:

- Nucleación: Mecanismo por el cual se forma un número mínimo de átomos, iones o moléculas para formar un sólido estable.

- Crecimiento de Partícula: Consiste en la formación de depósitos de iones procedentes de la solución, sobre la superficie de las partículas sólidas presentes.
- Agregación de Partículas: Consiste en la agregación de partículas sólidas que se inician al chocar entre sí y quedar pegadas, por un proceso que compite con el desarrollo del cristal para dar lugar a partículas de mayor tamaño a partir de la solución.

Agentes Precipitantes Inorgánicos: (2)

Los precipitantes inorgánicos frecuentemente utilizados son los ácidos y sales comunes. Los agentes precipitantes inorgánicos funcionan con la formación, de las especies a determinar, de sales poco solubles u óxidos hidratados.

Cuadro N° 1: Agentes Precipitantes Inorgánicos.

| AGENTE PRECIPITANTE | ELEMENTO PRECIPITADO |
|--------------------------------|--|
| H ₂ SO ₄ | Sulfatos, Sales de Bario o Bromo. |
| HCl | En Minerales: Sílice de los Silicatos, Cloruros Insolubles. |
| NaHCO ₃ | Óxidos Hidratados |
| NH ₃ (ac) | Be:(BeO); Al:(Al ₂ O ₃); Fe:(Fe ₂ O ₃) |

Agentes Precipitantes Orgánicos: (2)

Estos agentes forman precipitados, que hacen que sean insolubles en agua pero solubles en solventes orgánicos, y productos no iónicos ligeramente solubles.

Los reactivos que determinan este tipo de compuestos se denominan Agentes Quelantes y sus productos se conocen como Quelatos.

Como ejemplo de agentes Quelantes se tienen:

- 8-Hidroxiquinolina.
- Dimetilglioxina.

Precauciones que se deben tomar en cuenta para evitar la contaminación de precipitados: (11)

- Emplear una solución diluida, para hacer más lento el proceso de desarrollo del cristal. Los precipitados más solubles requieren soluciones más concentradas.
- Agregar el precipitante con lentitud, evitando así una sobresaturación.
- Agitar la solución para mantener constante la sobresaturación y lograr que el crecimiento del cristal sea más uniforme.
- Mantener alta la temperatura. Las temperaturas altas aceleran los procesos de equilibrio.

Cuadro N°2: Factores que Afectan la Solubilidad de los Precipitados

| FACTORES QUE AFECTAN LA SOLUBILIDAD DE LOS PRECIPITADOS | SOLUBILIDAD |
|--|---------------------|
| Tamaño de partícula | Disminuye |
| Efecto de pH. | Aumenta y Disminuye |
| Efecto de formación de iones complejos. | Aumenta |
| Efecto de la concentración de electrolitos. | Aumenta |
| Influencia de los solventes. | Disminuye |
| Efecto de la temperatura | Aumenta |

3.11.5.2 Método de Volatilización o Desprendimiento. (2,5)

Fundamento.

En este método, uno o más constituyentes de la muestra son volátiles, o pueden transformarse en sustancias volátiles; generalmente se lleva a cabo por calentamiento. La cantidad de la sustancia que se volatiliza se obtiene por diferencia de los pesos de la muestra, antes y después de la volatilización.

La Determinación por Volatilización puede ser de dos Tipos:

- Método Directo: son aquellos en los que el componente que se desea analizar, se volatiliza por calentamiento y luego se determina la diferencia de peso de la sustancia a analizar.

Se tiene como ejemplo el agua que puede ser separada por calcinación en la mayoría de los compuestos inorgánicos; así, el agua volatilizada se absorbe sobre un desecante adecuado, de tal manera, que el peso del agua volatilizada, puede ser calculado a partir del aumento de peso del desecante.

- Métodos Indirectos: Aquellos donde la sustancia que se desea determinar, se volatiliza, y luego se determina el peso del residuo que queda después de la volatilización, es decir, se basan en una pérdida de peso.

3.11.6 Ventaja de los Métodos Gravimétricos. (3)

- Separa interferencias que impurifican un compuesto, obteniéndola de una forma más pura.

3.11.7 Desventaja de Métodos Gravimétricos. (3)

- Estos métodos son muy lentos debido a que existen muchos pasos para poder obtener el peso de la muestra.

3.12 Métodos Volumétricos. (2,3)

3.12.1 Fundamento.

Los métodos por titulación comprenden un grupo de métodos analíticos que se basan en determinar la cantidad de reactivo de concentración conocida que se necesita para que reaccione por completo el analito en una medición de volumen.

Se puede obtener la concentración de un constituyente en base a los mililitros de un reactivo que son gastados en una determinación.

El reactivo puede ser una solución patrón de un compuesto químico o una corriente eléctrica de magnitud conocida.

Concepto. (3)

El Análisis Volumétrico consiste en la determinación del volumen de una solución de concentración conocida necesaria para reaccionar con la disolución de una cantidad de sustancia pesada o medida volumétricamente, es decir mide el volumen de una solución que contiene suficiente reactivo para reaccionar completamente con el analito.

Una *valoración* es un proceso en el cuál se mide cuantitativamente la capacidad de una sustancia para combinarse con un reactivo. Ordinariamente, esto se lleva a cabo por la adición controlada de un

reactivo de concentración conocida a una disolución de la sustancia a investigar, hasta que luego se complete la reacción entre los dos, entonces es medido el volumen de reactivo gastado. Se dará por terminada esta reacción hasta que el indicador agregado cambie de color que indica la finalización de la reacción.

3.12.3 Requisitos Fundamentales para que se de una Reacción Volumétrica.

- La reacción entre el constituyente buscado y el reactivo de concentración conocida debe ser sencilla; la reacción servirá de base a los cálculos.
- La reacción debe ser ESTEQUIOMETRICA; los cálculos a efectuar con los datos exigen una reacción definida tal que pueda ser descrita por una ecuación química ajustada.
- La reacción debe ser rápida, con el objeto de que la valoración pueda realizarse en poco tiempo; una valoración implica adición del reactivo en pequeños incrementos y observación de la disolución para el punto final; la reacción debe proceder razonablemente en alto grado a su totalidad.
- La reacción debe ser completa en el momento que se han añadido cantidades equivalentes (estequiométricas) de las sustancias reaccionantes lo cuál permite que puedan realizarse cálculos.
- Debe de disponerse de una disolución patrón como reactivo valorante.
- Debe existir un indicador que señale el punto final de la valoración.
- Deben utilizarse aparatos de medición exactos.

3.12.4 Condiciones que se deben cumplir para la realización de Análisis

Volumétricos. (5)

1. La reacción ha de ser completa, es decir estequiométrica
2. La reacción debe ser instantánea.
3. El punto final debe quedar visiblemente definido, ya sea por cambio de color, o formación de un precipitado.

3.12.5. Aspectos Generales de los Métodos Volumétricos. (5)

Patrón Primario:

Es un compuesto de alta pureza que sirve de referencia en todos los métodos Gravimétricos y Volumétricos.

Un patrón primario debe tener una pureza del 99.9% o más, no debe descomponerse en las condiciones normales de almacenamiento y debe de ser estable al calor y vacío, porque es preciso secarlo, para eliminar trazas de agua adsorbida de la atmósfera.

Requisitos más importantes que debe cumplir un Patrón Primario: (8)

1. Pureza elevada (se debe contar con métodos establecidos para confirmar su pureza).
2. Estabilidad atmosférica.
3. Ausencia de agua de hidratación para que la composición del sólido no cambie con la variación en la humedad relativa.

4. Que sea barato y de fácil obtención.
5. Tener una solubilidad razonable en el medio de la titulación.
6. Tener una masa molar razonablemente grande para reducir al mínimo el error relativo asociado a la operación de pesada.
7. Las sustancias interferentes que acompañan al estándar, tales como impurezas en un patrón primario, deben ser susceptibles de identificar mediante ensayos sencillos de sensibilidad conocida.

Una Solución Patrón o (titulante patrón) es un reactivo de concentración conocida, con el que se lleva a cabo un análisis por titulación, y que puede prepararse de forma directa o por normalización mediante una reacción con un patrón primario.

Comúnmente la concentración de una disolución patrón se puede establecer de las siguientes formas:

- Una cantidad cuidadosamente medida de un compuesto puro es valorado con el reactivo y su concentración es calculada a partir de las medidas de la densidad, peso y el volumen de las sustancias químicas que intervienen.
- La disolución patrón es preparada disolviendo una cantidad cuidadosamente pesada del reactivo puro y luego disolviéndolo en una cantidad determinada de disolvente.

- Es necesario que se tomen en cuenta las propiedades de los patrones primarios, utilizados para un análisis, como se preparan y como se expresan sus concentraciones.
- Sea suficientemente estable para que sólo sea necesario determinar una vez su concentración.
- Reaccionar rápido con el analito para reducir al mínimo el tiempo requerido entre las adiciones del reactivo.
- Reaccionar completamente con el analito para que se alcanza satisfactoriamente el punto final.
- Reaccionar en forma selectiva con el analito para que esta reacción, pueda describirse por una simple ecuación balanceada.

La exactitud de un método de análisis por titulación no puede ser mayor que la exactitud de la solución patrón empleada en la titulación.

Para determinar la concentración de estas soluciones se utilizan dos métodos:

- Método Directo: Se pesa la cantidad exacta del patrón primario, luego se disuelve en el disolvente adecuado y se lleva a volumen final en un matríz volumétrico, hasta que la disolución sea completa. Luego se toma una alícuota, la cual contiene un número determinado de gramos los cuales se calculan dependiendo del volumen del matríz volumétrico y alícuota tomada. Seguidamente valorándose con la solución a estandarizar, hasta su punto final, el cual se determina por un cambio de color del indicador agregado.

En ese momento la reacción entre el valorante y el valorado es completa. En toda valoración directa se utiliza un solo valorante.

- Método Indirecto: En éste método se agrega una cantidad medida de la solución titulante, de concentración conocida en exceso de la cantidad requerida para que reaccione totalmente con el problema; procediéndose después a retitular el exceso con un segundo titulante llamado *Retrotitulante o Retrovalorante* de concentración conocida.

El titulante que se valora contra un patrón secundario u otra solución patrón que se conoce como solución patrón secundario, su concentración esta sujeta a una mayor incertidumbre que la que corresponde a la solución de un patrón primario por lo que sus disoluciones se preparan en medidas aproximadas de peso y volumen que luego se normalizan o estandarizan.

La concentración exacta se determina luego a partir del volumen de disolución gastado del peso del patrón primario y del peso equivalente que corresponde a la reacción de valoración.

Muy pocos reactivos cumplen con todos estos criterios, de esta forma el analista sólo tiene acceso a un mínimo limitado de patrones primarios. Por esta razón a veces es necesario utilizar compuestos menos puros, o patrones

secundarios en lugar de un patrón primario; teniendo primero que determinar la pureza de este patrón secundario.

Valoración por Retroceso o Retrotitulación. (10)

Este método suele emplearse cuando la velocidad de reacción entre el analito y el primer reactivo titulante es lenta o cuando la solución patrón es inestable, o cuando se necesita un exceso del primer reactivo para llevar a cabo por completo la reacción con el analito.

El proceso mediante el cual es determinada la concentración de una disolución patrón por valoración de un patrón primario es llamado NORMALIZACION O ESTANDARIZACION; determinado por su titulación, cantidad cuidadosamente medida por un patrón primario o secundario, utilizando instrumentos de medición exacta. Se dice entonces que el valorante es una disolución estándar de concentración exactamente conocida.

La titulación se realiza añadiendo con una bureta u otro artefacto automatizado que haga contacto con la solución patrón a la solución del analito hasta que la reacción se considere completa.

El volumen de reactivo requerido para completar la titulación se determina por diferencia entre las lecturas inicial y final.

Para detectar los puntos finales también se utilizan instrumentos que responden a los cambios de ciertas propiedades de la solución durante una titulación, entre ellos tenemos: colorímetros, turbidímetros, instrumentos que miden temperatura, voltímetros, conductímetros y potenciométricos.

En una titulación uno de los métodos más comunes utilizados en el análisis volumétrico para la detección del punto final es el uso de compuestos químicos suplementarios que exhiben cambios de color como resultado de los cambios de concentración estos se denominan *indicadores* los cuales se agregan a la solución del analito para obtener un cambio físico apreciable (punto final) en ó cerca del punto de equivalencia.

Estos cambios se dan precisamente en la zona del punto de equivalencia que es el que hace que cambie la forma del indicador, siendo los más típicos la aparición o desaparición de un color, aparición o desaparición de turbiedad.

Métodos Principales de Indicación del Punto final: (15,10)

- Amperométrico.
- Conductométrico.
- Coulombimétrico.
- Cambio del color de la sustancia que se valora.
- Formación de productos solubles de color diferente.
- Formación de un segundo precipitado de color diferente a partir del precipitado principal.
- Indicadores ácido-base.
- Indicadores de adsorción.

Normalmente es posible estimar el error de la valoración con una *valoración en blanco*, en la cuál se lleva a cabo el mismo procedimiento pero sin el analito.

La validez de un resultado analítico depende de que se sepa la cantidad de uno de los reactivos usados.

Entre los métodos para determinar el momento en que se ha consumido el analito se citan: ⁽¹⁰⁾

- Detectar un cambio brusco de voltaje o de corriente entre un par de electrodos
- Observar un cambio de color del indicador.
- Formación de un precipitado coloreado.

Solución Estándar o Solución Patrón: Es aquella cuya concentración es exactamente conocida y se prepara disolviendo una cantidad exactamente pesada del reactivo puro en un volumen dado del disolvente.

3.12.6 Tipos de Reacciones Empleadas en Análisis Volumétrico

1. Valoración por Neutralización.
2. Valoración por Precipitación.
3. Valoración con Formación de Complejos.
4. Valoración de Oxidación – Reducción.

3.12.7 Tipos de Reacciones Volumétricas

3.12.7.1 Volumetría de Neutralización.

Se considera desde el punto de vista de su comportamiento ó por sus propiedades observables:

- Ácidos: sustancias que vuelven rojo el papel azul de tornasol, poseen sabor ácido.
- Bases: sustancias que vuelven azul el papel rojo de tornasol, resbaladizos al tacto, poseen sabor amargo.

Cuadro N°3 Conceptos Teóricos de Ácidos y Bases dependiendo de su estructura y reacciones que presentan:

| TEORIA | ACIDO | BASE | NEUTRALIZACION |
|-----------------|--|---|--|
| Arrhenius | Sustancia que en disolución acuosa libera H^+ . | Sustancia que en disolución acuosa produce OH^- . | Sal y agua. |
| Brönsted- Lowry | Sustancia que cede protones (H^+). | Sustancia que acepta protones (H^+). | Sustancia con enlace covalente. |
| Lewis | Sustancia que tienden a aceptar pares de electrones. | Sustancias que tienden a ceder pares de electrones. | Sustancia con enlace covalente coordinado. |

La neutralización es la reacción entre los H^+ del ácido y los OH^- de bases, con formación de agua.



Peso Equivalente de Neutralización: Peso de la sustancia que puede suministrar, reaccionar con o ser químicamente equivalente a un átomo gramo de protones (H^+) en la reacción que tiene lugar.

Los estándares utilizados en los métodos de neutralización se clasifican en:

Patrones Primarios Alcalinos:

Carbonato de Sodio,.

Bicarbonato de Potasio.

Bórax.

Patrones Primarios Ácidos:

- Ftalato Ácido de Potasio.

- Ácido Benzoico.

- Ácido Oxálico.

La Acidimetría comprende todas las volumetrías de Neutralización en que se determina la cantidad de base de una muestra por valoración con un ácido patrón.

La Alcalimetría es la medida de la cantidad de ácido de una muestra por valoración con álcali patrón.

Las Valoraciones de Neutralización se clasifican en:

- Valoraciones Ácido-Base en medio acuoso
- Valoraciones Ácido-Base en medio no acuoso.

Clasificación de Valoraciones Ácido Base en medio acuoso.

- Valoraciones de un Ácido Fuerte frente a Base Fuerte.
- Valoraciones de un Ácido Débil frente a Base Fuerte.
- Valoraciones de una Base Débil frente a Ácido Fuerte.
- Valoraciones de Base Débil frente a Ácido Débil.

Valoración de un Ácido Fuerte frente a Base Fuerte: (10)

En solución acuosa, los ácidos y las bases fuertes se encuentran totalmente disociados; por lo tanto, el pH a lo largo de la titulación se puede calcular directamente de las cantidades estequiométricas de ácido y base que van, reaccionando.

En las titulaciones ácido-base es común preparar las soluciones del ácido y de la base a una concentración aproximada a la que se desea tener, y después estandarizar una de las soluciones con un estándar primario.

La solución así estandarizada se puede utilizar como estándar secundario para obtener la normalidad de la otra.

Este tipo de valoraciones presentan una curva en forma de S en la cuál si se coloca la sustancia valorante en el erlenmeyer siendo este un ácido, se iniciarán en la parte baja de la ordenada terminando en la parte superior.

En este tipo de curvas se plotea el pH resultante en la ordenada contra los mililitros del valorante los cuáles se ubican en la abscisa. (En este caso la base).

Las soluciones concentradas de ácidos y bases fuertes, resisten grandes cambios en el pH y las curvas de titulación son planas en un rango de pH bastante amplio.

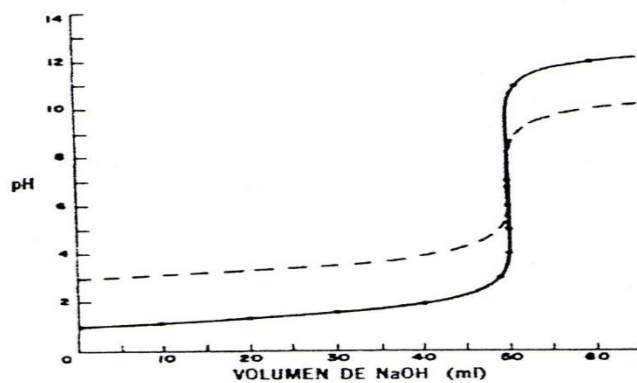
Estas soluciones se pueden emplear para mantener constante el pH a valores muy altos o muy bajos.

Cuadro N°4: Ácidos y Bases Fuertes Comúnmente Utilizados:

| ACIDOS FUERTES | BASES FUERTES |
|--------------------------------------|---------------|
| HCL | NaOH |
| HNO3 | KOH |
| HCLO4 | Ca(OH)2 |
| H2SO4. En su Primera disociación. | Ba(OH)2 |

Estos ácidos considerados fuertes por su acción en disolución acuosa se pueden interrelacionar así: Ácido Fuerte-Base Fuerte en forma indiscriminada siempre tomando 1-1.

Cuando se está valorando una solución de concentración desconocida con un estándar primario, se nombra primero el valorante, en este caso el que se encuentre ubicado en la bureta, seguidamente el estándar primario.



La línea continua representa la valoración de 50.00 ml de ácido clorhídrico 0.1N con solución de hidróxido de sodio. La línea de trazos es la curva de valoración en valoración 50.00 ml de ácido clorhídrico 0.001N con hidróxido de sodio 0.001N.

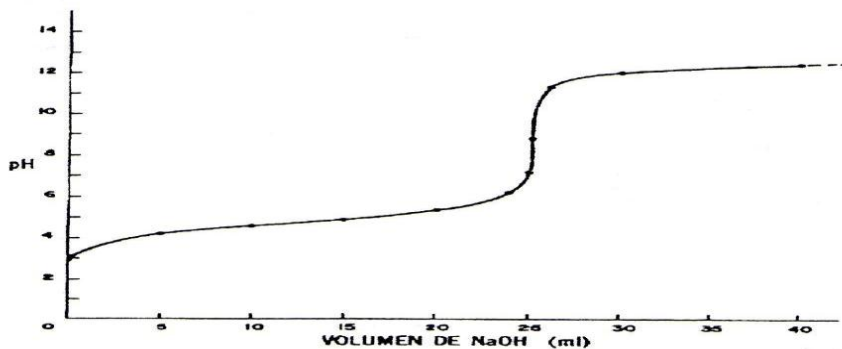
Figura N°2 Curva de Valoración Reacción Acido Fuerte-Base Fuerte

Valoración Ácido Débil frente a Base Fuerte: (5)

En este tipo de valoraciones interviene un ácido débil monoprótico y en su disociación su respectiva sal.

Entre las diferencias con una valoración Ácido Fuerte- Base Fuerte tenemos:

1. La concentración del ion H^+ en un inicio es considerablemente más pequeña que la de un ácido fuerte.
2. En los primeros momentos de la valoración el pH de la disolución aumenta con rapidez debido a que la ionización del ácido débil está restringida por efecto del ion común del anión que se forma en la neutralización.



Curva de valoración obtenida en la valoración De 25.00 ml de ácido acético 0.1 N con una Solución de 0.1 N de Hidróxido de Sodio

Figura N°3 Curva de Valoración Reacción Acido Débil-Base Fuerte

Valoración de una Base Débil frente a Ácido Fuerte: (5)

Los Ácidos Fuertes reaccionan de modo completo con el disolvente dando su respectivo ácido conjugado.

Valoración de una Base Débil frente a Ácido Débil: (5)

Este tipo de valoraciones representan reacciones incompletas con el disolvente; en consecuencia, la concentración de iones hidronio o hidroxilo de sus respectivas soluciones son menores que la concentración formal del reactivo.

Indicadores de Neutralización (Ácido-Base). (1,3,5,7)

Son sustancias que cambian de color dependiendo de la $[H^+]$ presentes en la solución; se utilizan para:

- Detectar el punto final y el de equivalencia.
- Medición de pH.

Químicamente se definen como: Ácidos o Bases débiles, cuya forma sin disociar tiene color diferente a la forma disociada cuyo color en solución depende del pH de la misma.

Requisitos Necesarios para la Utilización de Indicadores:

Color fuertemente pronunciado y mostrar su forma disociada marcadamente diferente al color de la forma sin disociar.

- Su color debe permanecer estable, no cambiar al dejarse en reposo.
- Debe poseer una solubilidad adecuada.

Para determinar cuando se alcanza el punto de equivalencia, se aprovecha el gran cambio de pH que ocurre en las titulaciones y la coloración del indicador.

Condiciones Importantes para la Utilización de Indicadores Ácido-Base:

- El indicador utilizado debe poseer un intervalo de viraje que coincida o comprenda al pH del punto estequiométrico de la valoración.

El rango de pH varía de $\frac{10}{1}$ a $\frac{1}{10}$

- Debe utilizarse una cantidad pequeña de indicador.
- El primer cambio de color detectable del indicador debe ser tomado como punto final.

Cuadro N°5: Algunos Indicadores Ácido-Base Comúnmente Utilizados.

| INDICADOR | CAMBIO DE COLOR AL AUMENTAR EL pH | RANGO DE pH |
|----------------------|-----------------------------------|-------------|
| Ácido Pícrico | Incoloro a Amarillo | 0.1-0.8 |
| Azul de Timol | Rojo a Amarillo | 1.2-2.8 |
| Anaranjado de Metilo | Rojo a Amarillo | 3.1-4.4 |
| Azul de Bromofenol | Amarillo a Azul | 3.0-4.6 |
| Rojo de Metilo | Rojo a Amarillo | 4.2-6.2 |
| Tornasol | Rojo a Azul | 5.0-8.0 |
| Rojo Neutro | Rojo a Amarillo | 6.8-8.0 |
| Fenolftaleina | Incoloro a Rojo Violáceo | 8.0-9.6 |
| Rojo de Fenol | Amarillo a Rojo | 6.8-8.4 |

Preparación y Estandarización de Ácidos Fuertes.

En el laboratorio se acostumbra preparar y estandarizar soluciones de ácidos de concentración desconocida, las que se utilizarán para su posterior estandarización, y luego para análisis de muestras de concentración desconocida.

Se prefiere utilizar ácidos como estándar de referencia permanente ya que se conservan con mayor facilidad.

Factores a considerar al elegir un Ácido para una Solución Estándar (2) :

- El ácido debe ser fuerte, altamente disociado en solución.
- El ácido no debe ser volátil.
- El ácido no debe ser un agente oxidante fuerte (HNO_3) para que no destruya los compuestos orgánicos que se utilizan como indicadores.

El Ácido Clorhídrico y el Sulfúrico son los que más se emplean para preparar soluciones Estándar.

El Ácido Nítrico se utiliza muy escasamente debido a que es un agente oxidante fuerte y sus soluciones se descomponen con calentamiento.

Las Soluciones Estándar se preparan de la siguiente manera:

Disolviendo una cantidad exactamente pesada, del reactivo puro, en un volumen determinado de disolvente (generalmente es agua); en este tipo de reactivos se determinan soluciones de concentración aproximada, que luego se valora o estandariza para conocer su concentración exacta.

La estandarización se realiza midiendo el volumen de esta solución (de concentración aproximada) necesaria para reaccionar cuantitativamente con un peso exacto de un reactivo completamente puro llamado Patrón Primario, descrito anteriormente.

El Carbonato de Sodio, Na_2CO_3 , se utiliza mucho como estándar primario para soluciones de ácidos fuertes, disponible fácilmente en un estado puro, algo higroscópico pero fácil de pesar.

Preparación y Estandarización de Bases Fuertes. (5)

Las bases utilizadas más comúnmente en este tipo de soluciones son:

El Hidróxido de Sodio, es también conocido como soda cáustica o lejía de soda, el cuál expuesto al aire absorbe rápidamente Dióxido de Carbono y humedad, convirtiéndose en Carbonato de Sodio, siendo esta la causa de error más frecuente en las titulaciones de bases. Es difícil obtenerlo en estado puro.

Para preparar la solución de NaOH, debe ser preparado con agua libre de CO₂, la cuál se prepara hirviendo agua destilada y seguidamente enfriándola para evitar que vuelva a absorber el Anhídrido Carbónico.

Si se prepara la solución con el agua sin hervir se formará un precipitado de Na₂CO₃, luego la solución preparada puede ser estandarizada antes de que se utilice titulándose con un ácido de concentración conocida.

El Hidróxido de Potasio no ofrece mayor ventaja sobre el NaOH y es más caro, como también, el Hidróxido de Bario Ba(OH)₂, Hidróxido de Calcio Ca(OH)₂, Hidróxido de aluminio Al(OH)₃.

El Ftalato Ácido de Potasio, es un estándar primario muy utilizado para soluciones básicas como también son excelentes estándares primarios los ácidos como Ácido Oxálico, Ácido Sulfámico etc.

Valoraciones Ácido-Base en medio no Acuoso. (3, 11)

En los Análisis Volumétricos se emplean métodos que se basan en reacciones de Neutralización, en ellos se hace uso de una solución tipo de un ácido (Ácido Acético) o de una base para valorar los iones hidroxilo o hidronio liberados al disolver la muestra en el solvente.

Los ácidos y las bases que en solución no acuosa se disocian, la valoración se lleva acabo en el medio no acuoso, ya que es imposible realizar la valoración en el agua, debido a que la fuerza del ácido y base en el solvente

no acuoso ya no es débil pues actúan con la misma fuerza.

Estos ácidos y bases se analizan satisfactoriamente realizando su volumetría en medios no acuosos entre estos disolventes tenemos:

- Ácido acético glacial.
- Benceno.
- Cloroformo.
- Dioxano.
- Metanol

En una solución acuosa de un ácido débil, la situación de valoración cabe describirla como una competencia entre el soluto ácido y el disolvente ácido por la base valorante.

Por tanto, ni las sustancias débilmente ácidas, ni las débilmente básicas resultan fáciles de valorar en solución acuosa, a causa del efecto preponderante del disolvente, que actúa como un ácido o base débil en competencia.

Disolventes Disociables y no Disociables. ⁽⁶⁾

Las propiedades Químicas y Físicas de los disolventes constituyen razones prácticas, para determinar el empleo de un disolvente; así, para que tenga

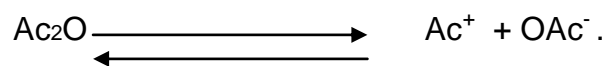
amplia utilidad en el análisis, debería ser líquido a temperatura ambiente, y no presentar alto grado de toxicidad.

De las propiedades de un disolvente que pueden afectar su uso, tres de ellas merecen especial atención:

- Capacidad de Autodisociación.
- Carácter Ácido-Base.
- Constante Dieléctrica.

Los disolventes se clasifican en Disociables y No Disociables.

Algunos disolventes se disocian sin producir el protón solvatado. El Anhídrido Acético es una de estas sustancias.



Ac⁺ que es una abreviatura de CH₃CO⁺, es el ion acetilo. Eteres e hidrocarburos son ejemplos de disolventes no disociables.

Carácter Ácido-Base:

La acidez como la basicidad, son cualidades relativas, ya que para definir las se requiere de un patrón de referencia.

Los disolventes protogénicos originan un protón solvatado en la disociación.

Ejemplos de ellos: Ácido Acético, Ácido Sulfúrico.

Los disolventes protofílicos son los capaces de aceptar un protón siendo disolventes disociables o no disociables, Anhídrido Acético, Éter, Piridina .

Los disolventes anfipróticos pueden aceptar o dar un protón; dentro de los ejemplos tenemos agua y alcoholes.

Efectos Nivelador y Diferenciador. (10)

El carácter ácido o básico de un disolvente es de crítica importancia cuando el disolvente se emplea para proporcionar un medio de valoración para un soluto que es ácido o básico.

El soluto reaccionará con el disolvente en una extensión determinada por las fuerzas relativas de los dos, donde encontramos dos posibilidades:

- El soluto reacciona prácticamente por completo con el disolvente. Se dice que el disolvente es nivelador cuando hay idéntica fuerza que se nivelan por fuerzas de los iones.
- El soluto no reacciona por completo con el disolvente.

Se dice que es un disolvente diferenciador cuando la reacción no se desplaza totalmente hacia la derecha.

3.12.7.2 Volumetría de Precipitación. (3,5)

En el análisis volumétrico existe un grupo de reacciones de sustitución en donde uno de los productos es insoluble, y por ello, estos métodos tienen como base la formación de un precipitado, es decir: son aquellas en las cuáles

La especie que se está determinando forma un compuesto poco soluble con el titulante.

Para llegar a formar una valoración de precipitación la reacción que se forma, se debe a un precipitado ligeramente soluble, el cuál ha de satisfacer requisitos importantes:

- La velocidad de reacción entre el agente precipitante y la sustancia que ha de precipitar debe ser rápida.
- La reacción ha de ser cuantitativa y debe transcurrir conforme a una ecuación estequiométrica definida.
- Debe disponerse de un medio razonable simple y cómodo para identificar el punto en el cuál la cantidad de precipitante agregado es estequiométricamente equivalente a la sustancia que se precipite.
- Debe formar un producto de composición reproducible y de baja solubilidad.

Causas de Error en Volumetría de Precipitación. (5)

- Las precipitaciones son generalmente lentas y no se inician de inmediato,

queda ión Cloruro libre, pero cuando ha desaparecido todo, una nueva gota de solución de Nitrato de Plata, no producirá más precipitado, siendo este el punto final de la reacción.

Para apreciar el punto final de la reacción de una manera más sencilla y rápida se añade un indicador que desarrolla distinto color al original cuando se alcanza el punto final en la valoración.

Detección visual del punto final en Argentometría.

En una titulación por Precipitación, el indicador es una sustancia que produce con el titulante una reacción de precipitación, que va acompañada de un cambio de color, y que esto ocurre a un valor de pH cercano al del punto de equivalencia.

El punto final de una reacción en los análisis por métodos de precipitación puede determinarse de tres formas:

- Añadiendo una solución tipo a la solución de la sustancia por analizar, hasta que no se forme precipitado Ejemplo: Determinación del ión cloruro, con solución tipo de Nitrato de Plata.
- Añadiendo solución tipo a una sustancia transparente de la sustancia por analizar, hasta que se forme el precipitado.

- Mediante la adición de un indicador apropiado.

Existen tres métodos diferentes para la determinación de haluros:

- Método de Morh: Formación de un precipitado coloreado.
- Método de Volhard: Formación de un compuesto coloreado.
- Método de Fajans: Método con indicador de adsorción.

Método de Morh. ⁽⁶⁾

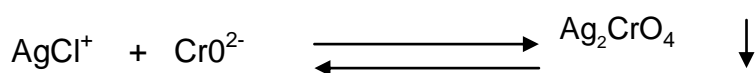
Fundamento.

Se considera un método directo, para determinar iones cloruros y bromuros de metales alcalinos, magnesio y amonio el cuál consiste en: si a una solución neutra de Cloruros se agrega solución valorada de Nitrato de Plata, en presencia de una pequeña cantidad de solución de Cromato de Potasio al 5%, que actúa como indicador, en el punto final, los iones Cromato se combinan con los iones Plata, para formar Cromato de Plata rojo, escasamente soluble.

El Cromato de Plata se forma por adición de un ligero exceso de Nitrato de Plata, sólo después que prácticamente ha sido precipitado todo el ion Cloruro en forma de Cloruro de Plata.



Blanco.



Método de Volhard. (6)

Fundamento.

Método de valoración indirecta, utilizado para la determinación de Plata y compuestos de Plata, aniones que se precipitan con plata como Cloro, Bromo, Yodo, SCN^- .

Se utilizan 2 soluciones valoradas, una de AgNO_3 y otra de KSCN las cuales consisten en:

Una solución de cloruros se agrega un exceso cuidadosamente medido de solución de Nitrato de Plata estándar y una cantidad apropiada de Ácido Nítrico, más la solución de Sulfato Ferrico Amónico, todos los iones Cl^- han reaccionado, quedando Plata en exceso; luego se dispone a una segunda valoración.

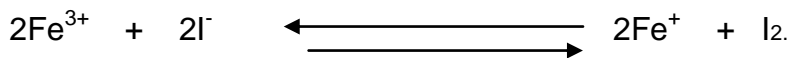
Para saber cuál es el punto final se agrega indicador de iones Fe^{+2} el cuál formará:



Se utiliza el hecho de que el ion férrico en medio ácido forma un complejo de color rojizo con el ión Tiocianato. Esta será una valoración por retroceso o retrovaloración.

En los Yoduros, el problema de remoción del precipitado no es de consecuencia como en la determinación del Cloruro, pues la solubilidad de los precipitados son del mismo orden que del Tiocianato de Plata.

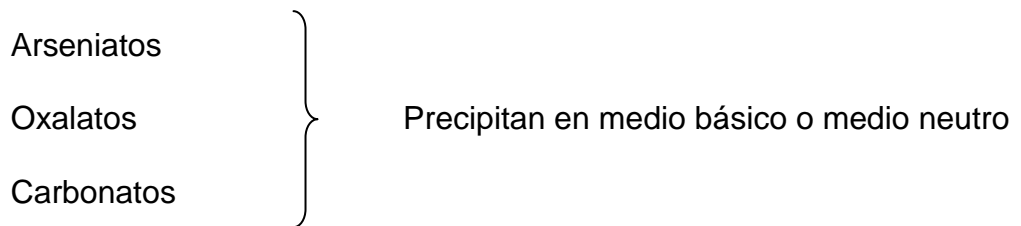
En la valoración de yoduro, la sal Férrica que se emplea como indicador no debe de agregarse, sino hasta que haya Plata en exceso, pues el yoduro en solución reacciona con el ión Férrico.



Condiciones del Método.

- A valores de pH entre $1 < \text{pH} < 2$.

Es decir medio fuertemente ácido, para evitar que ocurra precipitaciones de:



- El precipitado de AgCl debe mantenerse coagulado y aislado del resto de la solución antes de la valoración con SCN



Metátesis

Si ocurre esta reacción no podría observarse con exactitud el punto final ya que la metátesis nos daría error.

Debe evitarse la metátesis:

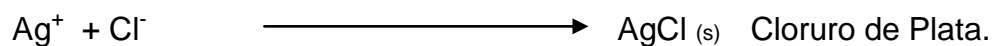
- Filtrando el AgCl y luego titulando el filtrado más las aguas de lavado.
- Por calentamiento, coagulando el AgCl.
- Recubriendo el precipitado con Nitrobenceno.

Método de Fajans. ⁽⁶⁾

Fundamento.

El método de Fajans para los Cloruros es uno de los mejores para la determinación volumétrica de este ión el cuál es un método directo en donde se utiliza como valorante el AgNO₃ y como indicador Fluoresceína (HFI); el método consiste en:

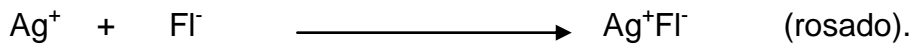
- Al inicio de la reacción, es decir con las primeras gotas de valorante se formara:



Se adsorberán los iones comunes al precipitado y que están en mayor cantidad.

Se llega al punto de equivalencia o estequiométrico cuando todo el Cl- adsorbido reacciona con el Ag⁺ y forman AgCl.

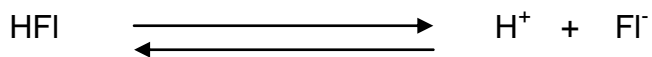
Después del punto de equivalencia al agregar 1 ó 2 gotas de AgNO_3 , al ser adsorbidos los iones FI^- del indicador, se observará el punto final que estará dado por un color rosado debido a la formación de fluoresceínato de plata.



Condiciones del método:

- pH del medio debe ser entre $7 < \text{pH} < 10$.

Si el $\text{pH} < 7$ o sea en medio ácido.



Al aumentar H^+ , disminuyen los iones FI^- y esto impedirá la formación de Fluoresceínato de Plata.

- Debe mantenerse una alta dispersión del precipitado.

Este tipo de precipitado tiene la tendencia a flocular o coagular, y no es deseable esta coagulación, ya que se desea tener una gran superficie de contacto.

3.12.7.3 Volumetría de Complejos. (3,5)

En estas titulaciones se formarán complejos a partir de un Agente Quelante, el cuál se forma por un agente orgánico que tiene dos o más grupos capaces de formar complejos con un ion metálico.

Se dice que los iones complejos son compuestos constituidos por un ion metálico con otros iones o moléculas. Las partes del complejo se mantienen unidas mediante uniones covalentes coordinadas en las cuales el ion o molécula, son diferentes del ion metálico central.

La teoría de Lewis es la que por lo general se considera como la más aplicable en estas titulaciones complejométricas.

Se puede decir que el ion metálico central actúa como ácido de Lewis y los otros iones o moléculas como bases de Lewis.

La mayoría de los iones metálicos reaccionan como donadores de pares de electrones formando complejos o compuestos de coordinación.

La especie donadora, es llamada *ligando*; debe tener disponible al menos un par de electrones no compartidos para formar el enlace. El agua, el amoníaco y los iones de halogenuros son los ligándos inorgánicos más comunes.

- Ligandos Monodentados: Poseen un posible sitio de coordinación (enlace simple) entre ellos tenemos iones Haluro, NH_3 .
- Ligandos Bidentados: Poseen dos sitios de coordinación, entre ellos tenemos: Etilendiamino el cuál reacciona con el Zn^{+2} y Ni^{+2} .

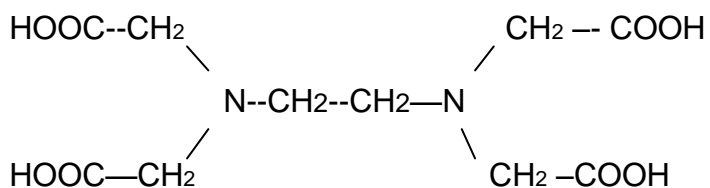
Para que dicho proceso se lleve a cabo, es necesario que se de un enmascaramiento o purificación de las sustancias mediante la adición de un reactivo apropiado, que impide la acción de las sustancias interferentes.

Requisitos que se Llevan a Cabo en los Métodos Complejométricos: (5)

- La reacción de formación de complejos ha de ser rápida.
- Transcurra conforme a una estequiometría definida.
- Posea características definidas para la aplicación de los diferentes sistemas de determinación del punto final.

Existen ligandos multidentados de mucha importancia en la aplicación de valoraciones complejométricas, en las cuáles utilizan como titulante el ácido Etilendiaminotetraacético (EDTA), que es estable con un gran número de iones polivalentes, cuya fórmula estructural es la siguiente:

Figura N° 4 Formula Estructural del EDTA



Cada uno de los átomos de hidrogeno en los grupos carboxílicos (-COOH) experimentan disociación ácida.

La forma neutra del ácido es tetraprótica y se representa con formula H_4Y , que establece complejos en razón de 1:1 debido a que el ion H_4Y posee en total seis grupos funcionales: cuatro grupos carboxílicos y dos grupos aminos, que pueden ocupar cuatro, cinco o seis posiciones de coordinación entorno del ion metálico central.

La sal disodica $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, es un reactivo de uso común que sirve como materia prima para la preparación de soluciones de EDTA estándares que son las que se utilizan en las valoraciones.

Es preciso que el indicador sea de color intenso cuando este enlazado con el metal o cuando este libre, a esta propiedad que poseen los indicadores se le denomina *Métalocrómicos*.

Dentro de los Indicadores Metalocrómicos utilizados en las Titulaciones Complejométricas se tienen:

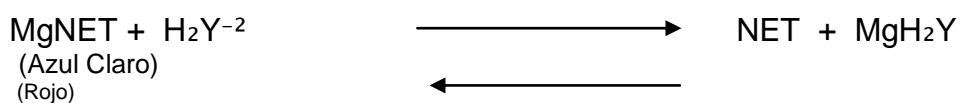
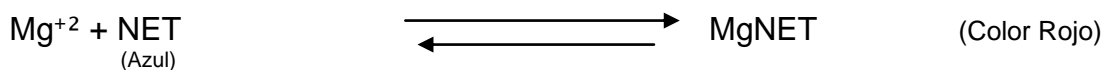
- Negro de Eriocromo T (NET), el más utilizado.
- Calcon.
- Naranja de Xilenol.
- Murexida.

MÉTODOS DE VALORACIÓN CON EDTA: (2,5)

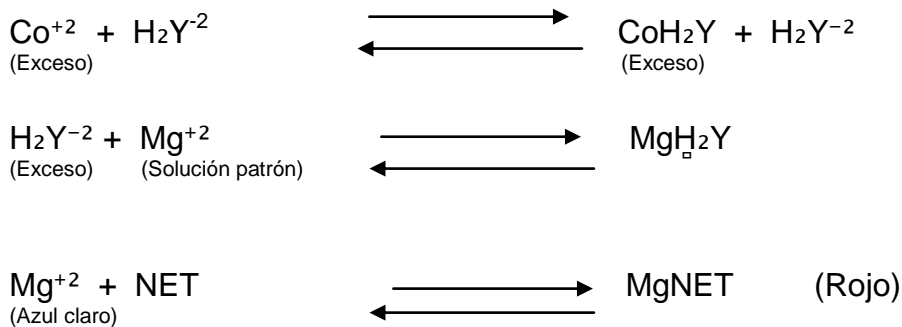
- Valoración Directa: Cuando se agrega el titulante directamente a la sustancia a valorar, manteniendo un pH generalmente de 9-10. La solución buffer utilizada es $\text{NH}_4\text{Cl-NH}_4\text{OH}$ y como indicador el Negro de Eriocromo T (NET).

Entre los cationes que se pueden valorar de manera directa Mg^{+2} , Ca^{+2}

Formándose el complejo:



- Valoración Indirecta o Retroceso: Cuando se agrega en exceso la especie titulante y luego el exceso se valora. Hay casos que no hay indicador satisfactorio o cuando el ion metálico forme complejo con el EDTA muy lentamente.



3.12.7.4 Volumetría de Oxidación-Reducción. (3,6)

Los métodos de Oxidación y Reducción son aquellos en los cuáles se pierden y ganan electrones y dichos electrones se transfieren entre el analito y el titulante.

La *oxidación* es el proceso en que un átomo, ion o molécula pierde uno o más electrones. La *reducción* es la ganancia de uno o más electrones por parte de un átomo, ion o molécula.

Agente Reductor, es una sustancia que pierde uno o más electrones y se lleva a cabo la oxidación.

Agente Oxidante, es una sustancia que gana uno o más electrones y se lleva la reducción.

Propiedades generales que un reductor u oxidante deben cumplir para ser

Utilizados como regulador de estado de oxidación: (3)

- El reductor u oxidante deben ser lo suficientemente fuerte para que la reacción sea completa.
- Deben convertirse en otra sustancia cuantitativa para su estado de oxidación deseado.
- El reductor, o el oxidante deben de reaccionar rápidamente con la sustancia a determinar.

Número de Oxidación: Aquella carga eléctrica que aparenta tener un átomo, un ion o molécula y que puede ser positivo o negativo.

Peso Equivalente: Relación que existe entre el peso molecular y el número de electrones intercambiados.

Ecuación de Nernst: Expresión que relaciona el potencial de semicelda E° , con las concentraciones de la formas oxidada y reducida de la sustancia.

Requisitos que se Llevan a Cabo en los Métodos de Oxidación y Reducción.

- La reacción debe ser rápida y completa.
- Disponer de una técnica indicadora para localizar el punto de equivalencia con una exactitud razonable.
- Que el elemento o constituyente a analizar esté presente en un estado de oxidación.
- En las titulaciones de Oxidación y Reducción existen soluciones patrón que actúan como agentes reductores patrón y agentes oxidantes patrón.

Agentes Reductores Patrón. (3)

- Soluciones de Hierro.
- Tiosulfato de Sodio

Agentes Oxidantes Patrón. (3)

- Permanganato de Potasio y Cerio (IV).
- Dicromato de Potasio.
- Yodo.

Evidentemente, es posible determinar el punto final midiendo con un electrodo el potencial de la solución y graficándolo contra el volumen de titulante, pero, como sucede en otras titulaciones, suele ser más conveniente emplear un indicador visual.

Cuadro N°7: Indicadores Redox Utilizados:

| INDICADORES | FORMA REDUCIDA | FORMA OXIDADA | E° (V) |
|------------------------|----------------|---------------|--------|
| Azul de metileno | Azul | Incoloro | 0.53 |
| Difenilamino sulfónico | Incoloro | Púrpura | 0.85 |
| Sulfato Ferroso | Rojo | Azul Pálido | 1.06 |
| Nitroferroína | Rojo | Azul Pálido | 1.25 |

3.12.8 Diferencias entre Análisis Gravimétricos y Volumétricos. (7,6)

- En un análisis volumétrico se mide exactamente la cantidad de reactivo, equivalente a la sustancia que se va a determinar.
- Muchas reacciones que se producen cuantitativamente pueden ser la base de una titulación o una determinación de peso.
- En los términos Gravimétricos nos limitamos principalmente a la formación de precipitados, mientras que en el análisis volumétrico se puede usar cualquier tipo de reacción.

3.12.9 Ventajas de los Métodos Volumétricos . (7,6)

- Se evitan largas y difíciles separaciones.
- Son más rápidos que los métodos gravimétricos.
- Generalmente son más sensibles, es decir son aplicables a muestras más pequeñas.
- Poseen gran exactitud.

3.13 Métodos Instrumentales

3.13.1 *Introducción.*

Además de los métodos gravimétricos y volumétricos conocidos como métodos clásicos, existen otros métodos que se basan en la medición de propiedades ópticas, eléctricas, térmicas de la muestra que se va a analizar.

A estos métodos se les denomina METODOS INSTRUMENTALES, ya que para hacer la medición cuantitativa de una sustancia, se hace uso de un instrumento medidor de una propiedad específica.

3.13.2 *División de Métodos Instrumentales de acuerdo a la propiedad que se mide:*

- Métodos Electroanalíticos: miden una propiedad eléctrica.
- Métodos Ópticos: miden una propiedad óptica.

Dentro de los más útiles se citan:

- Métodos electroanalíticos:
- Potenciométricos: mide el potencial de un electrodo en equivalencia con la sustancia a analizar.
- Conductométricos: mide la conductividad de una muestra en solución.

Estos métodos se basan en la determinación de un componente metálico, separándolo de una solución por medio de un proceso de electrólisis.

Una electrólisis se lleva a cabo en una celda electrolítica para lograr una reacción electroquímica.

El análisis electrogravimétrico se basa en depositar electrolíticamente el analito en forma de sólido sobre la superficie del electrodo; el aumento de masa del electrodo nos indica cuánto analito había presente.

3.13.3 Requisitos o condiciones necesarias para un análisis electrogravimétrico Cuantitativo. (3,7)

1. Que la sustancia se deposite completamente sobre el electrodo.
2. La sustancia o componente a separar posea una composición definida y pueda adherirse firmemente sobre el electrodo.
3. Que el electrodo usado sea inerte, es decir que su potencial permanezca constante, durante el proceso.

3.13.4 Métodos Potenciométricos. (3)

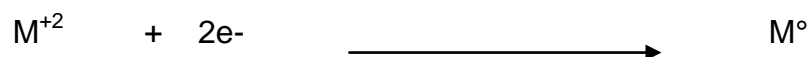
3.13.4.1 *Fundamento de Electroquímica* Parte de la Química que trata de la relación entre corrientes eléctricas y reacciones químicas, y de la conversión de la energía química en eléctrica y viceversa.

Todos los cambios Químicos implican una reagrupación o reajuste de los electrones en las sustancias que reaccionan; por eso puede decirse que dichos cambios son de carácter eléctrico.

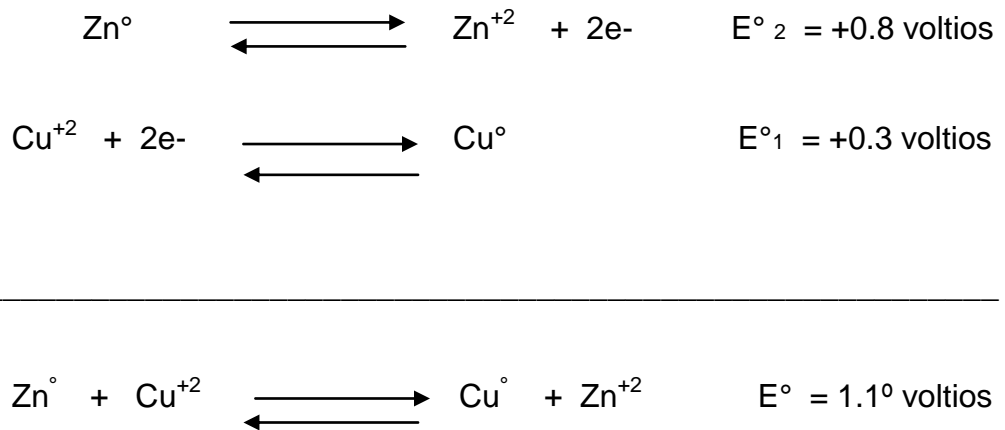
Para producir una corriente eléctrica a partir de una reacción química, es necesario tener un oxidante, es decir una sustancia que gane electrones fácilmente (se Reduzca), y un reductor, una sustancia que pierda electrones con facilidad (se Oxide).

Las reacciones oxido-reducción tienen lugar por transferencia directa de electrones de un elemento que será el que los cede a otro elemento que a su vez es el que acepta los electrones.

Cada semireacción esta caracterizada por un cierto potencial de semicelda o electrodo, el potencial representa la tendencia del metal a oxidarse y formar iones cargados eléctricamente.



No podemos obtener el potencial de un solo electrodo en forma directa, pero si unimos dos semiceldas podemos medir la diferencia de potencial entre dos electrodos de una misma celda.



A este valor de E se le denomina Potencial de Celda y a los valores de E°_1 y E°_2 Potenciales de electródo o de semicelda.

3.13.4.2 Relación entre el Potencial de Electrodo y Concentración. (3,12)

El potencial de un electrodo es una medida de la fuerza química con que una semirreacción tiende al equilibrio.

Así, si un sistema (productos y reactantes) están en equilibrio, no hay cambios y su potencial $E=0$, y en cuanto más se aleje del equilibrio, E será mayor.

Nerst formulo una expresión que relaciona el potencial de una semicelda con la concentración de las sustancias que contiene:

La ecuación de Nerst:

$$E = E^{\circ} - \frac{RT}{nF} \ln \frac{[\text{formula reducida}]}{[\text{formula oxidada}]}$$

En donde E° = Potencial estándar

E = Potencial de semicelda

R = Constante Universal de los Gases = 8.314 Joules/°K

T = Temperatura Absoluta = °K

ne^{-} = Numero de electrones que participan en la reacción

F = 1 Faraday = 96,500 coulombs.

$[\text{red}]$ y $[\text{ox}]$ = Concentraciones Molares de forma Oxidada o Reducida.

Efectuando todas las operaciones de los valores se obtiene la siguiente ecuación:

$$E = E^{\circ} - \frac{0.05915}{ne^{-}} \log \frac{[\text{red}]}{[\text{ox}]}$$

La electroquímica analítica comprende un grupo de métodos para el análisis cuantitativo basado en el comportamiento de una solución de una muestra cuando forma parte de una celda electroquímica.

3.13.5 Tipos de Métodos Electroanalíticos. (3,12)

- Métodos que dependen de la relación directa entre la concentración de cierto parámetro eléctrico como potencial, corriente, resistencia o conductancia.
- Métodos que utilizan alguno de los parámetros eléctricos que se acaban de mencionar para establecer el punto final de una titulación.
- Métodos que agrupan los procedimientos en los cuales el analito se convierte por acción de la corriente eléctrica, en una forma que pueda ser pesada.

3.13.6 Métodos Potenciométricos. (3,7)

3.13.6.1 Fundamento.

La pHmetría se basa en la medida del número de electrones usados en una reacción Química.

La Potenciometría: es el uso de electrodos para medir voltajes y suministrar así información química.

En las medidas potenciométricas, el electrodo indicador responde a los cambios de actividad del analito y el electrodo de referencia se halla en una semicelda aparte produciendo un potencial de referencia constante.

Los electrodos de referencia más utilizados son el electrodo de calomelanos y el de plata-cloruro de plata.

3.13.6.2 Electrodo Indicadores de uso Frecuente

- Electrodo inerte de Pt.
- Electrodo de plata, que responde a Ag^+ .
- Electrodo selectivos de iones.

3.13.6.3 Los métodos potenciométricos pueden realizarse de dos maneras:

- Métodos de Potenciometria Directa: consiste en la comparación directa del potencial de un electrodo sensible a la concentración de iones en la muestra, con el potencial de un segundo electrodo, cuyo valor se mantiene constante.
- Volumetría Potenciométrica: consiste en seguir el curso de una valoración, midiendo la diferencia de potencial entre los electrodos sumergido en la solución a valorar, a medida que se le agrega el valorante.

Este tipo de valoraciones tiene la desventaja que necesita más tiempo que cualquier método volumétrico y también es necesario la utilización de instrumentación especial.

3.13.7 Medición del pH. (7,12)

Para hacer una medición directa del pH se necesita:

1. De un instrumento medidor de potencial llamado Potenciómetro o pHmetro.

2. De dos electrodos que serán los que se sumerjan en la solución, estos electrodos serán:
 - Electrodo de Referencia: posee potencial constante y reproducible durante el paso de pequeñas corrientes; deben ser fáciles de construir.
 - Electrodo Indicador: es el electrodo responsable de la medida del potencial cuando se sumerge en una muestra de concentración desconocida.

3.13.7.1 Características que deben poseer un electrodo Indicador, para que pueda ser utilizado en Potenciometría Directa o para Valoración Potenciométrica.

- Debe existir relación directa entre la concentración de una o más sustancias reaccionantes y el potencial del electrodo.
- El electrodo debe dar una respuesta rápida y reproducible con las variaciones de concentración.

- Debe de poseer una forma física adecuada, para efectuar las lecturas con comodidad.

3.13.7.2 En Potenciometría Directa se necesita un electródo indicador sensible a los iones Hidrógeno entre ellos tenemos.

- Electrodo de Hidrógeno.
- Electrodo de Vidrio: es el más utilizado en la determinación de pH.

3.13.7.2.1 El electrodo de vidrio esta formado por:

1. Electrodo de referencia interna (alambre de plata recubierta con AgCl)
2. Solución de HCl de concentración conocida (1 M) que rodea el electrodo de referencia interno.
3. Bulbo de vidrio especial sensible a la concentración de iones hidrógeno.

El bulbo de vidrio especial esta formado por tres capas:

1. Capa interna hidratada: esta en contacto con la solución de H⁺.
2. Capa de vidrio seca.
3. Capa externa hidratada: en contacto con la solución a determinar el pH.

Una característica especial de este vidrio es su alta afinidad por los protones.

El mecanismo de intercambio dentro de la membrana de vidrio ocurre cuando se hidratan los iones Na^+ y se sustituyen por los iones H^+ .

Es importante que la membrana de vidrio de este electrodo:

1. Debe estar en contacto con agua por lo menos 24 horas antes de su uso.
2. EL vidrio debe de estar hidratado para que sea efectivo el mecanismo de intercambio y que el electrodo actúe como indicador de H^+ .
3. Si pierde agua, el eléctrodo por desecación al aire o al estar en contacto prolongado con agentes deshidratantes, pierde sensibilidad para medir el pH.

Para determinar el pH de cualquier sustancia se deben tomar ciertas condiciones:

1. Calibrar el pHmetro
2. Seleccionar 2 soluciones Buffer cuya diferencia de valores de pH entre ellas excede de 4 unidades y el valor de pH esperado de la muestra caiga dentro de esos rangos.
3. Ajustar las temperaturas de las soluciones.

4. Ajustar con el control de calibración el valor de pH con la solución Buffer de menor pH.
5. Lavar el electrodo con la otra solución y hacer la lectura del valor de pH el cual debe estar en un rango ± 0.07 del valor esperado.
Si esto no se logra, hacer lavados continuos y tomar lecturas hasta que aparezca entre dicho rango.
6. Repetir la estandarización de ambas soluciones hasta obtener valores de pH dentro de un rango de ± 0.02 unidades sin ser necesarios estar ajustando los controles.
7. Lavar los electrodos con la solución muestra y tomar el pH.

Detección del Punto Final:

Existen varios métodos para determinar el punto final de una titulación potenciométrica, el más directo se basa en llevar a un gráfico los datos de potencial en función del volumen de reactivo.

El punto de inflexión en la parte ascendente de la curva se estima visualmente y se toma como el punto final. Otra forma de detectar el punto final implica calcular el cambio de potencial por unidad de volumen titulante.

Ventajas de los Métodos Instrumentales .

1. Fácil manejo del Equipo.
2. Mayor exactitud en la lectura o determinaciones físicas de sustancias.
3. Son sensibles son aplicables a muestras pequeñas.

CAPITULO IV
DISEÑO METODOLOGICO

4.0 DISEÑO METODOLOGICO

El presente trabajo se desarrolló en base a las distintas técnicas y aplicaciones que consta la Química Analítica Cuantitativa (Química Analítica II)

Este trabajo se dividió en cuatro etapas.

1. Investigación Bibliográfica.

2. Investigación de Campo

En la Investigación Bibliográfica se incluyó la información necesaria donde contiene temas referentes a los métodos clásicos de análisis, en la Investigación de Campo se trabajaron con diferentes muestras de medicamentos provenientes de las distintas farmacias comerciales, en la Parte Experimental es donde se detalla más específicamente la realización de cada una de las prácticas de Laboratorio de Química Analítica Cuantitativa (Química Analítica II) y en la Redacción del Trabajo Final se dividió en dos partes, Parte Teórica y Parte Práctica.

4.1 Investigación Bibliográfica.

Se investigo la parte bibliográfica en:

- Libros de Análisis.
- Revistas
- Boletines

- Manuales de Laboratorio.
- Tesis

En los siguientes lugares:

- INSAFORP
- Bibliotecas de Universidades Particulares
- Biblioteca de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador de la cátedra de Química Analítica.

4.2 Investigación de Campo:

Tipo de Estudio

Teórico.

Dentro de la investigación de campo se recopilaron técnicas aplicadas a los Métodos Volumétricos y Métodos Instrumentales (pHmetría) de tal manera que para la realización de prácticas de Química Analítica Cuantitativa se incluyeran formas farmacéuticas como muestra problema, entre ellas podemos mencionar: Suspensión (Hidróxido de Aluminio y Magnesio), Tabletas (Aspirina, Carbonato de Calcio, Ácido Ascórbico, Sulfato Ferroso), Polvo (Suero de Rehidratación Oral), Solución (Peroxido de Hidrogeno) y Formas Puras Grado Reactivo ACS (Bromuro de Potasio).

Se propuso que el tipo de muestras utilizadas en la cátedra de Química Analítica se sustituyera materias prima calidad ACS por productos obtenidos de farmacias comerciales de cuales están detalladas (Ver Cuadro No. 8) utilizando las mismas técnicas y procedimientos para su determinación.

En este trabajo, se recopilaron prácticas correspondientes para los Métodos Volumétricos e Instrumentales (pHmetría) empleados en el Análisis Químico Cuantitativo en los laboratorios de Química y Farmacia de la Cátedra de Química Analítica II.

Los tipos de métodos Volumétricos empleados en Análisis de muestras fueron: Valoración por Neutralización, Valoración por Precipitación, Valoración con Formación de Complejos, Valoración de Oxidación – Reducción.

El método empleado en el Análisis Instrumental fue pHmetría.

En cada uno de los métodos se plasma la preparación de reactivos a diferentes concentraciones como son:

- Soluciones Ácidas (HCl 0.1N, H₂SO₄ 0.1N)
- Soluciones Básicas (NaOH 0.1N, KOH 0.1N)
- Indicadores (Fenolftaleína, Naranja de Metilo, Almidón etc)
- Soluciones Estándar (KHC₈H₄O₄ 0.1N, NaHCO₃ 0.1N, EDTA 0.01M, NaCl 0.01N)
- Soluciones Valorante (KMnO₄ 0.1N, AgNO₃ 0.01N, KSCN 0.1N, KIO₃ 0.1N)

En cada una de las prácticas de laboratorio recopiladas, se plasma diferentes técnicas aplicadas para un total de nueve prácticas en cada una de ellas, se trabajo de la siguiente manera:

- Abastecimiento de Equipo y Material
- Preparación y estandarización de Reactivos.
- Selección de Muestra Problema.
- Preparación de Muestra problema
- Proceso de Cuantificación de Muestra
- Cálculos y Resultados

Se hizo una recopilación de información necesaria de cada una de las subdivisiones de Química Analítica Cuantitativa como son:

- Introducción a la Química Analítica.
- Métodos Gravimétricos.
- Métodos Volumétricos
- Métodos Instrumentales.

(Ver Capitulo III: Marco Teórico)

Con el fin de ampliar conocimientos acerca del Análisis Cuantitativo se realizó una comparación de prácticas de Laboratorio de Química Analítica Cuantitativa y sus respectivos métodos a utilizar: Métodos Volumétricos e Instrumentales (pHmetría).

Se hizo una revisión del manual de laboratorio de la cátedra de Química Analítica I y II tomando como referencia su información Bibliográfica,

métodos empleados, técnicas aplicadas y muestra utilizadas. Basándose en el Manual de Química Analítica, se dispuso hacer una recopilación bibliográfica, donde se detalló los temas incluidos ampliamente y agregando nuevos temas que no están incluidos en dicho manual.

(Ver capítulo V: Resultados)

Por último se propuso una Guía de prácticas de laboratorio de Química Analítica Cuantitativa con la siguiente información:

- Introducción.
- Objetivos
- Seguridad en los Laboratorios
- Reglamento de Seguridad en los Laboratorios
- Reglamento de Comportamiento de los Alumnos de Química Analítica II en los laboratorios.
- Información General sobre las prácticas de Laboratorios
- Parte Experimental:
 1. Nombre del Experimento
 2. Introducción de cada Experimento.
 3. Objetivo General
 4. Equipo, Material, Reactivos.
 5. Preparación de Reactivos.
 6. Estandarización de Reactivos.
 7. Aplicación.

8. Cálculos

9. Causas de Error

10. Preguntas

Cuadro No.8 Diferentes Muestras Analizadas en la Guía de Prácticas de Laboratorio de Análisis Químico Cuantitativo.

| No. de Experimento | Nombre de la Muestra | Elementos de la Muestra |
|--|--|--|
| 1. Volumetría de Neutralización Ácido – Base I | Suspensión Oral de Antiácido Hidróxido de Aluminio y Magnesio | Determinación de Basicidad |
| 2. Volumetría de Neutralización Ácido – Base Parte II | Tabletas de Ácido Acetil Salicílico | Determinación de Acidez |
| 3. Volumetría de Precipitación Método Directo Mohr y Fajans | Suero de Rehidratación Oral | Determinación de Contenidos de Cloruros |
| 4. Volumetría de Precipitación Método de Volhard | Solución de Bromuro de Potasio Sólido Grado reactivo | Determinación de Bromo |
| 5. Valoraciones Complejométricas | Tabletas de Carbonato de Calcio Cada Tableta Contiene | Determinación de Contenido de Calcio |
| 6. Valoraciones de Oxido – Reducción | Tabletas de Sulfato Ferroso | Determinación de Hierro |
| 7. Valoraciones de Oxido – Reducción que involucran Yodo Parte i | Tabletas de Vitamina C | Determinación de Vitamina C |
| 8. Valoraciones de Oxido – Reducción que involucran Yodo Parte II | Peroxido de Hidrogeno en una Solución Comercial al 30% | Determinación de Porcentaje de Peróxido de Hidrogeno en una Solución Comercial al 30% |
| 9. Valoraciones de Oxido – Reducción que involucran Yodo Parte III | Antimonio Solido Grado Reactivo en Solución Problema | Determinación de Antimonio A.C.S. en Solución Problema |
| 10. pHmetria | Hidróxido de Sodio 0.1N | Determinación de pH de una solución Ácido-Base |

CAPITULO V
RESULTADOS

5.0 RESULTADOS

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos:

5.1 Comparación de Contenidos de Prácticas de Laboratorio de Química Analítica realizadas en la Facultad de Química y Farmacia y la Propuesta de Actualización de Guía de Prácticas de Laboratorios de Química Analítica Cuantitativa.

En esta parte de resultados se hizo una comparación de temas ya establecidos por la cátedra de Química Analítica II con los temas actualizados de la Química Analítica Cuantitativa donde hizo una recopilación bibliográfica posteriormente agregando nuevos temas que no están incluidos en dicho manual.

Se diseñó un cuadro comparativo de temas relacionados a la Química Analítica Cuantitativa establecidos en la Facultad de Química y Farmacia de la cátedra de Química Analítica II con aquellos temas nuevos que se utilizarán en la Guía de prácticas de Laboratorio de Análisis Químico Cuantitativo.

Cuadro No. 9 Cuadro Comparativo de Contenidos de Prácticas de Laboratorio de Química Analítica II y la propuesta de Actualización de Guías de Prácticas de Laboratorio de Química Analítica Cuantitativa.

| | |
|---|--|
| <p><i>Manual de Química Analítica Cuantitativa.</i></p> <p>Introducción a la Química Analítica</p> <ul style="list-style-type: none"> - Definición de Química Analítica. - Definición de Análisis Cualitativo. - Definición de Análisis Cuantitativo. - Definición de Análisis Gravimétrico. - Definición de Métodos Clásicos de Análisis. - Definición de Métodos Instrumentales. | <p><i>Propuesta de Actualización de Guías de Prácticas de Laboratorio de Análisis Químico Cuantitativo.</i></p> <p>Introducción a la Química Analítica</p> <ul style="list-style-type: none"> - Definición de Química Analítica. - Definición de Análisis Químico Cualitativo. - Definición de Análisis Químico Cuantitativo. - Importancia de Química Analítica - Definición de Análisis Químico. - Clasificación de Métodos Analíticos. - Etapas de un Análisis Químico. |
| <p>Métodos Gravimétricos</p> <p>No se Observa ninguna información</p> | <p>Métodos Gravimétricos</p> <ul style="list-style-type: none"> - Concepto de Métodos Gravimétricos. - Métodos Gravimétricos (Fundamento) - Requisitos de los Métodos Gravimétricos. - Clasificación de Métodos Gravimétricos. - Ventajas y Desventajas de los Métodos Gravimétricos |

| | |
|--|---|
| <p style="text-align: center;">Métodos Volumétricos</p> <ul style="list-style-type: none"> - Análisis Volumétrico. (Introducción). - Concepto de Análisis Volumétrico. - Definiciones. - Diferencia entre el Análisis Gravimétrico y Volumétricos - Condiciones para la realización de Valoraciones Volumétricas - Tipos de reacciones del Análisis Volumétrico | <p style="text-align: center;">Métodos Volumétricos</p> <ul style="list-style-type: none"> - Análisis Volumétrico (Introducción) - Concepto de Análisis Volumétrico - Requisitos Fundamentales para una reacción volumétrica - Condiciones Generales de los Métodos Volumétricos. - Aspectos Generales de los Métodos Volumétricos - Tipos de reacciones en los Análisis Volumétrico <ul style="list-style-type: none"> 1. Valoración por Neutralización. 2. Valoración por Precipitación. 3. Valoración con Formación de Complejos. 4. Valoración de Oxidación -Reducción - Diferencia entre el Análisis Gravimétrico y Volumétrico. - Ventajas de los Métodos Volumétricos. |
| <p style="text-align: center;">Valoraciones de Neutralización</p> <p style="text-align: center;">No existe ninguna información</p> | <p style="text-align: center;">Valoraciones de Neutralización</p> <ul style="list-style-type: none"> - Conceptos Teóricos de Ácidos y Bases dependiendo de su estructura y sus reacciones. - Definiciones Generales. |

| | |
|---|---|
| <p>Continuación</p> <p>Valoraciones de Neutralización</p> <p>No existe ninguna información.</p> | <p>Continuación</p> <p>Valoraciones de Neutralización</p> <p>Alcalinos, Patrones Primarios Ácidos, Acidimetría, Alcalimetría.</p> <p>- Clasificación de las Valoraciones de Neutralización.</p> <p><i>Valoraciones Ácido-Base en medio acuoso.</i></p> <p>1 Valoraciones de Ácido Fuerte frente a Base Fuerte. (Concepto, Ácidos y Bases Fuerte, Curva de Valoración)</p> <p>2 Valoración de Ácido Débil frente a Base Fuerte. (Concepto, Diferencia entre una valoración Ácido Fuerte y Base Fuerte, Curva de Valoración)</p> <p>3 Valoración de una Base Débil Ácido Fuerte (Concepto y Curva de Valoración)</p> <p>4. Valoración de una Base Débil frente Ácido Débil (Concepto y Curva de Valoración)</p> <p><i>Valoración Ácido-Base en medio acuoso</i></p> <p>- Indicadores de Neutralización</p> |
| <p>Valoraciones de Precipitación</p> <p>- Volumetría de Precipitación (Introducción)</p> <p>- Volumetría de Precipitación (Concepto)</p> | <p>Valoraciones de Precipitación</p> <p>- Volumetría de precipitación (Introducción)</p> <p>- Volumetría de Precipitación.</p> |

| | |
|---|--|
| <p>Continuación</p> <p><i>Valoraciones de Precipitación</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Determinación de Punto Final en las - Valoraciones de precipitación. - Requisitos para la formación de precipitados. - Argentometría - Método de Morh (Fundamento) - Método de Fajans (Fundamento) - Métodos de Volhard (Fundamento) | <p>Continuación</p> <p><i>Valoraciones de Precipitación</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Causas de error en volumetría de Precipitación. - Argentometría (Fundamento, Concepto, Detección del Punto Final) - Método de Morh (Fundamento, Condiciones del Método) - Método de Fajans (Fundamento, Condiciones del Método. - Métodos de Volhard (Fundamento, Condiciones del Método) |
| <p><i>Valoraciones Complejométricas</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Valoraciones Complejométricas (Introducción) - Valoraciones Complejométricas (Fundamento) - Valoraciones Complejométricas (Concepto) - EDTA (Generalidades) - Criterios para la Formación Complejo | <p><i>Valoraciones Complejométricas</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Valoraciones Complejométricas. (Introducción, Fundamento, (Concepto) - Requisitos que se llevan a cabo en los Métodos Complejométricos. <ul style="list-style-type: none"> - EDTA (Generalidades) - Método de Valoración con EDTA (Valoración Directa y Valoración Indirecta) |

| | |
|--|--|
| <p style="text-align: center;">Valoraciones Oxido-Reducción</p> <ul style="list-style-type: none"> - Valoraciones de Oxido-Reducción (Introducción, Definición, Conceptos) - Clasificación de Métodos Redox. - Métodos Directos e Indirecto - Indicadores Oxido-Reducción | <p style="text-align: center;">Valoraciones Oxido-Reducción</p> <ul style="list-style-type: none"> - Concepto de valoraciones Oxido-Reducción. - Concepto (Oxidación, Reducción, Agente Reductor, Agente Oxidante, Numero de Oxidación, peso Equivalente, Ecuación de Nernst. - Propiedades Generales de un reductor u oxidante que debe cumplir para su utilización como regulador de estado de oxidación. - Requisitos para los Métodos de Oxidación y Reducción. <ul style="list-style-type: none"> - Agentes Reductores Patrón. |
| <p style="text-align: center;">Seguridad en los Laboratorios</p> <p style="text-align: center;">No existe ninguna información</p> | <p style="text-align: center;">Seguridad en los Laboratorios</p> <ul style="list-style-type: none"> - Introducción - Normas Generales de Conducta. - Accidentes mas frecuentes - Normas de Seguridad. - Normas de trabajo - Reglas de seguridad. - Sustancias Química Toxicas. |

Continuación

Seguridad en los Laboratorios

- Almacenamiento para guardar disolventes, reactivos y equipo de laboratorio.
- Reglas que deben existir para disminuir la exposición de sustancias tóxicas.
 - Desecho de las Sustancias Químicas
 - Etiquetado.
 - Acciones en los Accidentes de Laboratorio.

5.2 Otro de los resultados en esta Propuesta de Actualización de la Guía de Practicas de Laboratorio de Análisis Químico Cuantitativo fue los métodos en que se aplican en cada una de las muestras a analizar.

En el siguiente cuadro se da a conocer el nombre del experimento para cada una de las practicas, los reactivos específicos que se utilizaron y se detalla que nombre de elemento se analizo en cada una de las muestras.

Cuadro No. 10 Experimentos Realizados para la Propuesta de Actualización una Guía de Prácticas de Laboratorio de Análisis Químico Cuantitativo

| No. de Experimento | Nombre de Experimento | Reactivos | Muestra a Analizar (Aplicación) |
|--------------------|--|---|--|
| Experimento No. 1 | Volumetría de Neutralización Valoraciones Ácido-Base I | Estandarización de Solución Valorante de Hidróxido de Sodio 0.1N frente a Solución Estándar Primario de Ftalato Ácido de Potasio 0.1N (Ver Pág. 144) | Determinación de Basicidad en una muestra de Antiácido de Hidróxido de Aluminio y Magnesio (Suspensión Oral) |

| | | | |
|-------------------|--|---|---|
| Experimento No. 2 | Volumetría de Neutralización Valoraciones Ácido-Base Parte II | Estandarización de Solución de Ácido Sulfúrico 0.1N frente a Solución Estándar Primario de Carbonato de Sodio (Ver Pág. 160) | Determinación de Acidez en Tableta de Ácido Acetil Salicílico |
| Experimento No.3 | Volumetría de Precipitación Método Directo Mohr y Fajans | Preparación y Estandarización de una Solución de Nitrato de Plata 0.01N frente a Solución Estándar de Cloruro de Sodio 0.0.1N (Ver Pág. 178) | Determinación de contenido de cloruros en una muestra de Suero de Rehidratación (Polvo) |
| | Volumetría de Precipitación Método Indirecto Volhard | Preparación y Estandarización de Tiocianato de Amonio 0.01N frente a Solución Estándar de Nitrato de Plata 0.01N (Ver Pág. 193) | Determinación de Bromo en una muestra de Bromuro de Potasio sólido Grado Reactivo |

| | | | |
|-------------------|--|--|---|
| Experimento No. 4 | Valoraciones Complejométricas | Preparación y Estandarización de Solución Valorante de EDTA Ácido Etilendiaminotetracético frente a Solución Estándar de Carbonato de Calcio 0.01N (Ver Pág. 210) | Determinación de contenido de Calcio de Tabletas de Carbonato de Calcio |
| Experimento No. 5 | Volumetría de Oxido-Reducción | Preparación y Estandarización de Solución de Permanganato de Potasio 0.1N frente a Solución Estándar de Oxalato de Sodio 0.1N (Ver Pág. 224) | Determinación del Contenido de Hierro II en Tabletas de Sulfato Ferroso |
| Experimento No. 6 | Volumetría Oxido-Reducción que involucran Yodo | Preparación de Solución de Iodato de Potasio 0.1N (Ver Pág. 241) | Determinación de Contenido de Vitamina en Tabletas de Ácido Ascórbico. |

| | | | |
|--------------------------|--|--|---|
| <p>Experimento No. 7</p> | <p>Valoraciones Oxido- Reducción que involucran Yodo Parte II</p> | <p>Preparación y Estandarización de Tiosulfato de Sodio 0.1N frente a la solución Estándar de Cobre 0.1N (Ver Pág. 252)</p> | <p>Determinación de porcentaje de Peroxido de Hidrogeno en una solución comercial al 30% P/V</p> |
| <p>Experimento No. 8</p> | <p>Valoraciones Oxido- Reducción que involucran yodo Parte III</p> | <p>Preparación y Estandarización de una Solución de Yodo 0.1N frente a una Solución de Trióxido Arsenioso 0.1N (Ver Pág. 260)</p> | <p>Determinación de Antimonio en una Solución de Problema</p> |
| <p>Experimento No. 9</p> | <p>pHmetría</p> | <p>Preparación de Solución de Ácido Acético 0.1 N y Preparación y Estandarización de Hidróxido de Sodio 0.1N (Ver Pág. 266)</p> | <p>Determinación de pH de Solución de Hidróxido de Sodio 0.1N frente a solución de Ácido Acético.</p> |

5.3. *Guía de Prácticas de Laboratorio de Química Analítica Cuantitativa (Química Analítica II)*

Esta Guía de Practicas de Laboratorio de Química Analítica Cuantitativa contiene un apartado que habla sobre la Seguridad en los Laboratorios de Química Analítica, experimentos prácticos para cada método empleado (Volumétricos e Instrumentales) en donde, en cada uno de ellos se da a conocer la siguientes información.

- Objetivo General.
- Equipo, Material y Reactivos.
- Preparación de Reactivos.
- Estandarización de Reactivos.
- Aplicación de cada Método.
- Datos.
- Formulas y Cálculos
- Causas de Error
- Preguntas.

Para finalizar, se presentan los cálculos de cada experimento, donde están incluidos la preparación de reactivos, estandarización de reactivos y con su respectiva Hoja de Recolección de datos y Hoja de Informe de Análisis.

(Ver Anexos 1 y 2)

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTAD DE QUIMICA Y FARMACIA
DEPARTAMENTO DE ANALISIS QUIMICO E INSTRUMENTAL
QUIMICA ANALITICA II



GUIA DE PRÁCTICAS DE LABORATORIO DE QUIMICA ANALITICA
CUANTITATIVA.

PRESENTADO POR

Br. Jesica Michel Gallegos Cárcamo.

Br. Anabell Beatriz Mena Alvarado

Ciudad Universitaria, Septiembre 2009

CONTENIDO DE GUIA DE LABORATORIO DE QUIMICA ANALITICA
CUANTITATIVA.

1.0 Introducción.

1.1 Métodos Gravimétricos.

1.2 Métodos Volumétricos.

1.3 Métodos Instrumentales.

2.0 Objetivos.

2.1 Objetivo General

2.2 Objetivos Específicos.

3.0 Seguridad en los Laboratorio.

3.1 Introducción.

3.2 Normas Generales.

3.3 Accidentes mas frecuentes

3.4 Normas Generales.

3.5 Reglas de Seguridad.

3.6 Sustancias toxicas

3.7 Almacenamiento para guardar Disolventes, Reactivos y Equipo de
Laboratorio.

3.8 Reglas que deben existir para disminuir la exposición a Sustancias
Toxicas.

3.9 Desechos de Sustancias Químicas.

3.10 Pasos a seguir en los Accidentes de Laboratorio.

3.11 Procedimientos de Emergencia.

3.11.1 Ubicación de Extintores.

3.11.2 Acciones para Combatir el fuego.

3.11.3 Indicaciones Generales para Combatir el Fuego.

3.12 Buenas Prácticas de Laboratorio.

3.13. Acciones Internas

3.14 Equipo de Protección

3.14.1 Manipulación de Material de Vidrio o Cristalería.

3.15. Reglamento de Seguridad en los Laboratorios.

3.16 Reglamento de Comportamiento de los Alumnos de Química
Analítica en los Laboratorios.

3.17. Información General sobre las prácticas de Laboratorio

4.0 Tipos de Reacciones en el Análisis Volumétrico

4.1 Experimento No. 1

Volumetría de Neutralización

Valoraciones Ácido-Base.

4.2 Experimento No. 2

Volumetría de Neutralización

Valoraciones Ácido-Base Parte II

4.3 Experimento No. 3

Volumetría de Precipitación.

4.4 Experimento No. 4

Volumetría Complejométricas

4.5 Experimento No. 5

Volumetría de Oxido-Reducción

4.6 Experimento No. 6

Volumetría de Oxido-Reducción que involucran Yodo

4.7 Experimento No. 7

Valoraciones Oxido-Reducción que involucran Yodo Parte II

4.8 Experimento No. 8

Valoraciones Oxido-reducción que involucran Yodo Parte III

4.9 Experimento No. 9

pHmetría

1.0 INTRODUCCION

La Química Analítica es una ciencia creadora y elaboradora que establece las leyes y principios que justifican el porqué y el cómo de los procesos que se analizan, investigan nuevos métodos de ensayo y elabora procesos analíticos convenientes de acuerdo a la evolución y a la variedad de las muestras. Es así como podemos decir también que la Química Analítica estudia los métodos y las técnicas que se utilizan para determinar la composición de la materia.

En el Análisis Cualitativo se trata de identificar los elementos y su forma en aniones y cationes de una muestra.

En Análisis Cuantitativo trata de determinar la cantidad de uno o varios elementos presentes en la muestra.

Para efectuar las determinaciones analíticas, existe un número casi ilimitado de tipos de métodos los que estudiaremos en este manual son:

1.1 Métodos Gravimétricos:

Estos es por medición de peso, en estos métodos es para encontrar el porcentaje de un constituyente, se pesa el constituyente o algún compuesto de el, se pueden aplicar diversos procedimientos generales como son:

- La filtración de un sólido
- Filtración
- Secado y Pesado

Los cuales en muchos casos pueden dar un valor que se relacione con el peso del constituyente buscado.

En estos métodos no presentaremos ninguna técnica a realizar pero es importante mencionar estos métodos, con el fin de detallar más específicamente los métodos clásicos de análisis.

1.2 Métodos Volumétricos:

El Análisis Volumétrico o volumetría es un termino para métodos cuantitativos, en los cuales la cantidad de sustancia analizada se calcula a partir de la concentración conocida y de la cantidad medida (generalmente en volumen) de la solución reactiva, que se añade a la solución de la muestra hasta que la sustancia analizada se haya consumido en una reacción definida con dicho reactivo, este proceso se le llama TITULACION.

Los Tipos de reacciones empleadas en análisis volumétricos:

1. Reacciones de Neutralización.
2. Reacciones de Precipitación.
3. Reacciones de Formación de Complejos.
4. Reacciones de Oxido-Reducción.

1.3 Métodos Instrumentales

Son aquellos métodos que consisten en determinar un constituyente miden alguna propiedad física por medio de un instrumento.

Todos los cambios Químicos implican una reagrupación o reajuste de los electrones en las sustancias que reaccionan; por eso puede decirse que dichos cambios son de carácter eléctrico.

2.0 OBJETIVOS

2.1 Objetivo General:

Adquirir los conocimientos necesarios básicos de la Química Analítica Cuantitativa desarrollando sus habilidades y destrezas mediante las diversas técnicas de trabajo de laboratorio.

2.2 Objetivos Específicos:

2.2.1. Comprender los principios teóricos en cuales se basan los métodos analíticos.

2.2.2 Describir los diferentes equipos, materiales, Reactivos y técnicas de la ejecución de las Practicas de Química Analítica Cuantitativa.

2.2.3 Describir las limitaciones que se pueden presentar de cada método a desarrollar y la importancia de los errores que muchas veces se comete voluntariamente e involuntariamente.

2.2.4. Presentar los datos requeridos en los diferentes tipos de Reacciones del Análisis Volumétricos.

2.2.5 Recopilar la información necesaria referente a la seguridad que debe existir en los laboratorios de la Facultad de Química y Farmacia

3.0 SEGURIDAD EN LOS LABORATORIOS ⁽⁹⁾

3.1 Introducción.

El laboratorio debe ser un lugar seguro para trabajar. Para ello se tendrán siempre presente los posibles peligros asociados al trabajo con materiales peligrosos. No hay excusa para los accidentes en un laboratorio, en el cuál trabaja personal bien informado.

Se ha observado muy a menudo que muchos de los accidentes que ocurren en los laboratorios, se deben muchas veces a descuidos del personal que labora en él; pero aún es más frecuente por la falta de conocimientos de las mínimas normas de seguridad que se deben tener con el equipo, reactivos y materiales de trabajo. El personal que trabaja en un laboratorio debe tomar conciencia de los peligros al que esta expuesto, por consiguiente debe mantener una conducta estable y coherente para evitar poner en peligro su salud, su integridad física y la de sus compañeros de trabajo.

El manejo de productos químicos y aparatos en el laboratorio, va unido a numerosos peligros para la salud de los que desarrollan sus actividades en el mismo. El conocimiento de estos riesgos, puede ofrecer alta seguridad en su desempeño laboral; ya que no solo en la industria farmacéutica se cuenta con un laboratorio de control de calidad, analítico, sino también en diferentes industrias, universidades. Investigaciones efectuadas durante

muchos años sobre accidentes ocurridos, aun tomando medidas de prevención, han demostrado claramente, que el comportamiento humano ha sido el factor desencadenante en la mayor parte de los mismos.

Este estudio tiene la finalidad de presentar en una forma resumida el aspecto de las medidas de seguridad necesarias en el uso de reactivos químicos en el laboratorio, normas, reglamentos de seguridad así como también el almacenamiento adecuado de dichas sustancias, para garantizar los resultados analíticos, que aseguran la salud de los usuarios.

A continuación se exponen una serie de normas generales que deben seguirse para todas las prácticas de esta asignatura:

3.2 Normas Generales ⁽¹³⁾

- Las clases prácticas comienzan a la hora programada. Pasados 15 minutos no se debe de permitir la entrada al laboratorio.
- La falta de asistencia a una o a varias clases debe estar debidamente justificada
- Los estudiantes deben presentarse con **bata limpia, gafas de protección, guantes de goma elásticos, goma o cinta para recoger el pelo, cerillas, zapatos cerrados vestuarios adecuado y una libreta de laboratorio, en** esta irán tomando nota de los datos y resultados de las prácticas, así como las pertinentes explicaciones del instructor.

- Cada grupo de alumnos entregará al instructor al final de la práctica, la correspondiente hoja de resultados que aparece en los guiones de cada práctica.
- Al finalizar las prácticas dichas hoja de resultados quedan en poder del instructor, por lo que se recomienda obtengan antes copia de la misma.

3.3 Accidentes más Frecuentes ⁽¹³⁾

- Fuegos que implican sustancias químicas altamente inflamables. Hay que mantenerlos lejos de las llamas de los mecheros y de las placas de calefacción reacciones químicas en las que se desprenden gases inflamables.
- Cortes con vidrios rotos.
- Quemaduras al tocar material de vidrio caliente o los mecheros encendidos.
- Inhalación de vapores venenosos, ingestión o absorción cutánea de sustancias tóxicas.

3.4 Normas de Seguridad ⁽⁹⁾.

- Durante la estancia en el laboratorio el alumno deberá ir provisto de bata, gafas de seguridad y guantes de goma. La bata deberá emplearse durante toda la estancia en el laboratorio. Las gafas de seguridad siempre que se manejen productos cáusticos y durante la calefacción de

disoluciones. Los guantes deben utilizarse obligatoriamente en la manipulación de productos tóxicos o cáusticos.

- Está prohibido fumar, beber o comer en el laboratorio, así como dejar encima de la mesa del laboratorio ningún tipo de prenda.
- No sentarse en las mesas de laboratorio.
- Debe conocerse la toxicidad y riesgos de todos los compuestos con los que se trabaje. Debe ser práctica común consultar las etiquetas y libros sobre reactivos en busca de información sobre seguridad.
- Los volúmenes de ácidos, bases concentradas y disolventes orgánicos se medirán con probetas, en el caso de que se deban medir los volúmenes exactos, se succionarán empleando propipetas.
- Los frascos de los reactivos deben cerrarse inmediatamente después de su uso.
- Las vitrinas para gases tienen que utilizarse en todo trabajo con compuestos químicos que pueden producir gases peligrosos o dar lugar a salpicaduras.
- No deben manipularse jamás productos o disolventes inflamables en las proximidades de llamas.
- El laboratorio no es un lugar para realizar bromas.
- El pelo largo se llevará siempre recogido.
- No deben verterse residuos en las pilas, deben emplearse los recipientes para residuos que se encuentran en el laboratorio.
- Los ácidos y bases concentrados se encuentran en la vitrina del laboratorio. En ningún caso deben sacarse de la vitrina, cuando se

requiera un volumen de estos reactivos, se llevará el recipiente adecuado a la vitrina para tomar allí mismo la cantidad necesaria.

- No calentar nunca enérgicamente una disolución. La ebullición debe ser siempre suave.
- El mechero debe cerrarse, una vez utilizado, tanto de la llave del propio mechero como la toma del gas de la mesa. NO SOPLAR CON LA boca
- Las disoluciones y recipientes calientes deben manipularse con cuidado. Para la utilización y extracción de recipientes de hornos y estufas deben utilizarse pinzas y guantes adecuados.
- Las heridas y quemaduras deben ser tratadas inmediatamente. En el caso de salpicaduras de ácidos sobre la piel lavar inmediatamente con agua abundante, teniendo en cuenta que en el caso de ácidos concentrados la reacción con el agua puede producir calor. Es conveniente retirar la ropa para evitar que el corrosivo quede atrapado entre la ropa y la piel.
- Debe conocerse la situación específica de los elementos de bioseguridad, (lava-ojos, ducha, extintor, salidas de emergencia.) en el laboratorio.
- Al finalizar cada sesión de prácticas el material y la mesa de laboratorio deben dejarse limpios.
- Las disoluciones que no sean patrones ni muestras, se almacenan en botellas de vidrio o plástico que deben limpiarse y rotularse perfectamente.

- Los reactivos sólidos que se encuentren en el armario deben devolverse al mismo inmediatamente después de su uso.
- Las balanzas deben dejarse a cero y perfectamente limpias después de finalizar la pesada.
- En el cuarto de balanzas sólo deben permanecer los estudiantes que se encuentren pesando (uno por balanza).
- Las sustancias patrón tipo primario anhidras, se encuentran en el desecador, (al lado de las balanzas) y sólo deben extraerse el tiempo necesario para su pesada. El desecador debe permanecer siempre cerrado.
- El material asignado a cada práctica debe permanecer en el lugar correspondiente a dicha práctica. No debe tomarse material destinado a prácticas distintas a la que se está realizando.
- Antes de dar por finalizada cada práctica el alumno debe consultar al instructor sobre la calidad de los resultados obtenidos.
- No introducir pipetas, varillas de vidrio ni cualquier otro objeto en los frascos de los reactivos, pues se contaminan.
- Los alumnos no realizarán experimentos no autorizados, ni modificarán los propuestos.
- No depositar en ningún caso papeles o productos sólidos en las pilas de desagüe.
- En el laboratorio hay que trabajar con las gafas de seguridad. Por otra parte, el utilizar lentes de contacto no es recomendable, pues si hay

vapores irritantes se pueden acumular entre la lente y el ojo ocasionando lesiones en éste.

- No deben aspirar directamente los vapores desprendidos en ningún proceso, ni probar ningún producto.
- Cuando se trabaja con sustancias que producen vapores tóxicos se utilizará la campana extractora.
- Una vez terminada la práctica de laboratorio, deje el material empleado perfectamente limpios.
- Al abandonar el laboratorio se lavarán las manos.

3.5 Reglas de Seguridad ⁽⁹⁾.

1. Nunca realice un experimento sin conocer las reglas de seguridad y procedimientos, que se aplican al trabajo de laboratorio. Es conveniente investigar el potencial dañino de los materiales químicos a utilizar en los experimentos.
2. Nunca realice un experimento sin conocer el equipo necesario para seguridad personal.
3. Uso de protección apropiada en los ojos .El uso de lentes prescritos por el medico no es una protección adecuada para los ojos. Se recomienda el uso de lentes equipado con vidrio templado o lentes de plástico con resguardo lateral. En caso de existir riesgo de salpicaduras utilizar gafas protectoras o lentes con caretas. En caso de trabajar con luz ultravioleta, rayos láser, se aconseja, el uso de lentes especiales.

4. Uso de guantes de protección adecuados. Los guantes aislantes hechos de materiales sintéticos se deben utilizar cuando las temperaturas son extremas.
5. Nunca trabaje sin conocer la localización y operación de todos los equipos de emergencia de los laboratorios. El ejercicio de la seguridad deberá ser una práctica de rutina en todos los laboratorios.
6. No se permiten juegos o bromas. Nunca se debe distraer a otras personas que estén trabajando en el laboratorio.
7. Nunca utilice los reactivos químicos que se encuentran almacenados en contenedores que no tengan etiqueta.
8. No use directamente la flama para calentar los materiales inflamables.
9. Nunca apunte con la parte abierta de un tubo de ensayo, hacia usted o hacia otras personas, mientras el tubo este siendo calentado o durante una reacción química.
10. Nunca agregue agua a los ácidos concentrados, especialmente al ácido sulfúrico, agregue el ácido al agua en pequeñas porciones.
11. No transporte los reactivos químicos en forma tal que estén en contacto con la piel, para ello utilice una espátula u otro instrumento para tomar la muestra.
12. Cuando pese o utilice un reactivo químico, nunca regrese el exceso de reactivo a su envase original. El problema de tomar reactivo químico en exceso se puede disminuir tomando solamente la cantidad de material necesario para la reacción.

13. Nunca inserte un tubo de vidrio o un termómetro dentro de corcho o tapón de hule sin poner un poco de lubricante (agua, agua jabonosa, o glicerina)
14. Señalice si considera que hay algún motivo de riesgo o peligro. Para que sus compañeros se enteren del peligro, utilice señales, barreras de impedimento.
15. Nunca trabaje en el laboratorio sólo o sin la supervisión de su instructor.
En caso de sufrir un accidente necesitará el auxilio de otra persona.

3.6 Sustancias Tóxicas ⁽⁹⁾

Una sustancia química tóxica es cualquier sustancia que tenga la capacidad de dañar, alterar o interferir con el sistema metabólico humano. Las palabras tóxico y veneno son sinónimos.

3.7 Almacenamiento para Guardar Disolventes, Reactivos y Equipo de Laboratorio ⁽⁹⁾

Es importante adecuar un cuarto de manera eficiente y segura, para que sirva de bodega o almacén de los reactivos, el material y especialmente los disolventes.

Para acondicionar el almacén de manera segura se sugiere tomar en cuenta las siguientes indicaciones.

- Debe contar con amplitud de espacio, pasillos anchos para caminar y suficiente iluminación.
- No debe tener “callejones sin salida”, ni escondites de difícil acceso.

- Todo el equipo de seguridad personal del que se disponga, debe estar en un lugar visible y a la mano.
- Las salidas deben de estar señalizadas.
- Debe estar limpio y ordenado.
- Debe estar apropiadamente ventilado.
- Debe contar con equipo de seguridad contra incendios.
- Los objetos o recipientes pesados deben ponerse en el suelo y no sobre repisas ni muebles.
- Todos los recipientes o aparatos de vidrio deben estar apropiadamente guardados.
- El equipo frágil se debe guardar en forma separada y en gavetas de seguridad.
- Las repisas donde se depositen las botellas de vidrio deben tener bordes para evitar que caigan al suelo.
- Se deben guardar en forma separada sustancias y líquidos tóxicos que pudieran reaccionar de manera violenta, para que en alguna situación extrema en que llegara a derramarse, nunca estén en contacto.
- Abajo de algunas llaves de agua, deben instalar tambos de seguridad que contengan arena o algún material disolvente o absorbente
- Todos los tambos deben de estar en el suelo y libres de algún tipo de electricidad estática.
- Los cilindros de gas comprimido deben estar sujetos de manera firme y segura para que no logren caerse o moverse.
- No debe haber acumulación de basura de ningún tipo.

- Debe haber constante vigilancia y mantenimiento de los equipos y el material.
- Debe haber alguna persona responsable del almacén y la entrada quedara restringida a su consideración.

3.8 Reglas que Deben Existir para Disminuir la Exposición a Sustancias Tóxicas

Es posible disminuir la exposición de sustancias toxicas siguiendo algunos lineamentos generales:

1. Conocer las propiedades químicas y toxicas de todos los materiales involucrados.
2. Siempre que sea posible, sustituir las sustancias toxicas por sustancias no toxicas.
3. Siempre usar una campana de extracción y probar periódicamente la eficiencia de esta.
4. Al trabajar con tóxicos se debe utilizar métodos de protección personal. (bata, guantes, mascararas, etc.)
5. Evitar la exposición excesiva a los reactivos químicos.
6. Monitorear rutinariamente la atmósfera del laboratorio, para determinar contaminantes específicos y sus concentraciones.

3.9 Desechos de las Sustancias Químicas ⁽¹²⁾.

Cada vez más, en todos los países, se introducen nuevas regulaciones para el desecho de sustancias, ya sea por aire, por descargas de agua e incineraciones.

Es importante mencionar que solamente las sustancias solubles en agua, similares a los ácidos y bases, pueden ser desechadas a través del alcantarillado, pero estas deben diluirse de manera en que el pH se encuentra en un intervalo de 3-11.

Los desechos sólidos son menos voluminosos y más fáciles de eliminar que los líquidos. Los disolventes orgánicos que se pueden desechar en contenedores comunes de vidrio o de metal, son sólo aquellos que no sean corrosivos o reactivos que no contengan sólidos.

Evite desechar las sustancias indiscriminadamente. Considere siempre la posibilidad de que puedan ocurrir reacciones espontáneas, explosiones o reacciones que conduzcan a incendios.

Que Hacer Cuando se Derrama Algún Reactivo Químico ⁽¹²⁾

- Sólidos y Sustancias Secas: Estas sustancias pueden limpiarse recogéndolas con un papel. Posteriormente se depositan en un recipiente adecuado para el tipo de desechos que se trate.
- Disoluciones Ácidas: Estas soluciones deben diluirse con agua y desecharse en el sistema de drenaje.

Precaución: cuando el agua cae sobre el Ácido sulfúrico concentrado existe el problema de una generación excesiva de calor y salpicaduras de

ácido, adicione con cuidado una cantidad abundante de agua para diluir el ácido, disminuir la generación de calor y las salpicaduras.

- Disoluciones Alcalinas. Estas deben de ser enjuagadas con agua y eliminadas en el drenaje.

Advertencia: las disoluciones alcalinas hacen que el suelo quede resbaloso, por lo que se debe esparcir arena limpia sobre la salpicadura antes de limpiarlo.

- Disolventes Volátiles: Cuando se derraman disolventes volátiles, estos se evaporan muy rápidamente debido a que existe un área de contacto grande.

Este tipo de derrames pueden causar un incendio si el disolvente es inflamable, y al mismo tiempo puede causar una concentración alta de vapores o gases peligrosos en el laboratorio. También se pueden formar mezclas explosivas con el aire por lo que se debe limpiar de la siguiente manera:

Si las cantidades derramadas de disolventes son pequeñas, limpie el líquido con papel absorbente y deséchelo en el contenedor correspondiente.

- Sustancias Aceitosas. Estas sustancias se pueden limpiar exceso de líquido, y la sustancia así recogida se deberá depositar en el contenedor correspondiente.

Etiquetado de Seguridad ⁽⁹⁾.

La adecuada organización, acomodo y rotulado de los compuestos que se utilicen en el laboratorio, es de gran importancia, pues permite reconocer la naturaleza química de una disolución o reactivo de una manera rápida y eficiente.

Sirve también para las personas que aun no manejan bien la nomenclatura química, e inclusive para distinguir un tipo de sustancias desde una distancia alejada, desde la cuál un nombre o fórmula serian difíciles de apreciar.

El sistema más usado es aquél donde se utiliza rojo para compuestos inflamables, amarillo para agentes oxidantes, azul para tóxicos, blanco para corrosivos y naranja para materiales relativamente no peligrosos.

Además, se utilizan pictogramas o dibujos para indicar las sustancias que reaccionan con el agua así como materiales carcinógenos.

Es posible que un compuesto presente dos o más riesgos, por lo que tendrán que pintarse las etiquetas con más de un color.

Es pertinente recordar que la etiqueta debe de ir en un lugar visible y ser de un tamaño lo suficientemente grande para que pueda verse desde lejos, además se debe tener cuidado de no tapar la etiqueta del fabricante.

Las sustancias etiquetadas se pueden acomodar por reactividad y en orden alfabético, además, es conveniente hacer un catálogo con todos sus datos.

3.10 Pasos a Seguir en los Accidentes de Laboratorio ⁽¹²⁾

Salpicaduras de ácidos en la piel:

- Llevar al accidentado a la clínica más cercana para su pronta atención medica.

Salpicaduras de ácidos en los ojos:

- Lavar los ojos inmediatamente en lava –ojos.

Ingestión accidental de ácidos:

- Darle de tres a cuatro vasos de agua corriente.

Si los labios y la lengua están quemados por el ácido:

- Lavarlos con bastante agua.

Salpicaduras con álcalis en la piel:

- Lavar la parte afectada con abundante agua.

Salpicaduras de álcalis en los ojos:

- Lavar los ojos inmediatamente con abundante agua en el lava-ojos.

Ingestión de álcalis:

- Darle de tres a cuatro vasos con agua.

Si los labios y la lengua están quemados por el álcali:

- Lavar completamente las partes afectadas con agua.

3.11 Procedimientos de Emergencia en Caso de Urgencias ⁽⁹⁾

3.11.1 Ubicación de Extintores:

Los extintores para protección general deben estar localizado cerca de las puertas de escape de laboratorio .También se colocan en los lugares de mayor riesgo.

3.11.2 Acciones para Combatir el Fuego:

En caso de detectar fuego en un ambiente, se deben tomar inmediatamente las acciones siguientes:

1. Hacer sonar la alarma y evacuar todo el personal, excepto aquellos designados para actuar.
2. Tratar de extinguir, si es posible o al menos limitar y prevenir la extensión del fuego a los ambientes adyacentes, hasta que lleguen los bomberos. Sin embargo, no ponga en peligro su vida.
3. Asegurarse que el jefe de laboratorio y el personal designado estén advertidos del incendio.

3.11.3 Indicaciones Generales para Combatir el Fuego:

Piense Siempre en la Seguridad.

No corra en Caso de Emergencia.

Conozca donde están ubicadas las salidas.

Mantener los Pasillos Libres.

No Deje un Experimento Desatendido.

Apague los mecheros cuando se retire del lugar de trabajo.

3.12 Buenas Prácticas de Laboratorio ⁽⁹⁾

- Los estantes y repisas deben ser de uso exclusivo para los equipos y materiales usados regularmente.

- Se debe evitar la sobrecarga de objetos metálicos o cajas con botellas de gran capacidad.
- Los objetos pesados o peligrosos deben colocarse en los niveles bajos de los almacenes correspondientes a ácidos, solventes, reactivos y en el almacén general.
- Las áreas circulares de lava –ojos, duchas de emergencias, extintores de incendios y los tableros eléctricos deben estar libres y tener acceso directo.
- Se deben disponer de contenedores separados apropiadamente rotulados para la disposición de los residuos de las distintas áreas.
- Se deben colocar señales de advertencia en todo lugar donde pueda existir mayor riesgo que el usual.
- Se debe evitar almacenar gran cantidad de sustancias químicas en los lugares de trabajo.

3.14 Equipo de Protección ⁽¹⁴⁾.

Son importantes en la seguridad de los laboratorios, las duchas de emergencia, campanas extractoras de gases, equipo contra incendios; el personal debe de estar familiarizado con su operación. Se debe verificar su funcionamiento regular.

3.14.1 Manipulación de Material de Vidrio o Cristalería.

El vidrio y los materiales de vidrio limpios deben de ser almacenados en los gabinetes designados y rotulados.

Cuando se seleccione la cristalería se debe tener la seguridad de que es la que corresponda al tipo de trabajo planificado.

3.15 REGLAMENTO DE SEGURIDAD EN LOS LABORATORIOS.

1. No Fumar.
2. No calentar líquidos combustibles en la llama directa.
3. No dejar abierta la llave del gas.
4. Cuando se vierten líquidos no acuosos, ácidos o bases fuertes por el desagüe debe usarse una fuerte corriente de agua.
5. Verter los ácidos concentrados sobre el agua, nunca al revés.
6. No probar reactivos con la boca
7. No pipetear directamente con la boca, líquidos tóxicos ácidos y bases concentradas
8. Toda persona que trabaje en laboratorio esta obligado a conocer el lugar exacto donde se encuentra el botiquín de primeros auxilios, los extinguidores de incendios y las duchas.
9. Usar siempre lentes de protección.
10. Es obligatorio usar gabacha en el laboratorio.

3.16 REGLAMENTO DE COMPORTAMIENTO DE LOS ALUMNOS EN LOS LABORATORIOS.

1. El alumno deberá presentarse al laboratorio a la hora indicada.
2. Queda prohibido fumar en el laboratorio, así como alzar la voz y hacer sonar aparatos de radio.
3. Los papeles y residuos deberán botarse en el basurero siendo cada uno responsable de la limpieza de su mesa y del área del piso que corresponde.
4. El alumno deberá utilizar los reactivos en las cantidades indicadas y evitara el desperdicio de los mismos.
5. Si se tomase más reactivos del necesario, no devolver al frasco del reactivo sacado, con el fin de evitar contaminación.
6. Si ocasionalmente se derramase algún reactivo es responsabilidad del alumno limpiarlo inmediatamente.
7. Después de utilizar los reactivos, los frascos deberán colocarse en el mismo lugar.
8. El alumno es responsable del deterioro de algún material esta obligado a reponerlo en un plazo de una semana
9. Los profesores e Instructores tiene completa autoridad dentro de su laboratorio.

3.17 INFORMACION GENERAL SOBRE LAS PRACTICAS DE LABORATORIOS.

Metodología.

Las prácticas de laboratorio están relacionadas con clases Teóricas serán supervisadas por profesores e instructores.

La práctica consta de las siguientes etapas:

- a) Examen Corto de Entrada. Explorara los conceptos básicos y aquellos criterios que el alumno deberá tener claros para un buen desarrollo y aprovechamiento de la práctica.
- b) Prelaboratorio. En esta etapa se discutirán aspectos teóricos relacionadas con la práctica a realizar, se harán prevenciones a los estudiantes para evitar accidentes y se explicaran de manera de resumen la realización de la práctica.
- c) Proceso Experimental. Esta etapa se realizara la practica, con el fin de desarrollarla lo mejor posible y si los alumnos tiene algún pregunta hacérsela al instructor, hacer los cálculos correspondientes.

Reporte final. Este consiste hacer los cálculos correspondientes de lo que se le pide cada práctica y anexar la hoja de recolección de datos y la hoja de reporte presentar al instructor correspondiente de cada grupo.

4.0 Tipos de Análisis Volumétricos

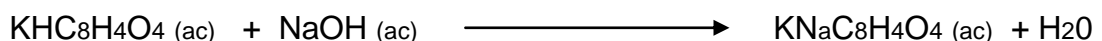
4.1 Volumetría de Neutralización (2, 4,10)

Valoraciones Acido – Base I

Son reacciones que consisten en el desplazamiento, de un extremo a otro de la escala de pH. Estas reacciones se conocen también como reacciones de neutralización y tiene por objeto, determinar la concentración acida o básica de una solución. Constituyen ejemplos, las determinaciones de acidez y alcalinidad. El hidróxido de Sodio es una de las bases más comúnmente utilizadas en el laboratorio, los cuales son masas fusionadas que expuestos al aire absorben rápidamente Dióxido de Carbono y humedad, convirtiéndose en Carbonato de Sodio, siendo esta, una de las causa de error más frecuentes en titulaciones de bases.

Se puede estandarizar la solución de Hidróxido de Sodio con ácidos de concentración conocida, ejemplos de ellos tenemos: El Ftalato de Acido de Potasio, Acido Oxálico, Acido Benzoico.

La reacción entre $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ y el NaOH es la siguiente:



Objetivo General:

Determinación de Basicidad en una muestra de suspensión oral de Antiácido.

Preparación y Estandarización de Solución de Hidróxido de Sodio 0.1N
frente a Solución Estándar Primario de Ftalato Acido de Potasio 0.1N.

Equipo:

- Balanza Analítica
- Balanza Granataria
- Desecador
- Estufa con termostato
- Hot – Plate
- Pinza para Bureta
- Soporte

Material:

- Agitador
- Balón Volumétrico de 50.0mL, 250.0mL, 500.0mL
- Beaker de 50mL, 500mL
- Bureta graduada de 50.0mL
- Erlenmeyer de 250mL.
- Espátula
- Frasco lavador
- Pipeta volumétrica de 10.0mL.
- Probeta graduada de 10.0mL
- Vidrio de reloj.

Reactivos:

- Alcohol Etilico 96% V/V ACS
- Acido Clorhídrico 37% P/P ACS
- Agua libre de CO₂
- Carbonato de Sodio Anhidro sólido grado reactivo ACS (NaCO₃)
- Fenolftaleina sólida grado reactivo. ACS (C₂₀H₁₄O₄)
- Ftalato Acido de Potasio sólido grado reactivo ACS (KHC₈H₄O)
- Hidróxido de Sodio sólido grado reactivo. (NaOH)

Preparación de Solución Valorante de Hidróxido de Sodio 0.1N.

Procedimiento:

- Ebulir aproximadamente 400mL, de agua por 5 – 10 minutos en beaker de 500mL.
- Enfriar y tapan el beaker con vidrio de reloj.
- Pesar en un beaker de 50mL de capacidad 1.0g de NaOH (en balanza granataria)
- Agregar cuidadosamente 10mL. de agua libre de CO₂ agitar para disolver todo el NaOH, si no se disuelve agregar otra cantidad similar de agua.
- Transferir cuantitativamente la solución a un balón volumétrico de 250.0mL, agregar 50mL. de agua libre de CO₂ (enfriada previamente) agitar para disolver, luego llevar a la marca, homogenizar.
- Transferir a frasco plástico y rotular.

Nota: la solución de hidróxido de Sodio guardarla en frasco de plástico y tapón de plástico.

Datos:

P.M. de NaOH = 40g/mol

$$\text{Peq de NaOH} = \frac{40\text{g}}{1} = 40\text{g}$$

Preparación de Solución Estándar Primario de Ftalato Acido de Potasio 0.1N

Procedimiento:

- Desecar en una estufa por 2 horas a 110 °C aproximadamente 3.0g de Ftalato Acido de Potasio, luego dejar enfriar en desecador.
- Pesar en balanza analítica sobre un vidrio de reloj, 2.1628g de Ftalato Acido de Potasio.
- Transferir el estándar a un beaker de 30mL y agregar una pequeña cantidad de agua, agitar hasta disolver.
- Transferir cuantitativamente en un balón volumétrico de 100.0mL, agregar 50mL, de agua destilada, agitar circularmente para disolver totalmente todo el Ftalato Acido de Potasio, aforar a 100mL con frasco lavador, homogenizar y aforar.
- Envasar y rotular.

Datos:

P.M. de $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O} = 204.23\text{g/mol}$

$$\text{Peq de } \text{KHC}_8\text{H}_4\text{O} = \frac{204.23 \text{ g}}{1} = 204.23 \text{ g}$$

Preparación de Solución Alcohólica de Fenolftaleína 1% P/V

Procedimiento:

- Pesar 1 g de Fenolftaleína y colocarlo en beaker de 50mL.
- Disolverlo con 10mL de Alcohol Etílico 96% hasta total disolución del sólido.
- Agregar pequeñas cantidades de Alcohol Etílico 96% hasta obtener una solución totalmente homogénea.
- Transferir cuantitativamente la solución a un balón volumétrico de 100.0mL, adicionar 50mL de Alcohol Etílico 96%, agitar para disolver, aforar con Alcohol Etílico hasta la marca y homogenizar.
- Envasar y rotular.

Preparación de Solución de Acido Clorhídrico 0.1N

Procedimiento:

- Medir el HCl en probeta de 10mL la cantidad a utilizar, (4.17mL) agregarlo con beaker de 50 mL a la probeta, teniendo el cuidado de verter el acido por las paredes de la probeta; realizando el proceso en una cámara de extracción de gases.

- Medir agua destilada en beaker de 500mL cantidad suficiente (400.0mL) luego colocarlo en un baño de agua fría para poder mezclarlo con los 4.17mL de HCl, previamente medidos, teniendo precaución de que el ácido sea vertido con lentitud por las paredes del beaker con agua.
- Transferir a balón volumétrico de 500.0mL la solución previamente homogenizada lavando el beaker y agregando al balón.
- Luego aforar con agua destilada a temperatura ambiente.
- Homogenizar, envasar en vidrio y etiquetar.

Datos:

P.M. de HCl = 36.5 g

Densidad de HCl = 1.18 g/mL

Pureza de HCl = 37% P/P ACS

Fórmula a Utilizar:

$$\text{Densidad} = \frac{\text{Masa}}{\text{Volumen}} \quad ; \quad \text{Volumen} = \frac{\text{Masa}}{\text{Densidad}}$$

Preparación de Solución Estándar Primario de Carbonato de Sodio 0.1N

Procedimiento.

- Calentar en estufa 5.0g.de Carbonato de Sodio Anhidro entre 260 – 270°C durante 1 hora, luego dejar enfriar a temperatura ambiente, en un desecador.
- Pesar exactamente en balanza analítica, en vidrio de reloj una muestra de 0.5242 g de Carbonato de Sodio.

- Transferir en forma cuantitativa el sólido a un beaker de 150mL. lavar con una pequeña cantidad de agua destilada el vidrio de reloj, agregándolo al beaker y agitar hasta disolver el carbonato.
- Transferirlo en forma cuantitativa a un balón volumétrico de 100.0mL y lavar el beaker con agua destilada, agregándolo al balón.
- Seguidamente aforar con agua destilada hasta la marca de 100mL del balón, con frasco lavador y agitar para disolver.
- Envasar, aforar, homogenizar y rotular.

Datos:

P.M. de $\text{Na}_2\text{CO}_3 = 106 \text{ g/mol}$

$$\text{Peq de } \text{Na}_2\text{CO}_3 = \frac{106 \text{ g}}{2} = 53 \text{ g}$$

gramos de Na_2CO_3 para preparar 100 mL de Solución = 0.1N

1N = 53 gramos

0.1N = 5.3 gramos

Gramos de Na_2CO_3 para preparar 100 mililitros de solución 0.1N

$$\begin{array}{r} 5.3 \text{ g} \quad \text{_____} \quad 1000 \text{ mL} \\ X \quad \text{_____} \quad 100 \text{ mL} \end{array}$$

$$X = 0.53 \text{ g de } \text{Na}_2\text{CO}_3$$

Estandarización de Solución Valorante de NaOH 0.1 N frente a Solución Estándar Primario de Ftalato Acido de Potasio 0.1N

Procedimiento:

- Llenar una bureta con NaOH 0.1N, teniendo el cuidado de ambientarla previamente con la solución preparada anteriormente.
- Agregar en un erlenmeyer de 250mL, con pipeta volumétrica, 10.0mL de Ftalato Acido de potasio 0.1N
- Agregar 2-3 gotas de indicador Fenolftaleina 1%.
- Titular lentamente dejando caer la solución de NaOH 0.1N hasta que el color cambie de incoloro a rosado, con agitación constante.
- Leer los mililitros gastados y anotar.
- Realizar 2 valoraciones más.
- Lavar inmediatamente con agua, repetidamente la bureta para evitar que se pegue.

Datos:

Cálculos para encontrara la normalidad de NaOH :

g = Gramos de estándar utilizado ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}$)

V = mililitros de NaOH 0.1N gastados

N= Normalidad de NaOH

meq = miliequivalentes de ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}$)

$$\text{peq } \text{KHC}_8\text{H}_4\text{O} = \frac{204.23}{1} = 204.23\text{g}$$

$$\text{meq KHC}_8\text{H}_4\text{O} = \frac{204.23}{1000\text{mL}} = 0.20423\text{g/mL}$$

Formula a utilizar: (2, 3,8)

$$\text{NNaOH} = \frac{\text{g (KHC}_8\text{H}_4\text{O) en alícuota tomada}}{\text{V(mL) NaOH gast. X meq (KHC}_8\text{H}_4\text{O)}}$$

Estandarización de Solución Valorante de Acido Clorhídrico 0.1N frente a Solución Estándar de Carbonato de Sodio 0.1N

Procedimiento:

- Tomar con una pipeta volumétrica de 10.0 ml de solución preparada de carbonato de Sodio y Transferirlo a un erlenmeyer de 250mL.
- Adicionar 2 gotas de indicador Anaranjado de Metilo.
- Llenar una bureta de 50.0mL con la solución de HCl 0.1N y valorar la solución estándar de Carbonato de Sodio agitando suavemente hasta que la solución cambie de color amarillo a rosado pálido.
- Lavar las paredes interiores del erlenmeyer con agua destilada, empleando un frasco lavador y si la solución adquiere color amarillo nuevamente añádase mas acido gota a gota hasta que reaparezca el color rosado pálido.
- Leer los mililitros gastados y anotar.
- Realizar 2 valoraciones mas y calcular la Normalidad de cada valoración y normalidad promedio.

Datos para encontrar la Normalidad de HCl 01N

g = gramos de estándar de Carbonato de Sodio (Na_2CO_3)

V = mililitros de HCl 0.1N gastado

N = normalidad de HCl 0.1N

Peq = Peso Equivalente de Na_2CO_3

Fórmula a Utilizar : $g = V \times N \times meq$

Despejando la Normalidad tenemos: (2,3,8)

$$N_{HCl} = \frac{g \text{ (NaCO}_3\text{) en alícuota tomada}}{V(\text{mL}) \text{ HCl gast. } \times \text{ meq (Na}_2\text{CO}_3\text{)}}$$

Determinación de Basicidad en una muestra de suspensión Oral de Antiácido.

Equipo:

- Balanza analítica.
- Balanza granataria.
- Embudo
- Pinza para Bureta.
- Soporte
- Termómetro
- Trípode.

Material:

- Agitador.
- Balón volumétrico de 100.0mL
- Beaker de 100mL, 150mL y 250mL.
- Bureta graduada de 50.0mL

- Espátula
- Erlenmeyer de 250mL
- Frasco lavador
- Papel Filtro Whatman N° 41
- Pipeta volumétrica de 10.0mL, 50.0mL
- Probeta de 10mL y 25mL
- Vidrio de reloj

Reactivos:

- Muestra problema: Suspensión Oral de Hidróxido de Aluminio y Magnesio (antiácido).
- Solución de Acido Clorhídrico 0.1N (Estandarizada)
- Solución Alcohólica de fenolftaleína 1% p/v
- Solución de Hidróxido de Sodio 0.1N (Estandarizada)

Procedimiento:

- Pesar X g. cantidad de la muestra de antiácido, en base a que rotula en beaker de 150mL en balanza analítica.
- Transferir cuantitativamente a un balón volumétrico de 100.0mL la solución de antiácido, aferrar hasta la marca con agua destilada y homogenizar.

- Transferirla a un beaker de 250mL limpio y seco y filtrar la solución de antiácido.
- Tomar con pipeta 10.0mL de la muestra diluida de antiácido , y colocarlo en un erlenmeyer de 250mL de capacidad y agregar 25.0mL de HCl 0.1N
- Añadir 3 gotas de solución indicadora de Fenolftaleína 1% a la muestra y lavar las paredes del erlenmeyer con un frasco lavador.
- Valorar cada muestra con la solución de NaOH 0.1N previamente estandarizada hasta observar el viraje del indicador de incoloro a rojo.
- Leer los mililitros gastados y anotar.
- Realizar 2 valoraciones mas y calcular los gramos de Al(OH)₃ y Mg(OH)₂ en peso muestra.

Datos:

Muestra Problema: Suspensión Oral de Hidróxido de Aluminio y Magnesio (Antiácido)

$$D = \frac{\text{Masa}}{\text{Volumen}}$$

Fórmula a Utilizar:

gramos de Principio Activo (10)

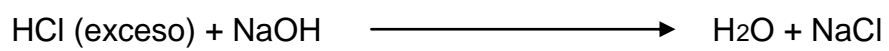
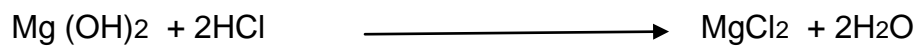
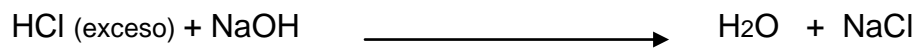
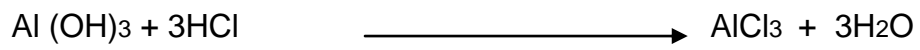
$$\text{g de Al(OH)}_3 = [V(\text{HCl}) \times \text{F.C.}(\text{HCl}) - V(\text{NaOH}) \times \text{F.C.}(\text{NaOH})] \times \text{meq Al (OH)}_3 \times \text{F.D}$$

EN PESO DE MUESTRA

$$\text{g de Mg(OH)}_2 = [V(\text{HCl}) \times \text{F.C.}(\text{HCl}) - V(\text{NaOH}) \times \text{F.C.}(\text{NaOH})] \times \text{meq. Mg(OH)}_2 \times \text{F.D}$$

EN PESO DE MUESTRA

Reacciones que suceden en la valoración de la muestra del Antiácido.



CAUSAS DE ERROR

- Mala pesada del Hidróxido de Sodio, debido a que este es higroscópico, como de la muestra de antiácido.
- Utilizar agua destilada libre de CO₂ para la preparación de la solución de Hidróxido de Sodio. El Dióxido de Carbono está presente en el agua y en el aire por lo tanto es necesario tomar precauciones especiales en la preparación y almacenamiento de estas soluciones.
- No aforar exactamente a la marca del balón cuando se preparan las soluciones.
- Pérdida de muestra de antiácido en el momento de filtrarla.
- Error de paralaje en el momento de efectuar la lectura en la bureta.
- Agregar cantidad inadecuada de indicador.
- Mala detección del punto final en la valoración.
- Guardar soluciones alcalinas fuertes en recipientes de vidrio corriente, las cuales se impurifican con silicatos, debido al ataque del vidrio. Las soluciones de Hidróxido de Sodio disuelven SiO₂ y forman NaSiO₃, debido a ello se aconseja guardarlas en frasco de vidrio de borosilicato o de plástico.
- Utilizar frascos con tapón de vidrio esmerilado para guardar soluciones alcalinas fuertes que quedan adheridas firmemente al cuello del frasco, por la formación de carbonatos.
- Dejar el Hidróxido de Sodio en una bureta con llave de vidrio más tiempo de lo necesario para efectuar la valoración ya que la llave puede pegarse.

PREGUNTAS

1. Mencione el patrón primario que utilizo para la estandarización de la solución de Hidróxido de Sodio.
2. ¿Porque es necesario que se pese rápidamente el NaOH y que tipo de balanza utilizara?
3. Porque es necesario preparar la solución de Hidróxido de Sodio con agua libre de CO₂ ?
4. ¿Cual es la sustancia titulante que utilizara en la práctica?
5. Mencione 2 posibles causas de error
6. Mencione el indicador a utilizar.
7. ¿En medio acido, el viraje del indicador a utilizar será?
8. Calcular la cantidad de ingrediente activo en cada muestra, usando los gramos de acido neutralizado por la muestra, conociendo la fórmula del ingrediente activo y comparar con el frasco.
9. Escribir la reacción química que sucede de la muestra de antiácido con el acido.

4.2 Volumetría de Neutralización Parte II

Valoraciones Ácido- Base. Parte II (2, 7, 8,10)

En el laboratorio se acostumbra preparar y estandarizar soluciones de ácidos de concentración aproximada, las que se utilizarán para su posterior estandarización, y luego para análisis de muestras de concentración desconocida. Se prefiere utilizar sales como estándar primario de referencia permanente ya que se conservan con mayor facilidad.

El Carbonato de Sodio, Na_2CO_3 , es el más utilizado ya que cumple con los requisitos de un patrón primario básico. Las Soluciones Patrón Ácidas se preparan de la siguiente manera: Disolviendo una cantidad exactamente medida, del reactivo puro (ácido), en un volumen determinado de disolvente (generalmente es agua); con este tipo de reactivos se determinan soluciones de concentración aproximada, que luego se valora o estandariza para conocer su concentración exacta, frente a una base patrón primario.

Objetivo General:

Determinación de Acidez en tabletas de Ácido Acetil Salicílico.

Preparación y Estandarización de Solución de Ácido Sulfúrico 0.1 N frente a Solución Estándar Primario de Carbonato de Sodio.

Equipo:

- Balanza analítica.
- Balanza granataria

- Desecador.
- Estufa con termostato
- Pinza para bureta
- Soporte para bureta

Material:

- Agitador.
- Balón volumétrico de 100.0mL, 500.0mL
- Beaker de 30mL 50mL, 100mL, 250mL
- Bureta graduada de 50.0mL
- Erlenmeyer de 250mL
- Espátula.
- Frasco lavador.
- Perilla.
- Pipeta volumétrica de 10.0mL.
- Probeta de 10mL.
- Vidrio de reloj.

Reactivos:

- Ácido Sulfúrico concentrado 98% P/P ACS
- Agua destilada.
- Anaranjado de Metilo sólido grado reactivo ACS ($C_{14}H_{14}N_3NaO_3S$)
- Solución Estándar Primario de Carbonato de Sodio 0.1N VS (Na_2CO_3)

Preparación de Solución Valorante de Ácido Sulfúrico 0.1 N

Procedimiento:

- Calcular los mililitros de Ácido Sulfúrico concentrado necesarios para preparar 500mL de Ácido Sulfúrico 0.1 N
- Medir cuidadosamente la solución de H₂SO₄ 0.1N calculada con una probeta y transferirlo a un balón volumétrico de 500.0mL que contenga aproximadamente 100mL de agua destilada.
- Agregar agua destilada, aforar y homogenizar.
- Guardar la solución de H₂SO₄ 0.1 N en frasco de vidrio y rotular.

Datos:

Fórmula de Acido Sulfúrico: H₂SO₄

P.M. del H₂SO₄ = 98 g/mol

Densidad del H₂SO₄ = 1.84 g/mL

% de pureza del H₂SO₄ = 98% P/ P

$$\text{Peq del H}_2\text{SO}_4 = \frac{98\text{g}}{2\text{H}^+} = 49 \text{ g}$$

Preparación de Indicador Anaranjado de Metilo 0.1% P/V

Procedimiento:

- Pesar 0.1g. de reactivo Naranja de Metilo y colocarlo en beaker de 30mL.
- Disolverlo con 10mL de agua destilada hasta total disolución del sólido.

- Seguir agregando pequeñas cantidades de agua destilada hasta obtener una solución totalmente homogénea.
- Transferir la solución a un balón volumétrico de 100.0mL. adicionar 50mL. de agua destilada, agitar para disolver, aforar hasta la marca de 100.0mL del balón con frasco lavador y homogenizar.
- Transferir a frasco de vidrio y rotular.

Estandarización de Solución Valorante de Ácido Sulfúrico 0.1N frente a Solución Estándar Primario de Carbonato de Sodio 0.1N

Procedimiento:

- Tomar con una pipeta volumétrica de 10.0mL la solución preparada de Carbonato de Sodio y transferirlo a un erlenmeyer de 250mL
- Adicionar 2 gotas de indicador Anaranjado de Metilo.
- Llenar una bureta de 50.0mL con la solución de H_2SO_4 0.1 N y valorar la solución estándar de Carbonato de Sodio agitando suavemente hasta que la solución cambie de color amarillo a rosado pálido.
- Lavar las paredes interiores del erlenmeyer con agua destilada, empleando un frasco lavador y si la solución adquiere color amarillo nuevamente, añádase más ácido gota a gota hasta que reaparezca el color rosado pálido.
- Leer los mililitros gastados y anotar.
- Realizar 2 valoraciones más y calcular la Normalidad de cada valoración y Normalidad promedio.

Datos:

Fórmula de Carbonato de Sodio: Na_2CO_3 .

g = gramos de estándar (Na_2CO_3)

V = mililitros de H_2SO_4 gastado

N= normalidad de H_2SO_4

Peq = Peso Equivalente de Na_2CO_3 .

meq = miliequivalentes.

P.M de Na_2CO_3 : 106 g/ mol

P.M del H_2SO_4 = 98 g/mol

$$\text{Peq } \text{Na}_2\text{CO}_3 = \frac{106\text{g}}{2} = 53 \text{ g. de } \text{Na}_2\text{CO}_3; \text{ transformar a miliequivalentes}$$

$$\text{meq de } \text{Na}_2\text{CO}_3 = \frac{53 \text{ g}}{1000\text{mL}} = 0.053 \text{ g/mL de } \text{Na}_2\text{CO}_3.$$

Fórmula a utilizar: $g = V \times N \times \text{meq}$.

Despejando la Normalidad tenemos (2,3, 8)

$$N_{\text{H}_2\text{SO}_4} = \frac{\text{g (Na}_2\text{CO}_3) \text{ en alícuota tomada}}{V \text{ (mL) H}_2\text{SO}_4 \text{ gast. } \cdot X \text{ meq. (Na}_2\text{CO}_3)}$$

Determinación de Acidez en tabletas de Acido Acetil Salicílico.

Equipo:

- Balanza Analítica
- Balanza Granataria
- Hot Píate
- Pinza para bureta
- Soporte para bureta

Material:

- Agitador
- Balón volumétrico de 100.0mL
- Beaker de 50mL,100mL y 500mL
- Bureta graduada de 50.0mL
- Erlenmeyer de 250mL
- Espátula
- Frasco lavador
- Pipeta volumétrica de 10.0mL

Reactivos:

- Alcohol Etílico 96% V/V ACS
- Solución Alcohólica de Fenolftaleina 1% P/V
- Solución de Ácido Sulfúrico 0.1N VS(estandarizada)
- Solución de Hidróxido de sodio 0.1N VS (estandarizada)

Procedimiento

- Pesar 20 tabletas de Aspirina en balanza analítica, triturándolas posteriormente en un mortero con pistilo, hasta dejar un polvo totalmente pulverizado.
- Pesar X g de polvo de tableta de aspirina, en balanza analítica, (realizar 3 pesadas) transferir con espátula a un beaker de 50mL con ayuda de alcohol Neutralizado, agitar suavemente y transferir a balón volumétrico de 100.0mL, aforar con agua destilada y homogenizar.
- Tomar una alícuota de 10.0mL, transferirla a un erlenmeyer de 250mL, añadir dos gotas de Fenolftaleina y agitar suavemente.
- Titular inmediatamente con Hidróxido de Sodio 0.1N, hasta obtener coloración rosada.
- Añadir a la solución valorada, un volumen adicional de Hidróxido de Sodio 0.1N igual al volumen gastado en la primera valoración 10-15mL (tomando nota de la suma de los volúmenes agregados) más del reactivo de Hidróxido de Sodio 0.1N
- Calentar la mezcla durante 15 minutos en baño de maría hirviendo, manteniendo agitación constante.
- Retirar el erlenmeyer del baño de maría y enfriar a temperatura ambiente.
- Luego retrovalorar con una solución de Acido Sulfúrico 0.1N contenida en otra bureta, agitando el erlenmeyer conteniendo la muestra después de cada adición de solución valorante.

- Realizar dos valoraciones más y al final de cada una de ellas, anotar el volumen de Acido Sulfúrico 0.1 N gastado y calcular la cantidad en gramos de Aspirina en peso muestra.

Preparación de Alcohol Etílico Neutralizado. Procedimiento:

- Medir aproximadamente 100mL de alcohol Etílico 96%
- Transferirlo a un erlenmeyer de 250mL
- Agregar 2-3 gotas de solución indicadora de Fenolftaleina
- Titular inmediatamente con solución de NaOH 0.1N hasta coloración rosado pálido.

Datos:

Muestra problema: tabletas de Acido Acetil Salicílico.

Fórmula de Aspirina: $C_9H_8O_4$

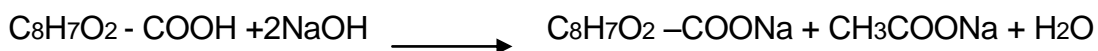
Peso molecular de Aspirina: 180.16 g/mol

Fórmula a utilizar para obtener los gramos de aspirina en peso muestra (7, 10)

gramos de aspirina= $[V_{NaOH} \times F. C_{NaOH} - V_{H_2SO_4} \times F. C_{H_2SO_4}] \times meq \text{ de aspirina} \times F. D$

EN PESO MUESTRA

Reacción que sucede en la valoración de la muestra de aspirina



Aspirina

Salicilato de Sodio + Acetato de Sodio

Causas de Error:

- Que el Carbonato de Sodio no esté bien seco antes de pesarlo.
- Realizar una mala pesada del patrón primario.
- Perdida de carbonato de sodio en el momento de prepararlo.
- No aforar exactamente a la marca del balón cuando se prepara la solución del Acido Clorhídrico 0.1N.
- Dejar la bureta con burbujas de aire en el momento que se llena con la sustancia titulante.
- Error de paralaje en el momento de efectuar la lectura en la bureta.
- Agregar cantidad inadecuada de indicador.
- Mala detección del punto final en la valoración.

Preguntas:

1. ¿Qué es un indicador Acido-Base?
2. Mencione el patrón primario que utilizará en la práctica de laboratorio
3. Mencione 2 requisitos necesarios para la utilización de indicadores.
4. ¿Que indicador utilizará en la práctica y cuál es el cambio de color que se observará?
5. Mencione 2 posibles causas de error que se pueden dar en la titulación.
6. ¿Cual es la sustancia valorante que utilizará?

4.3 Volumetría de Precipitación. (3, 5, 8, 10, 11)

En el análisis volumétrico existe un grupo de reacciones de sustitución en donde uno de los productos es insoluble, y por ello, estos métodos tienen como base la formación de un precipitado, es decir, son aquellas en las cuáles la especie que se está determinando forma un compuesto poco soluble con el titulante, se le denomina: **Volumetría por Precipitación.**

Estas valoraciones pueden consistir en la observación de la aparición o desaparición de un precipitado o del cambio en la coloración del mismo. Un ejemplo de estas valoraciones lo constituye la determinación de cloruros por el método argentométrico.

Para llegar a formar una valoración de precipitación, la reacción que se forma, se debe a un precipitado ligeramente soluble, el cuál ha de satisfacer requisitos importantes:

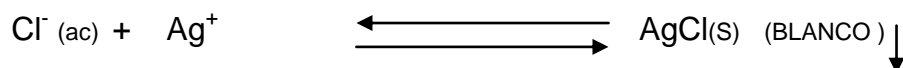
- La velocidad de reacción entre el agente precipitante y la sustancia que ha de precipitar debe ser rápida.
- La reacción ha de ser cuantitativa y debe transcurrir conforme a una ecuación estequiométrica definida.
- Debe disponerse de un medio razonable simple y cómodo para identificar el punto en el cuál la cantidad de precipitante agregado es estequiométricamente equivalente a la sustancia que se precipite.
- Debe formar un producto de composición reproducible y de baja solubilidad.

Dentro de las titulaciones de Precipitación se tienen las que usan como valorante el AgNO_3 , por eso se les denomina **Métodos Argentométricos o Argentimétricos**.

4.3.1 Argentometría. (2, 3, 8, 13)

Fundamento:

El fundamento de la “Argentometría” es la reacción entre el ión Plata y el ión Cloruro.



Es decir que si se trata una solución de cloruro soluble, con otra porción de solución de Nitrato de Plata, puede aparecer nuevo precipitado, si es que aun queda ión Cloruro libre, pero cuando ha desaparecido todo, una nueva gota de solución de Nitrato de Plata, no producirá más precipitado, siendo este el punto final de la reacción.

Para apreciar el punto final de la reacción de una manera más sencilla y rápida se añade un indicador que desarrolla distinto color al original cuando se alcanza el punto final en la valoración.

Detección visual del punto final en Argentometría.

En una titulación por Precipitación, el indicador es una sustancia que produce con el titulante una reacción de precipitación, que va acompañada de un cambio de color, y que esto ocurre a un valor de pH cercano al del punto de equivalencia.

El punto final de una reacción en los análisis por métodos de precipitación puede determinarse de tres formas:

- Añadiendo una solución tipo a la solución de la sustancia por analizar, hasta que no se forme precipitado Ejemplo: Determinación del ión cloruro, con solución tipo de Nitrato de Plata.
- Añadiendo solución tipo a una sustancia transparente de la sustancia por analizar, hasta que se forme el precipitado.
- Mediante la adición de un indicador apropiado.

4.3.2 Existen tres métodos diferentes para la determinación de haluros:

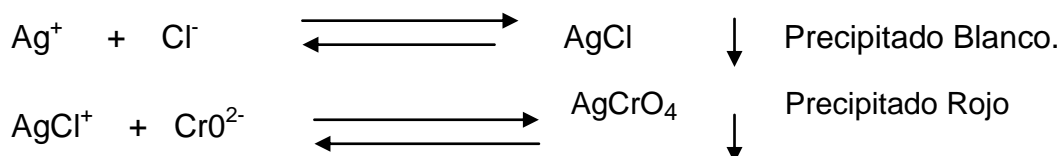
- Método de Morh: Formación de un precipitado coloreado.
- Método de Volhard: Formación de un compuesto coloreado.
- Método de Fajans: Método con indicador de adsorción. Método de Morh.

Método de Mohr (2, 4, 10)

Fundamento.

Se considera un método directo, para determinar iones cloruros y bromuros de metales alcalinos, magnesio y amonio el cuál consiste en: si a una solución neutra de Cloruros se agrega solución valorada de Nitrato de Plata, en presencia de una pequeña cantidad de solución de Cromato de Potasio al 5%, que actúa como indicador, en el punto final, los iones Cromato se combinan con los iones Plata, para formar Cromato de Plata rojo, escasamente soluble.

El Cromato de Plata se forma por adición de un ligero exceso de Nitrato de Plata, sólo después que prácticamente ha sido precipitado todo el ion Cloruro en forma de Cloruro de Plata.



Para corregir el error de valoración debe llevarse a cabo un blanco que contenga solamente los reactivos (H_2O (destilada) + indicador); para asemejarse a la turbidez en la muestra, se recomienda agregar CaCO_3 al blanco.

Nota:

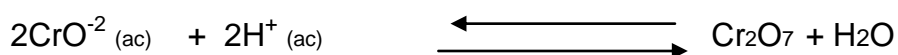
Es importante que durante la preparación, la muestra de Cloruros sea alcalina. Si por alguna razón la muestra está ácida, o el agua destilada usada es ácida, se agrega una pequeña porción de Bicarbonato de Sodio grado reactivo analítico para neutralizar el ácido.

Si al agregar el Bicarbonato la muestra hace efervescencia, se agrega más Bicarbonato hasta que cese el desprendimiento de CO_2 y la solución es neutra.

Condiciones del Método:

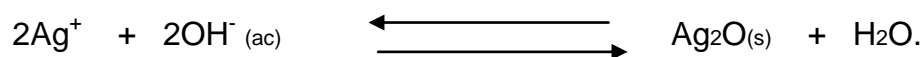
- El valor de pH debe estar entre los valores $7 < \text{pH} < 10$.

Si $\text{pH} < 7$ es decir tenemos un medio ácido.



Se formaría ión Dicromato, impidiendo se forme AgCrO_4 , y que nos indique el punto final.

- Si $\text{pH} > 10$ es decir tenemos un medio básico.



Se formaría un precipitado oscuro de Oxido de Plata, lo que también impediría ver el punto final.

- El método debe realizarse en medio neutro o débilmente alcalino.
- El método se debe realizar a temperatura ambiente ya que a temperaturas mayores aumenta la solubilidad del Ag_2CrO_4 .

Este método es empleado para reconocer cloruros, pero no es confiable para yoduros.

Método de Volhard. (2, 4, 10)

Fundamento.

Método de valoración indirecta, utilizado para la determinación de Plata y compuestos de Plata, aniones que se precipitan con plata como Cloro, Bromo, Yodo, SCN^- . El procedimiento involucra la adición de una cantidad conocida de la solución valorada de Nitrato de Plata, a la solución muestra del anión removido del precipitado que se forma, y la retrovaloración del ion plata en exceso en el filtrado con solución de Tiocianato de Amonio.

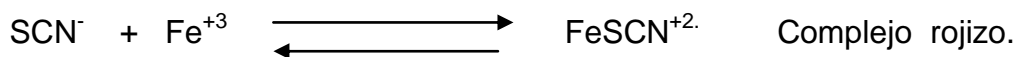
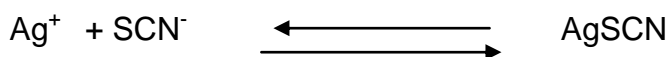
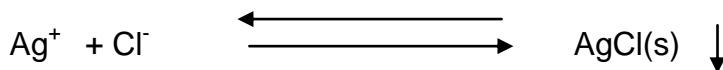
Se utilizan 2 soluciones valoradas, una de AgNO_3 y otra de KSCN para la valoración indirecta del ion Cloruro:

En una primera valoración, a una solución de cloruros se agrega un exceso cuidadosamente medido de solución de Nitrato de Plata estándar y una cantidad apropiada de Ácido Nítrico, más la solución de Sulfato Férrico Amónico, todos los iones Cl^- han reaccionado, quedando Plata en exceso; luego se dispone a una segunda valoración.

Se retrovalora el exceso de Nitrato de Plata con solución estándar de Tiocianato de Potasio o de Amonio hasta la aparición del complejo rojo rojizo o de FeSCN^{+2} .

Este procedimiento de valoración se denomina: **Método de valoración por Retorno o Retrovaloración.**

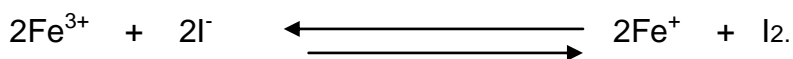
Para saber cuál es el punto final se agrega indicador de iones Fe^{+2} el cuál formará:



Se utiliza el hecho de que el ion férrico en medio ácido forma un complejo de color rojizo con el ión Tiocianato. Esta será una valoración por retroceso o retrovaloración. En los Yoduros, el problema de remoción del precipitado no es de consecuencia como en la determinación del Cloruro, pues la

solubilidad de los precipitados son del mismo orden que del Tiocianato de Plata.

En la valoración de yoduro, la sal Férrica que se emplea como indicador no debe de agregarse, sino hasta que haya Plata en exceso, pues el yoduro en solución reacciona con el ión Férrico.



Nota:

La gran ventaja del método de Volhard es que puede usarse para la determinación volumétrica de haluros en medios fuertemente ácidos.

El Nitrobencono es una sustancia toxica que se absorbe rápidamente por la piel. Evítese el contacto con los ojos, piel y la ropa, así como inhalación de sus vapores. Límpiense todas las salpicaduras inmediatamente, Si cae sobre la piel lávese con agua caliente y jabón.

Condiciones del Método.

- A valores de pH entre $1 < \text{pH} < 2$.

Es decir medio fuertemente ácido, para evitar que ocurra precipitaciones de:

| | | |
|------------|---|---|
| Arseniatos | } | Precipitan en medio básico o medio neutro |
| Oxalatos | | |
| Carbonatos | | |

Método de Fajans. (2, 4, 10)

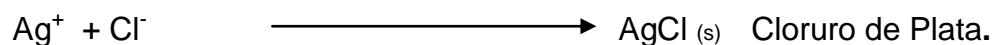
Fundamento.

El método de Fajans para los Cloruros es uno de los mejores para la determinación volumétrica de este ión el cuál es un método directo en donde se utiliza como valorante el AgNO_3 y como indicador Fluoresceína (HFI).

En presencia de Fluoresceína y en exceso de ion cloruro, el precipitado de AgCl tiene un color amarillo rojizo

El método consiste en:

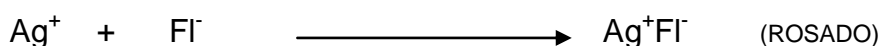
Al inicio de la reacción, es decir con las primeras gotas de valorante se formara



Se adsorberán los iones comunes al precipitado y que están en mayor cantidad.

Se llega al punto de equivalencia o estequiométrico cuando todo el Cl^- adsorbido reacciona con los iones Ag^+ y forman AgCl .

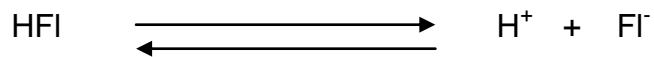
Después del punto de equivalencia al agregar 1 ó 2 gotas de AgNO_3 , al ser adsorbidos los iones FI^- del indicador, se observará el punto final que estará dado por un color rosado debido a la formación de fluoresceínato de plata.



Condiciones del método:

- pH del medio debe ser entre $7 < \text{pH} < 10$.

Si el $\text{pH} < 7$ o sea en medio ácido.



Al aumentar H, disminuyen los iones FI^- y esto impedirá la formación de Fluoresceínato de Plata.

- Debe mantenerse una alta dispersión del precipitado.

Este tipo de precipitado tiene la tendencia a flocular o coagular, y no es deseable esta coagulación, ya que se desea tener una gran superficie de contacto.

Para la titulación inversa (solución de cloruro que se agrega a la del Nitrato de Plata) un indicador conveniente es la Tartrazina.

En el punto final, la solución es casi incolora toma un color azul.

Objetivo General.

Determinación de Contenido de Cloruros en una muestra de Suero de Rehidratación Oral, utilizando los Métodos de Mohr y Fajans. (Método Directo).

Preparación y Estandarización de una solución de Nitrato de Plata 0.01N frente a una Solución Estándar de Cloruro de Sodio 0.01N

Equipo:

- Balanza analítica.
- Desecador

- Estufa.
- Pinza para bureta.
- Soporte para bureta.

Material:

- Agitador.
- Balón volumétrico de 100.0mL, 1000.0mL.
- Bureta graduada de 50.0mL.
- Erlenmeyer de 125mL, 250mL.
- Frasco lavador
- Papel filtro poro fino.
- Pipeta volumétrica de 10.0mL.
- Pinzas.
- Probeta graduada de 25mL.

Reactivos:

- Carbonato de Calcio sólido grado reactivo ACS (CaCO_3)
- Cloruro de Sodio sólido grado reactivo. ACS (NaCl)
- Cromato de Potasio sólido grado reactivo. ACS (K_2CrO_4)
- Nitrato de Plata sólido grado reactivo. ACS (AgCl)

Preparación de Solución Estándar de NaCl 0.01N

Procedimiento:

- Secar en estufa sobre una capsula de porcelana limpia y seca 5.0 gramos de NaCl, calidad reactivo analítico ACS, a una temperatura entre 100° C a 105°C durante una hora.
- Colocar en desecador y pesar exactamente 0.5846 gramos de NaCl.
- Transferir en forma cuantitativa a un balón volumétrico de 1000.0mL y disolverlo con agua destilada.
- Aforar hasta la marca del balón con agua destilada.
- Homogenizar, envasar y rotular.

Esta solución se utiliza para la determinación de la normalidad del Nitrato de Plata 0.01N

Datos:

Fórmula de Cloruro de Sodio: NaCl

Peso Molecular de NaCl = 58.5 g/mol

meq de NaCl = $\frac{58.5 \text{ g}}{1000} = 0.0585 \text{ g/mL}$

Fórmula a utilizar (2, 3,8)

$$N \text{ AgNO}_3 = \frac{\text{g de NaCl (en alícuota tomada)}}{V \text{ (ml)} \times \text{meq de NaCl}}$$

Preparación de Cromato de Potasio al 5%. p/v

Procedimiento:

- Pesar en balanza granataria 5 gramos calculados de $K_2CrO_4(s)$ para realizar una solución de 100.0mL en un beaker de 10mL de capacidad y agitar hasta total homogenización.
- Transferirlo a un balón volumétrico de 100.0mL.
- Aforar a 100.0mL con agua destilada.
- Homogenizar, envasar y rotular.

Preparación de Solución Valorante de Nitrato de Plata 0.01N

Procedimiento:

- Pesar en balanza analítica aproximadamente 17.0 gramos de Nitrato de Plata contenido en un beaker de 500mL de capacidad.
- Agregar 200mL. de agua destilada en pequeñas porciones y agitar constantemente hasta total disolución.
- Transferir la solución a un balón volumétrico de 1000.0mL de capacidad, aforar hasta la marca, homogenizar, envasar y rotular.
- Tomar 100.0mL de la solución de $AgNO_3$ 0.1N con pipeta volumétrica y transferirlo a una balón volumétrico de 1000.0mL de capacidad.
- Aforar hasta la marca del balón y homogenizar
- Envasar y rotular.

Datos:

P.M. $\text{AgNO}_3 = 170.3 \text{ g/mol}$

Peq. $\text{AgNO}_3 = 170.3 \text{ g} = 170.3 \text{ g}$

Gramos de AgNO_3 necesarios para preparar una solución 0.01 N

173.0g AgNO_3 _____ 1N _____ 1000mililitros

17.3g AgNO_3 _____ 0.1N _____ 1000mililitros

1.73g AgNO_3 _____ 0.01N _____ 1000mililitros

Estandarización de solución Valorante de Nitrato de Plata 0.01N frente a una Solución de Cloruro de Sodio 0.01N

Procedimiento:

- Tomar con pipeta volumétrica 10.0mL. de la solución de cloruro de Sodio 0.01N ya preparada y colocarla en un erlenmeyer de 125mL.
- Llenar la bureta con solución de Nitrato de Plata 0.01N ya preparado, teniendo el cuidado de ambientarla antes con una pequeña cantidad de la misma solución.
- Adicionar al erlenmeyer que contiene la solución de Cloruro de Sodio 0.01 N, 1mL. de solución indicadora de Cromato de Potasio al 5%
- Valorar el estándar de cloruro de Sodio 0.01N, hasta que cambie el color de amarillo canario a un color amarillo parduzco.
- Leer los mililitros gastados y anotar.

- Realizar dos valoraciones mas y calcular la Normalidad de cada valoración y Normalidad promedio.

Datos:

V = Volumen en mililitros de AgNO₃ gastado.

g = gramos de estándar en alícuota tomada.

N = Normalidad de AgNO₃

meq. NaCl = 0.05846 g/mL

Fórmula a Utilizar: (2, 3, 8)

$$N \text{ AgNO}_3 = \frac{\text{g (NaCl) en alícuota tomada}}{V \text{ (mL) gast. AgNO}_3 \times \text{meq NaCl}}$$

Determinación de Contenido de Cloruros en una Muestra de Suero de Rehidratación Oral (Método de MORH)

Equipo:

- Pinza para Bureta.
- Soporte para bureta.
- Trípode.

Material

- Agitador de vidrio
- Balón Volumétrico de 250.0mL.
- Beaker de 50 mL, 100mL, 250mL, 400mL

- Bureta graduada de 50.0mL.
- Embudo.
- Erlenmeyer de 250mL.
- Frasco lavador
- Pipeta Volumétrica de 10.0mL.
- Probeta de 10mL

Reactivos:

- Muestra Problema: Suero de Rehidratación Oral (Polvo)
- Solución indicadora de K_2CrO_4 5% P/V (Preparada anteriormente)
- Solución Valorante de $AgNO_3$ 0.01N. (Estandarizada)

Procedimiento:

- Disolver la muestra de suero en 250mL de agua en un beaker de 400mL de capacidad y agitar hasta disolver todo el sólido de la muestra.
- Transferir cuantitativamente la solución de suero oral a un balón volumétrico de 250.0mL. aforar con agua destilada, homogenizar y rotular.
- Tomar con pipeta volumétrica una alícuota de 10.0mL de la solución de suero oral, y transferirla en un erlenmeyer de 250mL.
- Adicionar al erlenmeyer 1 mililitro de indicador K_2CrO_4 5% P/V
- Valorar la solución de suero oral con solución de Nitrato de Plata 0.01N hasta que cambie el color de amarillo canario a un color amarillo parduzco.

Al producirse el cambio de color esperar aproximadamente 30 segundos y observar si hay decoloración de la solución problema, en caso contrario, anotar el volumen gastado que presenta la bureta.

- Realizar dos valoraciones más y al final de cada una de ellas, anotar el volumen de Nitrato de Plata 0.01N gastado.
- Realizar siempre un ensayo en blanco o testigo, como ayuda para reconocer el cambio de color en el punto final, y determinar la cantidad de solución de Nitrato de Plata 0.01N

ENSAYO EN BLANCO

- Medir con pipeta volumétrica, 10mL de agua destilada y colocarla en un erlenmeyer de 250mL.
- Agregar 1 mililitro de solución de Cromato de Potasio al 5% y una cantidad necesaria de Carbono de Calcio, para que la turbidez del líquido, sea semejante a la solución problema. (la adición de CaCO_3 , tiene por objeto facilitar la igualación de los tonos de color, ya que en esta forma, también en el ensayo en blanco contienen precipitado).
- Valorar con la solución de Ensayo en Blanco hasta que produzca el cambio de color y anotar los mililitros gastados en la titulación.
- Realizar dos valoraciones más.
- Al realizar los cálculos, restar los mililitros de ensayo en blanco a los mililitros gastados con la solución problema.
- Calcular la cantidad de Cl^- en gramos en peso muestra.

Datos:

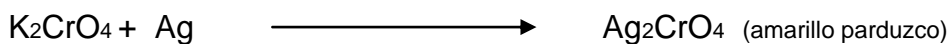
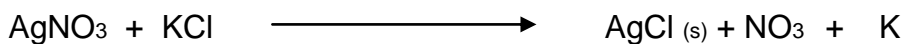
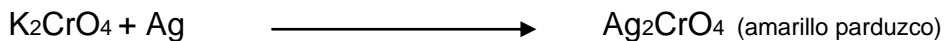
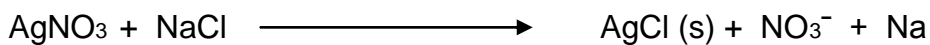
Muestra Problema: Sobre de Suero de rehidratación Oral en Polvo

Fórmula a Utilizar: (10)

$\text{g de Cl}^- = [V \text{ AgNO}_3 \text{ (gastado en muestra)} - V \text{ AgNO}_3 \text{ (gastado en blanco)}] \times \text{F.C.} \times \text{meq de Cl}^- \times \text{F.D}$

EN PESO DE MUESTRA

Reacción que sucede entre el exceso de AgNO_3 0.01N y K_2CrO_4 5% p/v



NOTA:

Es importante que durante la preparación, la muestra de cloruros sea alcalina. Si por alguna razón la muestra está acida, o el agua destilada usada es acida, se agrega, una pequeña porción de Bicarbonato de Sodio grado reactivo analítico para neutralizar el acido.

Si al agregar el Bicarbonato la muestra hace efervescencia, se agrega más Bicarbonato hasta que cese el desprendimiento de CO_2 y la solución sea neutra. Puede ser difícil observar el punto final cuando no se está

familiarizado con esta técnica. Es probable que la primera titulación de una serie de valoraciones sea el resultado menos confiable.

Determinación de Contenido de Cloruros en una Muestra de Suero de Rehidratación Oral por el Método de FAJANS. (Método Directo)

Equipo:

- Balanza Analítica.
- Hot-Plate
- Pinza para Bureta
- Soporte

Material:

- Agitador de Vidrio.
- Balón Volumétrico de 250.0mL
- Beaker de 150mL, 100mL, 250mL
- Bureta graduada de 50.0mL
- Erlenmeyer de 250mL
- Pipeta Volumétrico de 10mL
- Probeta de 10mL

Reactivos.

- Acido Nítrico diluido 6N
- Alcohol Etílico 96% v/v ACS

- Fluoresceína sólido grado reactivo ACS
- Muestra Problema: Suero de rehidratación Oral (polvo)
- Dextrina sólido grado reactivo ACS
- Solución Indicadora de Fenolftaleína 1% p/v en alcohol (preparada en Experimento No. 1)
- Solución valorante de Nitrato de Plata 0.01N (preparada anteriormente)

Preparación de Solución Dextrina al 2%

Procedimiento.

- Pesar en la balanza analítica 1.0 gramo de Dextrina.
- Transferir la muestra a un beaker de 100mL y agregar agua destilada hirviendo, hasta un volumen aproximado de 75mL, luego enfriar la mezcla, si es necesario filtrar la solución.
- Medir con una probeta 25mL de la solución, transferir a un beaker de 150mL, adicionar 1 mL de Acido Nítrico 6N y 1mL de Nitrato de Plata TS, agitar suavemente después de cada adición.
- Transferirlo a un balón volumétrico de 100.0mL.
- Aforar a 100.0mL mililitros con agua destilada.
- Homogenizar, envasar y rotular.

Preparación de Solución Indicadora Fluoresceína.

- Pesar en balanza analítica, 0.2 gramos de Diclorofluoresceína y colocarlo en beaker de 30mL de capacidad.

- Medir con probeta exactamente 75mL de Etanol y colocarlo en un beaker de 150mL de capacidad.
- Medir con probeta exactamente 25mL de agua destilada y agregarla al beaker de 150mL conteniendo los 75mL de Etanol, agitar y homogenizar.
- Agregar los 0.2 gramos de Diclorofluorceina a la mezcla de etanol mas agua destilada y agitar hasta obtener una solución totalmente homogénea.
- Transferir la solución a un balón volumétrico de 100.0mL aforar hasta la marca y luego homogenizar.
- Envasar y Rotular.

Procedimiento:

- De la solución de Suero de Rehidratación oral preparada en la aplicación anterior, tomar 10.0mL de la muestra con pipeta volumétrica, y colocarla en un erlenmeyer de 250mL.

La solución debe ser neutra o ligeramente acida. Asegurándose, chequeando el pH con papel indicador, si fuese alcalina, añadir dos gotas de Fenolftaleína y tratar con HNO_3 diluido, agregando con gotero hasta que el color desaparezca; si es acida, tratar con CaCO_3 sólido hasta que quede algún sólido en suspensión El pH de la muestra debe ser entre 4 y 9.

- Agregar al erlenmeyer conteniendo la muestra, 5 mililitros de solución de Dextrina al 2%, para evitar coagulación, y 10 gotas de solución indicadora de fluoresceína.

- Valorar la solución de suero oral con solución de Nitrato de Plata 0.01N, bajo luz difusa, agitando circularmente hasta aparición de color rosado intenso.

Al producirse el cambio de color esperar aproximadamente 30 segundos y observar si hay decoloración de la solución problema, en caso contrario, anotar el volumen gastado que presente la bureta.

- Realizar dos valoraciones más y al final de cada una de ellas, anotar el volumen de Nitrato de plata 0.01N gastado.
- Calcular la cantidad de Cl^- en gramos en peso muestra.

Datos:

Muestra Problema: Sobre de Suero de rehidratación Oral en Polvo.

P.M de NaCl = 58.5 g/mol

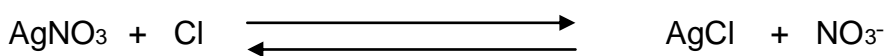
meq Cl^- = 0.0355 g/mL

Formula a Utilizar: (10)

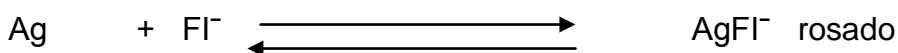
$\text{g de Cl}^- = (V \text{ AgNO}_3 \text{ (gastado)} \times \text{F.C.} \times \text{meq de Cl}^-) \times \text{F.D}$

EN PESO DE MUESTRA

Reacción que sucede:



Fluoresceína



Causas de Error.

- Pérdida de muestra en el momento de realizar la disolución del suero
- No aforar correctamente a la marca del balón cuando se preparan las soluciones.
- Agregar cantidad inadecuada del indicador
- Mala detección del punto final en la valoración.
- Utilizar reactivos de concentración inadecuada

Preguntas:

1. Mencione el método a utilizar para la determinación de cloruros.
2. ¿Cuál es el reactivo valorante a utilizar en ambas prácticas?
3. En la titulación por el método de Morh por qué debe realizarse la valoración a temperatura ambiente
4. ¿Cuál es el indicador a utilizar en ambas titulaciones?
5. Explique el fundamento del Método de Morh
6. Explique el fundamento del Método de Fajans.
7. Porque debe evitarse la presencia de aniones I^- , Br^- SCN^-
8. ¿Porque es necesario realizar ensayo en blanco en la valoración por el métodos de Morh?

Objetivo General:

Determinación de Bromo en una muestra de Bromuro de Potasio sólido grado reactivo, (ACS) utilizando el Método de Volhard. (Método Indirecto)

Preparación y Estandarización de una Solución de Tiocianato de Amonio 0.01N frente a Solución Estándar de Nitrato de Plata 0.01N

Equipo:

- Balanza Analítica
- Pinza para Bureta
- Soporte para bureta.

Material:

- Agitador
- Balón Volumétrico 100.0mL, 250.0mL, 1000.0mL
- Bureta de 50.0mL
- Beaker de 25mL, 50mL, 100mL.
- Erlenmeyer de 250mL
- Espátula
- Frasco lavador.
- Frasco volumétrico de 1000.0mL
- Pipeta Volumétrica de 10.0mL, 25.0mL
- Probeta de 5mL, 10mL, 25mL

- Vidrio de reloj

Reactivos:

- Acido Nítrico 65% p/p
- Agua Destilada
- Acido Nítrico 6 N
- Muestra Problema: Bromuro de Potasio solido grado relativo ACS
- Nitrobenceno, grado reactivo ACS
- Solucion de Nitrato de Plata 0.01N (Estandarizada)
- Sulfato Férrico Amónico solido grado reactivo ACS
- Tiocianato de Amonio solido grado reactivo ACS

Preparación de Solución de Valorante de Tiocianato de Amonio 0.01N

Procedimiento:

- Pesar en balanza analítica aproximadamente 0.76 gramos de Tiocianato de Amonio. (P.M. = 76.12g/mol) grado reactivo.
- Transferir el Tiocianato de Amonio, a un beaker de 250mL, y agregar agua destilada suficiente para disolver el Tiocianato de Amonio.
- Transferir cuantitativamente la solución de Tiocianato de Amonio, a un balón volumétrico de 1000.0mL, y aforar con agua destilada hasta la marca.
- Tapar el frasco y mezclar bien la solución por agitación, rotación e inversión del frasco repetida veces.
- Envasar en frasco ámbar de vidrio y rotular.

Datos:

Fòrmula a Utilizar: Tiocianato de Amonio (NH_4SCN)

P.M. de NH_4SCN = 76.12 g/mol

76g/mol NH_4SCN _____ 1N _____ 1000mL

7.6 g/mol NH_4SCN _____ 0.1N _____ 1000m

0.76g/mol NH_4SCN _____ 0.01N _____ 1000mL

Preparación de Solución Indicadora de Sulfato Férrico Amónico al 5%.

Procedimiento:

- Pesar 5.0g de reactivo Sulfato Férrico Amónico grado reactivo ACS en balanza granataria y colocarlo en beaker de 30mL.
- Disolverlo con 10mL de Acido Nítrico concentrado hasta total disolución del sólido.
- Seguir agregando pequeñas cantidades de acido hasta obtener una solución totalmente homogénea.
- Transferir la solución a un balón volumétrico de 100.0mL en cámara de gases, adicionar 50mL de acido nítrico concentrado, agitar hasta disolver aforar hasta la marca y homogenizar.
- Transferir a frasco de vidrio y Rotular.

Estandarización de Solución valónate de Tiocianato de Amonio frente a

Solución de Nitrato de Plata 0.01N

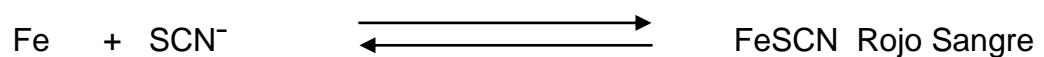
Procedimiento:

- Medir con pipeta volumétrica 25.0mL de la solución valorada de Nitrato de Plata 0.01N (preparada anteriormente) y colocarlo en un erlenmeyer limpio y seco de 250mL.
- Agregar 5 mililitros de Acido Nítrico 6N luego 2 mililitros de indicador de Sulfato Férrico Amónico 5% y 20 mililitros de agua destilada.
- Llenar una bureta de 50.0mL con solución de Tiocianato de Amonio y valorar la solución de nitrato de Plata 0.01N, agitando vigorosamente hasta obtener una coloración perceptible y permanente de color pardo rojiza débil que persista por un minuto.
- Realizar dos valoraciones más y al final de cada una de ellas, anotar el volumen gastado del titulante
- Calcular la normalidad de la solución de Tiocianato de Amonio para cada valoración.
- Calcular el promedio de los tres valores obtenido y anotar la normalidad promedio en el frasco que contiene la solución.

Fórmula a Utilizar: (10)

$$V_1 N_1 = V_2 N_2$$

Reacción que sucede con indicador:



Determinación de Bromo en una muestra de Bromuro de Potasio sólido grado reactivo (ACS) utilizando el Método de Volhard. (Método Indirecto)

Procedimiento:

- Pesar Xg de cantidad de muestra grado reactivo ACS, en balanza analítica.
- Colocar la muestra de $\text{KBr}_{(s)}$ en beaker de 50mL de capacidad, agregar aproximadamente 10mL de agua destilada y agitar hasta disolución completa.
- Transferirlo a un balón aforado de 100.0mL de capacidad, aforar con agua destilada, homogenizar y rotular.
- Tomar 10.0mL de la muestra, transferirlo a un frasco erlenmeyer de 250mL de capacidad, y agregar 5mL de HNO_3 6N
- Colocar en una bureta de 50.0mL, AgNO_3 0.01N y agregar, aproximadamente al erlenmeyer que contiene la muestra. 40mL de solución valorante, más un ligero exceso de 3.0mL
- Luego agregar 5mL de nitrobenceno, más un mililitro de indicador de sal férrica, agitar fuertemente el frasco para coagular el precipitado y valorar el exceso de Nitrato de Plata con Tiocianato de Amonio 0.01N contenido en otra bureta de 50.0mL de capacidad, hasta que aparezca un color pardo rojizo débil permanente. Al producirse el cambio de color esperar aproximadamente 30 segundos y observar si hay decoloración de la solución problema; en caso contrario , anotar el volumen gastado que presenta la bureta.

- Realizar dos valoraciones mas y al final de cada una de ellas anotar el volumen de tiocianato de Amonio 0.01N gastado, y calcular la cantidad de Br- en gramos en peso de muestra

Datos:

Muestra Problema: Bromuro de Potasio Sólido Grado Reactivo ACS

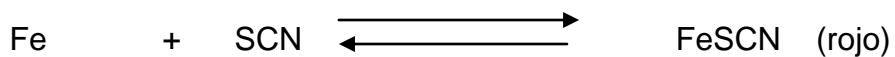
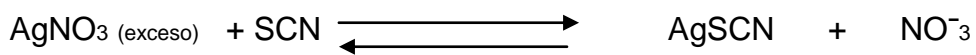
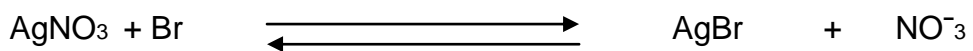
Fórmula: KBr

Fórmula a Utilizar: (10)

g de Br⁻ = (V AgNO₃ x F.C. AgNO₃) – (V KSCN x F.C. KSCN) x meq x F.D.

EN PESO DE MUESTRA

Reacción que sucede:



Causas de Error.

- Pérdida de muestra en el momento de realizar la disolución del suero
- No aforar correctamente a la marca del balón cuando se preparan las soluciones.
- Agregar cantidad inadecuada del indicador
- Mala detección del punto final en la valoración.
- Utilizar reactivos de concentración inadecuada

Preguntas:

1. Mencione el método a utilizar para la determinación de Bromo.
2. Calcular la cantidad de Br⁻ en gramos en peso de muestra
3. Explique el fundamento del método utilizado.

4.4 Valoraciones Complejométricas (3, 4, 5, 8)

En estas titulaciones se formarán complejos a partir de un agente quelante, el cual se forma por un agente orgánico que tiene dos o más grupos capaces de formar complejos con un ion metálico; es decir **Las Valoraciones Complejométricas** son aquellas que involucran reacciones de formación de complejos, entendiéndose por estos, el producto entre agentes quelatantes, tipo EDTA y muchos de los metales en su forma iónica

Se dice que los iones complejos son compuestos constituidos por un ion metálico con otros iones o moléculas. Las partes del complejo se mantienen unidas mediante uniones covalentes coordinadas en las cuales el ion o molécula, son diferentes del ion metálico central.

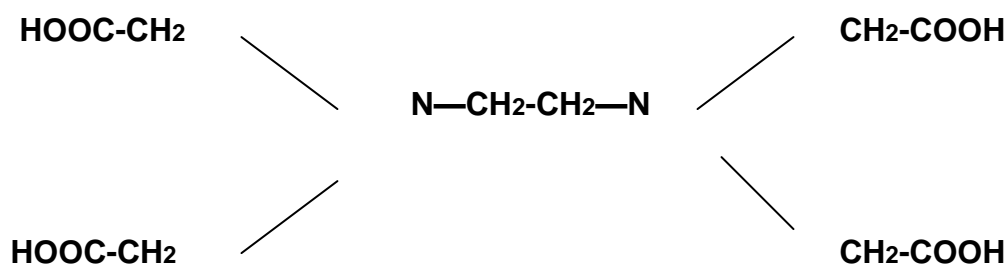
La teoría de Lewis es la que por lo general se considera como la más aplicable en estas titulaciones Complejométricas, ya que el ion metálico central actúa como ácido de Lewis y los otros iones o moléculas como bases de Lewis.

La mayoría de los iones metálicos reaccionan con donadores de pares de electrones formando complejos o compuestos de coordinación. La especie donadora, es llamada ligando; debe tener disponible al menos un par de electrones no compartidos para formar el enlace. El agua, el amoníaco y los iones de halogenuros son los ligandos inorgánicos más comunes.

- **Ligandos Monodentados:** Poseen un posible sitio de coordinación (enlace simple) entre ellos tenemos iones Haluro, NH_3 , HCl , Cl-NH_4

- **Ligandos Bidentados:** Poseen dos sitios de coordinación, entre ellos tenemos: Etilendiamino el cuál reacciona con el Zn^{+2} y Ni^{+2}

El ácido Etilendiaminotetraacético (EDTA), es de mucha importancia en la aplicación de valoraciones Complejométricas, un ejemplo clásico lo constituyen las determinaciones de calcio y magnesio con EDTA. ya que se utiliza como agente titulante-quelante, formando complejos estables de estequiometria 1:1 con la mayoría de los iones metálicos el cual es estable con un gran número de iones polivalentes, cuya fórmula estructural es la siguiente:



Cada uno de los átomos de hidrogeno en los grupos carboxílicos (-COOH) experimentan disociación acida.

La forma neutra del ácido es tetraprotica y se representa con formula H_4Y , que establece complejos en razón de 1:1 debido a que el ion H_4Y posee en total seis grupos funcionales: cuatro grupos carboxílicos y dos grupos aminos,

que pueden ocupar cuatro, cinco o seis posiciones de coordinación en torno del Ion Metálico central.

La sal disódica $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, es un reactivo de uso común que sirve como materia prima para la preparación de soluciones de EDTA estándares que son las que se utilizan en las valoraciones.

Es preciso que el indicador sea de color intenso cuando este enlazado con el metal o cuando este libre, a esta propiedad que poseen los indicadores a los que se les denomina **Metalocromicos**.

4.4.1 Requisitos que se llevan a cabo en los Métodos Complejométricos:

- La reacción de formación de complejos ha de ser rápida.
- Transcurra conforme a una estequiometria definida.
- Posea características definidas para la aplicación de los diferentes sistemas de determinación del punto final.

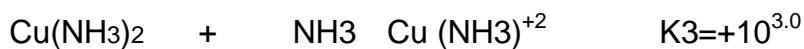
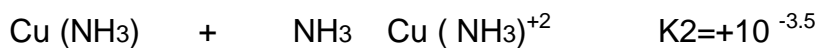
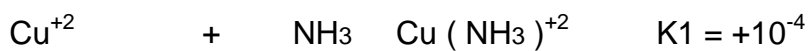
4.4.2 Para las titulaciones Complejométricas se pueden usar los siguientes criterios:

1. La reacción debe ser estequiométrica y llegar a ser completa.
2. Una solución estándar de un ligando puede ser obtenida, si este es un estándar primario.

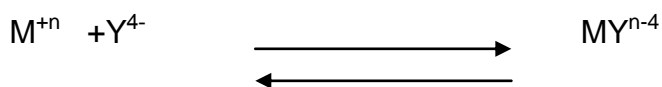
Si el ligando mismo no puede ser usado como estándar primario, lo más posible es estandarizarlo contra alguna sal metálica la cual tenga características de un estándar primario.

3. Un método adecuado para detectar el punto de equivalencia puede ser utilizado. Esto significa que un indicador puede estar disponible, el cual sufre cambios de color en el punto de equivalencia o muy cerca de él.

El primer criterio antes descrito, nos dice porque los ligandos, monodentados no pueden ser utilizados como titulantes para iones metálicos. Esto es debido a que generalmente en las etapas de formación hay diversos complejos formados sucesivamente entre el ligando y el metal.

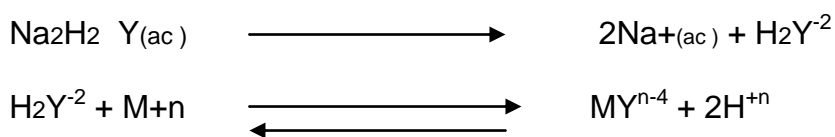


Sin embargo, el criterio uno, puede ser muy cierto en el caso de los Ligandos polidentados, como el EDTA, puesto que éste caso hay una razón 1: 1 entre el metal-ligando, es llevado a cabo en el complejo y una simple constante de estabilidad es obtenida.



$$K_{\text{est.}} = \frac{[\text{MY}^{n-4}]}{[\text{M}^{+n}][\text{Y}^{4-}]}$$

Las reacciones de esta sal son iones metálicos que se pueden representar de la siguiente forma:



La reacción adquiere el desplazamiento de los iones hidrógenos del ácido débil; hay que observar el efecto del pH en estas titulaciones.

Considerando la constante de ionización sucesiva del EDTA, se pueden mostrar las especies protonadas, H_4Y existe bajo un pH = 2.0; la especie H_3Y^- existe a un pH = 3.0; la especie H_2Y^{2-} predomina entre los pH 6 y 10 y la Y^{4-} es formada en cantidades apreciables arriba de pH = 11.

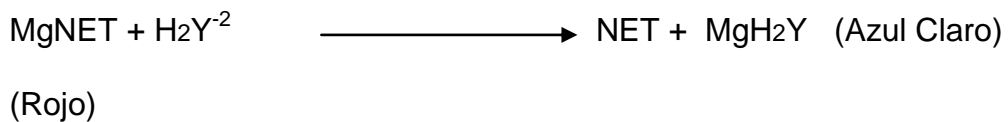
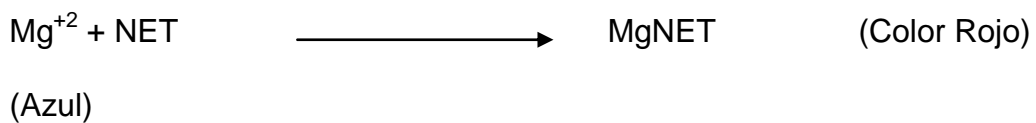
Si la reacción metal- EDTA fuese considerada como única, es de esperar que la reacción se desplace hacia la izquierda a niveles bajos de pH, con una subsiguiente disminución de la concentración del complejo.

Por lo tanto, es necesario controlar el rango de pH cuidadosamente, llevándose a cabo titulaciones con EDTA en forma exitosa. Como la constante de estabilidad del complejo metal- EDTA se incrementa, el efecto de pH es menos crítico. De esta forma el pH deberá ser óptimo para una variedad de titulaciones en diversos indicadores de los cuales forma complejos coloreados con diferentes iones metálicos.

4.4.3 MÉTODOS DE VALORACIÓN CON EDTA:

- **Valoración Directa:** Cuando se agrega el titulante directamente a la sustancia a valorar, manteniendo un pH generalmente de 9-10. La solución buffer utilizada es $\text{NH}_4\text{Cl-NH}_4\text{OH}$ y como indicador el Negro de Eriocromo T (NET)

Entre los cationes que se pueden valorar de manera directa Mg^{+2} , Ca^{+2}
Formándose el complejo:



- **Valoración Indirecta o Retroceso:** Cuando se agrega en exceso la especie titulante y luego el exceso se valora. Hay casos que no hay indicador satisfactorio o cuando el ion metálico forme complejo con el EDTA muy lentamente.

Determinación de Calcio y Magnesio (2, 3, 4)

Fundamento.

El EDTA o verseno reacciona primero con los iones Ca^{+2} libres, luego con los iones Mg^{+2} presentes en el complejo que forma este ion con el indicador. Los complejos de Mg^{+2} son más estables que los de Ca^{+2}

El complejo de magnesio que se forma con el indicador es de color rojo vino y el indicador libre es de color azul, en un intervalo de pH de 6.5 a 11.5

Determinación de Calcio Fundamento.

Fundamento.

El calcio se valora con EDTA en medio fuertemente alcalino. En estas condiciones el magnesio presente precipita como hidróxido de magnesio y no interfiere en la valoración del calcio.

El indicador que se utiliza en esta valoración es murexida o purpurato de amonio que forma con el calcio en medio alcalino un color rosado y al final de la valoración cambia a color morado.

Valoraciones de Calcio y Magnesio en una misma muestra con EDTA.

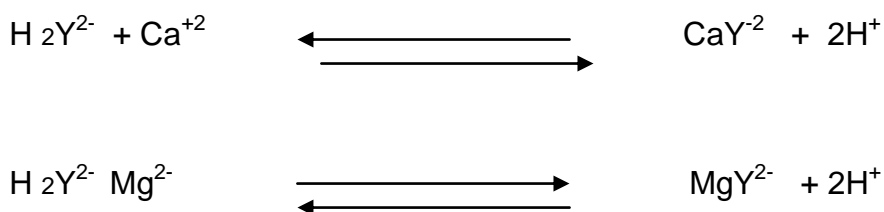
El ion magnesio puede titularse con EDTA a un pH de 10, empleando negro de eriocromo T como indicador. El Calcio que puede estar presente en la solución será cotitulado.

El Calcio forma con el EDTA un complejo más estable que el de Magnesio, pero el Calcio produce un color muy tenue con el negro de Eriocromo T.

Por consiguiente, cuando una solución problema contiene tanto Magnesio como Calcio la adición de EDTA conduce a los siguientes eventos: Primero, el ion calcio libre se combina con el EDTA: después hace lo mismo el ion magnesio libre.

Finalmente la minúscula cantidad de Magnesio que estaba combinada con el negro de eriocromo T es extraído por el EDTA y se llega al punto final. La cantidad de titulante consumido corresponde a la suma de Calcio y Magnesio presentes en la solución. Puesto que la reacción entre el complejo de magnesio, negro de eriocromo T y EDTA es poco más lenta a temperatura ambiente, la solución se calienta ligeramente, con lo cual se acelera la reacción del punto final.

La sal que más se utiliza es la sal Disodica $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ del EDTA con los iones calcio y magnesio. Pueden representarse por las siguientes ecuaciones:



En esta valoración se usan indicadores metalocromicos que son sustancias que forman complejos estables de color vivo con la mayoría de los iones metálicos de interés analítico.

El Calcio puede titularse con EDTA a un punto final muy bien definido usando el indicador metalocromico calcon.

El calcon es un colorante formador de complejos metálicos similar en estructura y comportamiento al negro de eriocromo T, pero persistente en su forma azul "no metalizada "a valores de pH mucho más altos.

A un pH superior a 12, este colorante produce una reacción complejométrica con el calcio, resultando una solución de color rojo intenso. Esto quiere decir, que el calcio puede titularse con EDTA en un medio fuertemente alcalino. En esas condiciones, el magnesio, precipita como hidróxido y no interfiere en la titulación del calcio, siempre y cuando la cantidad de magnesio presente no sea exageradamente alta.

Las soluciones que contienen calcio y magnesio se analizan de la siguiente manera: Una alícuota de la muestra se ajusta a pH de 10 y se titula la suma de ambos metales con EDTA y negro de eriocromo T, como indicador, una segunda alícuota se ajusta a un pH superior a 12, con lo cual se titula con EDTA y calcon como indicador. Si las dos alícuotas son idénticas, la diferencia de volúmenes de solución de EDTA requerida en la primera y segunda titulación corresponde a la cantidad de Calcio.

Para obtener buenos resultados es necesario prestar atención a ciertos puntos. La solución de hidróxido de sodio debe añadirse a la segunda alícuota con lentitud, una buena agitación; se forma otra, puede llegar a coprecipitar con el magnesio.

La solución titulada se tiene que diluir a un nivel apropiado, de lo contrario, también puede precipitar hidróxido de calcio. Tanto la solución problema como la de hidróxido de sodio deben contener el mínimo posible de ion carbonato, pues podría precipitar carbonato de calcio. Aunque este precipitado se disuelve al reaccionar con el EDTA, el proceso es lento y conduce a un punto final definido.

El calcon se adsorbe en el precipitado de Hidróxido de Magnesio, por lo que no debe añadirse, sino hasta después de completar la precipitación, con lo cual se reduce bastante la adsorción del indicador. Bajo estas condiciones, el vire de color del calcon en presencia del hidróxido de magnesio es más definido que en la solución transparente que existe cuando solamente se titula calcio con EDTA.

Objetivo General:

Determinación de contenido de Calcio en una muestra de Carbonato de Calcio.

Preparación y Estandarización de solución valorante de Ácido ETILENDIAMINOTETRACETICO (EDTA) frente a solución estándar de Carbonato de Calcio (CaCl_2)

Equipo:

- Balanza Analítica.
- Balanza granataria.
- Pinza para bureta.
- Soporte para bureta

Material:

- Agitador.
- Balón volumétrico de 100.0mL, 1000.0mL
- Beaker de 30mL, 50mL 100mL

- Bureta de 50.0mL
- Erlenmeyer de 125ml, 250mL
- Espátula.
- Frasco lavador.
- Mortero y Pistilo
- Pipeta volumétrica de 10.0mL
- Probeta de 10mL, 25mL

Reactivos:

- Agua destilada.
- Solución de Ácido Clorhídrico 0.1N (preparada en experimento # 1)
- Carbonato de Calcio sólido, grado reactivo ACS
- Hidroxi- Naftol sólido, grado reactivo ACS
- EDTA sólido, grado reactivo. ACS
- Solución reguladora de Hidróxido de Sodio 4N
- Muestra Problema: Carbonato de Calcio. (tabletas)

Preparación de Solución Estándar de Carbonato de Calcio 0.01 M

Procedimiento:

- Pesar en balanza analítica 0.1000 g. de Carbonato de Calcio, grado reactivo.
- Medir con probeta 10mL de Ácido Clorhídrico 0.1N en cámara de extracción de gases.

- Disolver en beaker de 100mL, el Carbonato de Calcio, con el HCl 0.1N, y agitar hasta total disolución.
- Seguir agregando pequeñas cantidades de agua destilada, aproximadamente 50mL hasta obtener una solución totalmente homogénea.
- Transferir cuantitativamente la solución a un balón volumétrico de 100.0mL, adicionar agua destilada, agitar para disolver, aforar hasta la marca y homogenizar.
- Transferir a frasco de vidrio y rotular.

Datos:

Fórmula Del Estándar Primario de Carbonato de Calcio: CaCO_3

P.M de $\text{CaCO}_3 = 100.0 \text{ g/mol}$.

Preparación de Solución de EDTA 0.01 M

Procedimiento:

- Pesar en balanza analítica 4.0 gramos de sal disodica del ácido Etilendiaminotetraacético, (EDTA) en vidrio reloj.
- Seguidamente tomar, 0.01 gramos de Cloruro de Magnesio con la punta de una espátula, y agregar a un balón volumétrico de 1000.0mL, luego agregar 4.0 gramos de la sal disodica Etilendiaminotetraacético ya pesada, agregar aproximadamente 500mL de agua destilada y mezclar.
- Agitar hasta disolver, aforar hasta la marca con agua destilada, homogenizar, envasar en frasco de plástico y rotular.

Datos:

Fórmula de EDTA: $C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$

PM de EDTA = $(C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O)$ 372.24 g/mol

Estandarización de EDTA 0.01 M frente a solución Estándar de Carbonato de Calcio 0.01 M

Procedimiento:

- Medir con pipeta volumétrica de 10.0mL, solución estándar de Carbonato de Calcio.
- Transferir la solución estándar de Carbonato de Calcio, a un erlenmeyer de 250mL, agregar 10mL de agua destilada y 15mL aproximadamente de Hidróxido de Sodio 4N.
- Agregar una cantidad aproximada de 0.3g de indicador Hidroxi-Naftol con espátula y agitar la solución.
- Llenar una bureta de 50.0mL con solución estándar de EDTA 0.01M, teniendo la precaución de ambientar la bureta antes de llenarla con pequeñas porciones de la misma solución.
- Valorar la solución de Carbonato de Calcio 0.01 M con la solución de EDTA 0.01 M, agitando vigorosamente hasta obtener una coloración perceptible que persista por un minuto.
- Realizar dos valoraciones más y al final de cada una de ellas, anotar el volumen de EDTA 0.01M gastado y calcular la Molaridad de cada valoración.
- Calcular el promedio de los tres valores obtenidos de Molaridad y anotar la Molaridad promedio en el frasco que contiene la solución.

Datos:

Fórmula del EDTA: $C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$

Fórmula a utilizar (10)

$$MEDTA = \frac{\text{g (CaCO}_3 \text{ en alícuota tomada)}}{V_{\text{mL (gastados de EDTA)}} \times \text{meq de CaCO}_3}$$

Determinación de contenido de Calcio en una muestra de Tabletas Carbonato de Calcio.

- Pesar 20 tabletas de Carbonato de Calcio en balanza analítica, triturándolas posteriormente en un mortero con pistilo, hasta dejar un polvo totalmente pulverizado.
- Pesar exactamente Xg de polvo de Carbonato de Calcio, en balanza analítica, y realizar 3 pesadas.
- Transferir la cantidad resultante de polvo de tableta, con espátula a un beaker de 50mL de capacidad, y disolverlo con una cantidad aproximada de HCl 3N, adicionándolo en pequeñas porciones en cámara de extracción de gases y agitando hasta disolver todo el sólido de la muestra.
- Realizar lavados posteriormente tanto del mortero como del pistilo con HCl 3N y adicionarlos al beaker conteniendo la muestra.
- Seguidamente agregar cuantitativamente a un frasco volumétrico de 100.0mL de capacidad y aforar con HCl 3N, homogenizar y rotular.

- Tomar una alícuota de 10.0mL y agregarlo cuantitativamente a un erlenmeyer de 250mL
- Agregar lentamente gotas de solución de Hidróxido de Sodio 4N para llevar la solución a un pH=12 (Comprobar con papel indicador).
- Agregar aproximadamente 50mg. de indicador Murexida con espátula, y agitar la solución.
- Llenar una bureta de 50.0mL con solución estándar de EDTA 0.01M, teniendo la precaución de ambientar la bureta antes de llenarla, con pequeñas porciones de la solución valorante.
- Titular la solución problema de Carbonato de Calcio con solución de EDTA 0.01 M, procurando agitar el erlenmeyer que contiene la muestra, después de cada adición de solución valorante, hasta que aparezca un color rojo intenso. Al producirse el cambio de color esperar aproximadamente 30 segundos y observar si hay decoloración de la solución problema; en caso contrario, anotar el volumen gastado que presenta la bureta.
- Realizar dos valoraciones más y al final de cada una de ellas, anotar el volumen de EDTA 0.01 M gastado y calcular la cantidad de Calcio en peso muestra.

Datos:

Muestra Problema: Tabletas de Carbonato de Calcio

Fórmula a utilizar (10)

$$\text{g de Ca} = V_{\text{EDTA gastado}} \times F.C \text{ de EDTA} \times \text{meq de Ca}^{+2} \times F.D$$

EN PESO MUESTRA

Causas de Error:

- Pérdida de muestra de grageas de Carbonato al momento de pulverizarla en el mortero.
- No aforar correctamente a la marca del balón cuando se preparan las diluciones.
- Utilizar reactivos de concentración inadecuada.
- No tener la muestra a un pH =12 (es decir medio básico)
- Mala detección del punto final en la valoración.

Preguntas:

1. Mencione el método a utilizar para la determinación de Calcio.
2. Mencione el reactivo valorante a utilizar en la práctica.
3. ¿Porque debe realizarse la valoración en un medio básico pH=12?
4. Mencione 2 criterios importantes para realizar una titulación

Complejometricas

5. ¿Concentración del EDTA en la valoración?
6. Nombre del indicador que a utilizado
7. ¿El cambio de color del indicador es?
8. ¿La concentración del HCl utilizado es?
9. ¿Por qué cambia de CaCO_3 a CaCl_2
10. ¿Qué reactivo utiliza para convertir el CaCO_3 a CaCl_2 ?
11. De la reacción que sucede en el numeral anterior.

4.5 Volumetría de Oxido-Reducción (2, 4, 10,12)

Los métodos de Oxidación y Reducción son aquellos en los cuáles se pierden y ganan electrones y dichos electrones se transfieren entre el analítico y el titulante.

La oxidación es el proceso en que un átomo, ion o molécula pierde uno o más electrones, la reducción es la ganancia de uno o más electrones por parte de un átomo, ion o molécula.

Agente Reductor, es una sustancia que pierde uno o más electrones y se lleva a cabo su oxidación. (Donador de electrones)

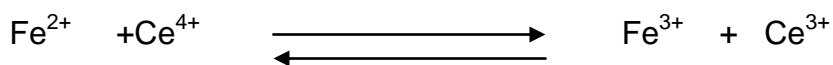
Agente Oxidante, es una sustancia que gana uno o más electrones y se lleva a cabo su reducción. (Receptor de electrones)

La química de los métodos de oxidación - reducción, se basan en que cuando una sustancia se oxida, tiene que reducirse alguna otra simultáneamente, es decir hay un intercambio de electrones.

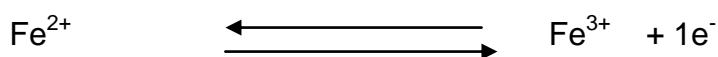
Recíprocamente cuando una sustancia se reduce tiene que haber una oxidación equivalente de alguna otra sustancia; es decir, que han de producirse siempre dos reacciones de naturaleza simultánea, opuesta y equivalente.

Para aclarar estas definiciones, consideremos la oxidación del Sulfato Ferroso por el Sulfato Cérico. Como el ion sulfato permanece invariable

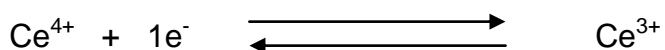
durante las reacciones solamente necesitamos considerar los iones que realmente intervienen:



En este caso, la sustancia oxidada es el ion ferroso. Pierde un electrón y se convierte en ion férrico. La ecuación que representa esta oxidación es:



El agente oxidante, en este caso es el ion cérico, gana un electrón y se reduce al estado ceroso, según la ecuación:



Número de Oxidación: es aquella carga electrónica que aparenta tener un átomo en un ion o molécula, y que debe ser entero, positivo o negativo.

Peso Equivalente: Peso de la sustancia que reacciona o es equivalente a un átomo, gramo o mol de electrones transferidos en la reacción.

Ecuación de Nernst: Expresión que relaciona el potencial de semicelda E° , con las concentraciones de las formas oxidada y reducida de la sustancia. Las soluciones tipo más conocidas para los métodos analíticos de oxidación-reducción son el Permanganato de Potasio, Dicromato de Potasio, Cerio IV, Yodo, Tiosulfato de Sodio.

4.5.1 CLASIFICACIÓN DE LOS MÉTODOS REDOX (4, 10,12)

- Métodos Directos: Se caracterizan porque el cuerpo activo se oxida por el oxígeno, que emite directamente
- Métodos Indirectos: Cuando la oxidación se verifica por intercambio de otra sustancia que suele ser el agua.

Ambos métodos se fundamentan en el cambio de estado de oxidación que sufren algunos de los elementos a expensas de reactivos oxidantes o reductores; es decir; soluciones de sustancia que en determinadas condiciones pueden ceder su oxígeno hasta obtener la total oxidación de la otra sustancia; o viceversa, que se oxidan a expensas de la reducción del otro elemento.

Propiedades generales que un reductor u oxidante deben cumplir para ser utilizados como regulador de estado de oxidación:

- El reductor u oxidante deben ser lo suficientemente fuerte para que la reacción sea completa.
- Deben convertirse en otra sustancia en forma cuantitativa para el estado de oxidación deseado.
- El reductor o el oxidante deben de reaccionar rápidamente con la sustancia a determinar.

4.5.2 Requisitos que se Llevan a Cabo en los Métodos de Oxidación y Reducción.

- La reacción debe ser rápida y completa.

- Disponer de una técnica indicadora para localizar el punto de equivalencia con una exactitud razonable.
- Que el elemento o constituyente a analizar esté presente en un estado de oxidación determinado.

En las titulaciones de Oxidación y Reducción existen soluciones patrón que actúan como agentes reductores patrón ó agentes oxidantes patrón.

Agentes Reductores Patrón:

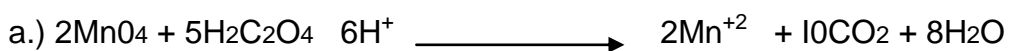
- Soluciones de Hierro.
- Tiosulfato de Sodio.

Agentes Oxidantes Patrón:

- Permanganato de Potasio y Cerio (IV).
- Dicromato de Potasio.
- Yodo

El Permanganato de Potasio no es suficientemente puro para ser un patrón primario, debido a que siempre contiene trazas de MnO₂, además el agua destilada contiene habitualmente suficientes impurezas orgánicas para reducir una parte del MnO₄ reducido a MnO₂

El Permanganato de Potasio puede estandarizarse o normalizarse por titulación de Oxalato de Sodio, Na₂C₂O₄ u Trióxido Arsenioso AS₂O₃



Las soluciones de Permanganato de Potasio deben valorarse con una sustancia patrón primario entre ellas tenemos:

- Trióxido de Arsénico
- Oxalato de Sodio

Los patrones secundarios incluyen:

- Hierro
- Sulfato Ferroso Amónico
- Acido Oxálico
- Tetraoxalato de Potasio.

De estas sustancias el Oxalato de Sodio es la que se considera de más valor, puesto que se obtiene fácilmente puro y anhidra, el reactivo para análisis común, tiene una pureza no menor de 99.6%

El oxalato de Sodio (con pureza del 99.9 al 99.5%) se seca (a 105°C durante dos horas) y se disuelve en H₂SO₄ 1M

Los colores de las formas oxidada y reducida de un oxidante estándar, tienen importancia en la determinación del punto final de la valoración. Muchas veces, la misma sustancia puede servir como indicador del punto final, si se percibe el color de una pequeña parte de la forma oxidada del valorante en presencia de una concentración mucho mayor de la forma reducida.

Un indicador de oxido-reducción es una sustancia cuya forma oxidada tiene un color diferente al de la forma reducida. La oxidación y la reducción del indicador debe ser reversible. La acción de un indicador de oxido-reducción no depende de la naturaleza específica del oxidante o del reductor titulado sino de las posiciones relativas de los potenciales de oxidación del indicador y del sistema titulado.

La mayoría de las soluciones patrón son de color fuerte, dicho color puede emplearse para determinar el punto final a estas soluciones se le conocen como **Autoindicadores**.

Los indicadores que se utilizan en las valoraciones de oxidación-reducción son:

Difenilamina, Difenilbencidina, Acido Difenilarainosulfonica, Fenantrolina, Azul de Metileno.

Objetivo General:

Determinación de Hierro II (Fe^{+2}) en una muestra de tabletas de Sulfato Ferroso. $\text{FeSO}_4(\text{s})$

Preparación y Estandarización de Solución de Permanganato de Potasio 0.1N frente a Solución Estándar de Oxaiato de Sodio. 0.1N

Equipo:

- Balanza Analítica
- Balanza Granataria

- Estufa
- Hot-Plate.
- Kitazato
- Mortero y Pistilo
- Pinza para Bureta
- Soporte para Bureta.

Material:

- Agitador.
- Balón volumétrico de 100.0mL
- Beaker de 50mL, 100mL, 150mL, 500mL, 1000mL.
- Bureta de 50.0mL
- Embudo Buchner vidrio poroso
- Erlenmeyer de 250mL
- Espátula
- Frasco Ámbar
- Frasco Lavador
- Frasco Volumétrico de 100.0mL
- Pipeta Volumétrica de 10.0mL, 25.0mL
- Probeta graduada de 10mL, 25mL
- Termómetro
- Trípode de Metal. Vidrio de reloj

Reactivos:

- Acido Sulfúrico 7N
- Agua Destilada.
- Oxalato de Sodio sólido grado reactivo. ACS
- Permanganato de Potasio sólido grado reactivo. ACS (KMnO_4)
- Muestra : Tabletas de Sulfato Ferroso.

Preparación de Solución Valorante de Permanganato de Potasio 0.1 N

Procedimiento:

- Pesar 3.2 gramos de Permanganato de Potasio sólido sobre un vidrio de reloj en balanza granataria.
- En un beaker de 1000mL, agregar 500mL de agua destilada, calentar en Hot-Plate hasta el punto de ebullición y hervirla durante 5-10 minutos.
- Agregar el KMnO_4 al agua ebuliendo, continuar hirviendo durante 5 minutos más, y agregar agua destilada hasta 1 litro. (El Permanganato de Potasio se disuelve lentamente)
- Retirar del fuego y dejar enfriar la solución de KMnO_4 0.1N, filtrarla en embudo Buchner de vidrio poroso y colocarla en un balón de 1 litro llevar hasta la marca y homogenizar.

Para filtrar la solución de KMnO_4 se debe preparar el embudo de vidrio sinterizado lavándolo con HCl concentrado y luego lavarlo con agua destilada hasta que no existan trazas de iones cloruro.

- Trasladar la solución de KMnO_4 0.1N, a frasco ámbar y rotular.

Datos:

Fórmula del Permanganato de Potasio: KMnO_4

P.M de $\text{KMnO}_4 = 157.89 \text{ g/mol}$

$$\text{Peso Equivalente} = \frac{\text{P.M. KMnO}_4}{\text{N}^\circ \text{ de } e^- (5e^-)}$$

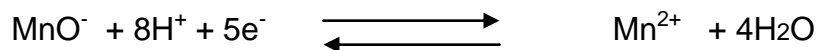
$$\text{Peso Equivalente} = \frac{157.89 \text{ g}}{5e^-} = 31.57 = 31.6 \text{ gramos}$$

31.6g KMnO_4 ——— 1N ——— 1000 mililitros

3.16 g KMnO_4 ——— 0.1 N ——— 1000 mililitros.

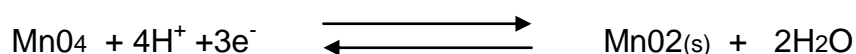
El Permanganato de Potasio (KMnO_4) es un agente oxidante de intenso color violeta.

En soluciones fuertemente acidas ($\text{pH} = 1$) se reduce a Mn^{2+}



Ion manganeso

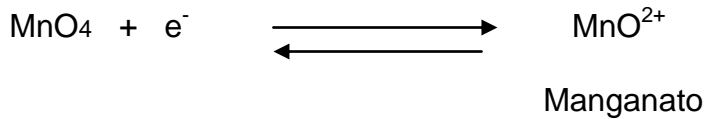
En solución neutra o alcalina, el producto de la reacción es el sólido de color castaño MnO_2 :



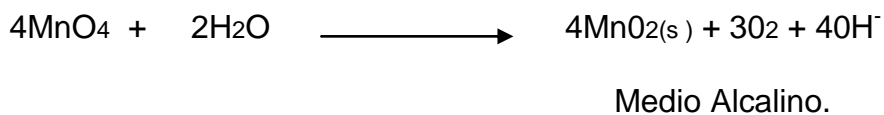
Dióxido de Manganeso

Café

En soluciones fuertemente alcalinas (NaOH 2M) se produce el ion manganato, de color verde:



Para preparar soluciones estables, el KMnO_4 se disuelve en agua destilada, se hierve a fin de acelerar la reacción entre MnO_4^- y las impurezas orgánicas, y se hace pasar por un filtro limpio de vidrio sinterizado para separar el MnO_4^- precipitado.



En el caso de titulaciones realizadas en soluciones fuertemente acidas, el KMnO_4 mismo desempeña la función de indicador. El producto Mn^{+2} , es incoloro. El punto final se considera alcanzado en el primer momento en que permanezca el color rosa pálido del MnO_4^-

Preparación de Solución Estándar Primario de Oxalato de Sodio. 01N

Procedimiento:

- Calentar en estufa 3.0 gramo de Oxalato de Sodio grado reactivo entre $105^\circ - 110^\circ$ por dos horas, luego dejar enfriar en un desecador.
- Pesar aproximadamente una muestra de 0.7261 gramos de Oxalato de Sodio grado reactivo sobre vidrio de reloj en balanza analítica.

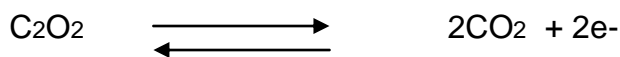
- Transferir el sólido a un beaker de 30.mL. Lavar con una pequeña cantidad de agua destilada el vidrio de reloj, agregándolo al beaker y agitándolo hasta disolver todo el sólido.
- Transferir en forma cuantitativa la solución de Oxalato de Sodio, a un balón volumétrico de 100.0mL.Lavar el beaker con agua destilada agregándolo al balón.
- Agitar para disolver, aforar con agua destilada hasta la marca de 100.0mL
- homogenizar y rotular:

Datos:

Fórmula del Oxalato de Sodio: $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

P.M. del Oxalato de Sodio= 133.92g/mol

Equivalente gramo de Oxalato de Sodio se calcula a partir de la siguiente reacción:



$$\text{Peso equivalente} = \frac{\text{P.M. Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}{\text{N}^\circ \text{de e}^- (2\text{e}^-)}$$

$$\text{Peso Equivalente Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 = \frac{133.92 \text{ g}}{2\text{e}^-} = 66.96 \text{ g} = 67.0 \text{ gramos}$$

$$\text{meq de Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 = \frac{67.0\text{g}}{1000\text{mL}} = 0.067\text{g/mL}$$

| | | | | |
|-------------------------|-------|------|-------|-----------|
| 67.0g Oxalato de Sodio | _____ | 1N | _____ | 1000.0mL |
| 6.7g Oxalato de Sodio | _____ | 0.1N | _____ | 1000.0mL. |
| 0.67g Oxalato de Sodio | _____ | 0.1N | _____ | 100.0mL |
| 0.067g Oxalato de Sodio | _____ | 0.1N | _____ | 10.0mL |

Estandarización de la Solución de Permanganato de Potasio 0.1N, frente a Solución Estándar Primario de Oxalato de Sodio. 0.1N

Procedimiento:

- Tomar con pipeta volumétrica 10.mL de la solución estándar primario (Oxalato de Sodio), y transferir a un erlenmeyer de 250mL
- Adicionar con probeta 15mL de H₂SO₄ 7N y calentar la solución a 60°, controlando la temperatura con un termómetro.
- Valorar con la solución de Permanganato de Potasio 0.1N, con agitación constante hasta la aparición de un color rosado pálido que persista por 30 segundos.
- Se observará que al principio de la valoración la disolución se decolora lentamente; es necesario esperar a que se vuelva incolora antes de continuar la adición de permanganato; a partir de ese momento, cada gota de permanganato se decolora rápidamente al agitar el erlenmeyer.
- Leer los mililitros gastados y anotar.

- Realizar dos valoraciones más, y calcular la Normalidad de cada valoración y Normalidad promedio.

Fórmula a Utilizar (2, 3,8)

$$N \text{ KMnO}_4 = \frac{\text{gramos de Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 \text{ (en alícuota tomada)}}{V(\text{mL})_{\text{gast.,. KMnO}_4} \times \text{meq Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}$$

Reacción que se da en la estandarización del KMnO_4 .1N frente a Oxalato de Sodio:



Nota:

Cuando se valora con solución de Permanganato de Potasio, debido al color oscuro de la solución, la lectura de la bureta se lee en el borde superior del menisco en vez del inferior, y la solución que no se utiliza sobrante en la bureta no se debe regresar donde se guarda la solución original.

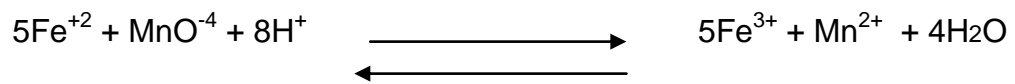
Determinación de Hierro II (Fe^{+2}) en una muestra de tabletas de Sulfato Ferroso. (FeSO_4)

Procedimiento:

- Pesar 20 tabletas de sulfato ferroso, en balanza analítica triturándolas posteriormente en un mortero con pistilo hasta dejar un polvo totalmente pulverizado.

- Pesar en balanza analítica Xg de la muestra de Sulfato Ferroso y, realizar 3 pesadas.
- Transferir la muestra resultante de sulfato ferroso, con una espátula a un beaker de 100.mL y disolver con agua destilada, agitando después de cada adición hasta disolución completa.
- Realizar lavados posteriores tanto del mortero como del pistilo con agua destilada, y adicionarlo al beaker conteniendo la muestra.
- Transferir a un frasco volumétrico de 100.0mL, aforar con agua destilada, homogenizar y rotular
- Tomar una alícuota de 10.0mL adicionarla a erlenmeyer de 250.mL de capacidad y agregar 15.0mL de H₂SO₄ 7N
- Titular la muestra problema con solución de Permanganato de Potasio 01N previamente estandarizada, procurando agitar el erlenmeyer que contiene la muestra, después de cada adición de solución valorante, hasta la aparición de un color rosado pálido. Al producirse el cambio de color esperar aproximadamente 30 segundos y observar si hay decoloración de la solución problema, en caso contrario, anotar el volumen gastado que presenta la bureta.
- Realizar dos valoraciones más y al final de cada una de ellas, anotar el volumen de KMnO₄.1N gastado, y calcular la cantidad en g de Fe⁺² en peso muestra.

La reacción se presenta:



Datos:

Muestra problema: Tabletas de Sulfato Ferroso

Fórmula a utilizar (10)

gramos de $\text{Fe}^{+2} = V(\text{gastado mL}) \text{KMnO}_4 \times \text{F.C de KMnO}_4 \times \text{meq de Fe}^{+2} \times \text{F. D}$

EN PESO MUESTRA

Causas de Error:

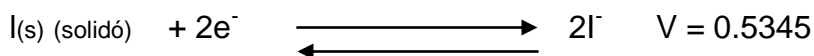
- Mala pesada de la muestra problema.
- Perdida de muestra (tabletas de Sulfato Ferroso) al momento de preparar la solución.
- No aforar exactamente a la marca del balón cuando se preparan las soluciones.
- Dejar la bureta con burbujas de aire en el momento que se llene con la sustancia titulante.
- Error de paralaje en el momento de efectuar la lectura en la bureta.
- Mala detección del punto final en la valoración

Preguntas:

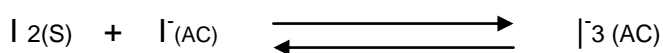
- 1 Defina el concepto de Óxido -Reducción.
2. Mencione el Estándar Primario que utilizará en la práctica.
3. Mencione dos requisitos que deben de tenerse en cuenta al momento de realizar una valoración Redox.
4. ¿Como se debe de realizar la lectura de la bureta en la práctica?
5. ¿Qué indicador utiliza?
6. ¿Cómo se elimina el KMnO_4 reducido?
7. ¿Por qué se le llama auto indicador al Permanganato de Potasio?
8. ¿Cómo se obtiene el Peso Equivalente del KMnO_4 ?

4.6 Valoraciones Oxido-Reducción que involucran Yodo (2, 4, 8, 10,12)

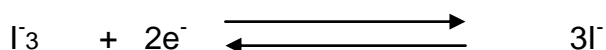
El potencial normal de reducción de la media reacción:



En la mayoría de valoraciones yodometricas que se efectúan en presencia de exceso de ion yoduro se forman iones tri-yoduro.



Pues el Yodo es fácilmente soluble en solución de Yoduro, la media reacción se escribe:

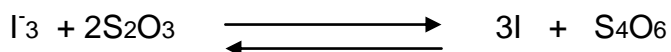


Y el potencial normal de reducción 0.535 voltios por lo que el Yodo (o el ion tri-yoduro es un agente oxidante más débil que el Dicromato de Potasio o Permanganato de Potasio). Sin embargo, el Yodo es suficientemente poderoso como un agente oxidante y reacciona cuantitativamente con algunas sustancias reductoras. Además el ion yoduro se oxida fácilmente, lo que permite reacciones cuantitativas con poderosos agentes. Así, los procesos de oxidación-reducción involucrando yodo pueden clasificarse en dos grupos principales:

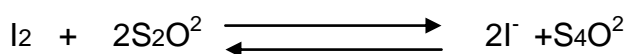
- 1. Los Métodos Directos o de Yodimetria:** que comprenden las valoraciones efectuadas, son soluciones valoradas de Yodo.
- 2. Métodos Indirectos o de Yodometria:** que consisten en la valoración del Yodo que se libera por oxidación de Yoduro.

4.6.1 Métodos Directos o de Yodimetría (7,8)

Se emplea la solución de yodo en yoduro de potasio por lo que la especie reactiva es el ion tri-yoduro. En términos exactos, todas las ecuaciones involucradas con yodo, deben escribirse de I_3^- más bien que I_2 es decir:



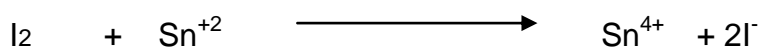
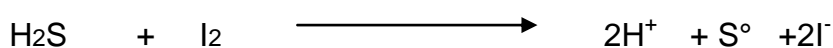
Es más exacto que:



Sin embargo, para simplicidad, la ecuación en las páginas siguientes serán usualmente de yodo molecular y no del ion tri-yoduro.

Los reductores fuertes que tienen un potencial de reducción más bajo, como el cloruro estannoso, ácido sulfúrico, sulfato de hidrógeno y tiosulfato de sodio, reaccionan cuantitativamente y rápidamente con el yodo aun en solución ácida. Con reductores algo más débiles como arsénico trivalente y antimonio trivalente, la reacción es cuantitativa solamente cuando la solución se mantiene neutra o muy débilmente ácida; en estas condiciones el potencial de reducción del reductor es mínimo o su poder oxidación es máximo.

Las ecuaciones se dan a continuación:

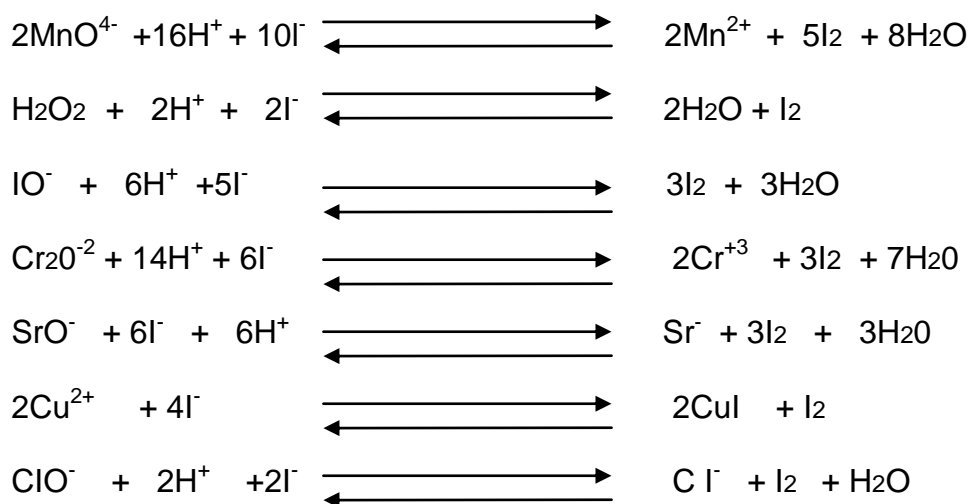


4.6.2 Métodos Indirectos o Yodometria (2,8)

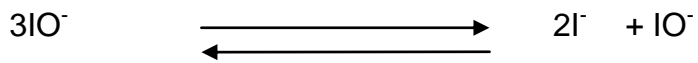
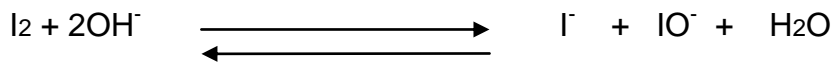
Si un agente oxidante fuerte se trata en solución neutra o acida con un gran exceso de ion yoduro, que reacciona como reductor; el oxidante se reduce cuantitativamente.

En tales casos, una cantidad equivalente de yodo se libera y se le puede titular con solución valorada de un reductor que por lo común, es Tiosulfato de Sodio.

Ejemplos de algunas de esas valoraciones se incluyen en las reacciones siguientes:

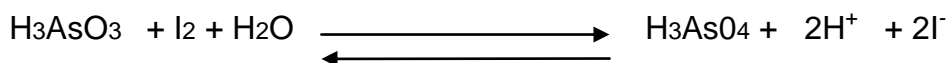


El potencial normal de reducción de yodo-yoduro es independiente del pH de la solución, siempre que el pH sea menor de 8; a pH más alto, el yodo reacciona con los iones hidroxilo, dando yoduro e hipoyodito extremadamente inestable; el hipoyodito se transforma rápidamente, dando como productos yodato y yoduro por autooxidación y reducción.



Muchos iones oxidantes débiles se reducen cuantitativamente por iones yoduro, si sus potenciales de reducción se aumentan considerablemente por la presencia de una cantidad de ácido en la solución. La reacción entre yoduro y el ion cúprico se produce sólo a causa de remoción del ion cuproso o por el yoduro sólido.

Mediante una regulación apropiada del pH de la solución, es posible a veces, valorar a forma reducida de una sustancia con yodo y la forma oxidada, después de la adición de yoduro con tiosulfato de sodio. Así en la oxidación-reducción, arsenito- arseniato, se produce la siguiente reacción:



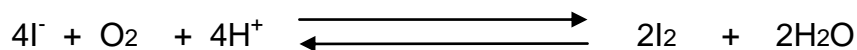
Para valores de pH comprendidos entre 4 y 9, el arsenito puede valorarse con solución de yodo. En soluciones fuertemente ácidas, sin embargo, el arseniato se reduce a arsenito y se forma yodo libre.

En la valoración con solución de tiosulfato de sodio, el yodo se elimina y la reacción procede de derecha a izquierda.

Dos importantes fuentes de error en valoraciones que involucran yodo

son:

- Por pérdida de Yodo debido a su volatilidad apreciable
- La oxidación de soluciones acidas de yoduro por oxígeno del aire.



4.6.3 Reconocimiento Punto Final (2,8)

Una solución acuosa de yodo en yoduro posee un color amarillo intenso que puede llegar hasta pardo. Una gota de solución de yodo 0.1N, imparte un color perceptible amarillo pálido a 100mL de agua, de modo que en soluciones incoloras, el yodo puede ser de por si indicador.

Sin embargo, se emplea como indicador una solución de almidón que es mucho más sensible. El almidón reacciona con el yodo en presencia de yoduro, dando un complejo de adsorción de color azul intenso que es visible a concentraciones muy bajas de yodo. La sensibilidad de la reacción, es tal que el color azul es visible aun cuando la concentración del yodo es $2 \times 10^{-5}\text{M}$ y del yoduro a $4 \times 10^{-4}\text{M}$ a 20°C .

La sensibilidad disminuye a medida que la temperatura aumenta a 50°C . la cual es diez veces menor.

Una ventaja del almidón es su bajo costo, pero posee las desventajas siguientes:

- Escasa solubilidad en agua fría.
- Inestabilidad de las suspensiones en agua
- Reacciona con el yodo dando un complejo insoluble en agua, por lo que no debe agregarse este indicador al comenzar una valoración yodométrica; deberá agregarse la solución de almidón poco antes del punto final, cuando la solución esta ya casi decolorada.
- Da un punto final poco seguro, especialmente en soluciones diluidas. En algunas valoraciones se emplea otro tipo de reconocimiento del punto final. Se agrega un liquido no miscible, generalmente tetracloruro de carbono o disulfuro de carbono a la solución a valorar; el liquido forma capa separada en el fondo de la solución. El yodo libre es más soluble en líquidos orgánicos, que en agua, de modo que el yodo que esta presente tiene tendencia a concentrarse en la capa orgánica, la que es fuertemente coloreada.

El color violeta rojizo del yodo en el tetracloruro de carbono, es visible en concentraciones muy bajas; si se agitan 5 ml de CCL_4 con 50.0mL de yodo 2×10^{-5} N. se produce una coloración violeta perfectamente perceptible en la capa de tetracloruro. Esto permite efectuar determinaciones yodometricas con relativa facilidad.

Después de agregar un exceso de solución de yoduro de potasio y 5-10 mL de tetracloruro de carbono a la solución, a valorar se inicia la valoración con tiosulfato de sodio.

Al comienzo, la presencia de yodo en la solución acuosa es perceptible y es suficiente una suave circulación del líquido. Hacia el final de la valoración se tapa el frasco y se agita, después de cada agregado de la solución valorada de tiosulfato de sodio; se alcanza el punto final cuando el tetracloruro de carbono se ha decolorado.

Objetivo general:

Determinación de contenido de vitamina C en tabletas de Acido Ascórbico, frente a una solución estándar de Iodato de Potasio 0.1N

Preparación y Estandarización de solución de Iodato de Potasio 0.1N frente a solución estándar de Tiosulfato de Sodio 0.1 N.

Preparación de Solución de Iodato de Potasio 0.1N

Equipo:

- Balanza Analítica
- Balanza Granataria.
- Hot-Plate
- Mortero y Pistilo
- Pinza para bureta

- Soporte para bureta

Material:

- Agitador
- Balón volumétrico de 250mL, 100.0mL
- Balón volumétrico con tapón esmerilado de 250.0mL
- Beaker de 30mL, 50mL, 100.mL, 250mL, 500mL
- Bureta de 50.0mL con llave de vidrio.
- Erlenmeyer de 250.mL
- Espátula
- Frasco Ámbar
- Frasco lavador
- Mortero y Pistilo
- Pipeta graduada de 25.0mL
- Probeta de 10mL
- Vidrio de reloj

Reactivos:

- Ácido Sulfúrico 98% p/p ACS
- Acido nítrico 65%
- Acido Acético 99% p/p ACS
- Acido Clorhídrico 37% p/p ACS
- Almidón sólido grado reactivo ACS

- Cobre solido, grado reactivo ACS
- Cloroformo grado reactivo. ACS
- Hidróxido de Sodio 1N
- Iodato de Potasio sólido grado reactivo. ACS (KIO_3)
- Ioduro Mercúrico sólido grado reactivo. ACS
- Muestra Problema: Tabletas de vitamina C
- Tiosulfato de Sodio sólido, grado reactivo ACS ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$)
- Urea sólida grado reactivo ACS
- Yoduro de Potasio sólido grado reactivo ACS (KI)

Preparación de Solución de Iodato de Potasio 0.1N

Procedimiento:

- Desecar en una estufa durante 2 horas a $110^\circ C$ aproximadamente 2.0g de KIO_3 , luego dejar enfriar en desecador.
- Pesar en balanza analítica en un beaker de 100mL la cantidad de 0.43g de KIO_3
- Agregar 20mL de agua destilada, agitar hasta disolver solución, luego agregar cuantitativamente a un balón volumétrico de 100.0mL
- Agregar agua destilada hasta la marca, homogenizar y envasar en un recipiente bien cerrado

Datos:

Formula: KIO_3

Peso Molecular de Iodato de Potasio $\text{KIO}_3 = 214.0 \text{ g/mol}$

$$\text{Peso Equivalente: } \text{KIO}_3 = \frac{214.0 \text{ g}}{5e^-} = 42.8 \text{ g}$$

42.8 g _____ 1000.0mL _____ 1N

4.28g _____ 1000.0mL. _____ 0.1 N

0.4280g _____ 100.0mL _____ 0.1N

Preparación de Solución de Almidón al 1%.

- Calentar en Hot-Plate en beaker de 250.mL, aproximadamente 150.mL de agua destilada hasta ebullición.
- Pesar exactamente en balanza granataria sobre un vidrio de reloj 1 gramo de almidón y 3 gramos de Yoduro de Potasio en forma separada cada reactivo.
- Transferir la muestra pesada de almidón, a un beaker de 50.mL, añadir una pequeña cantidad de agua destilada y agregar con agitación continua a 100.mL de agua en ebullición.
- Hervir durante 1 minuto, dejar enfriar y agregar 3 gramos de Yoduro de Potasio grado reactivo ACS
- Transferir la solución a un frasco de vidrio, rotular y mantenerla cerrada.

Preparación y Estandarización de solución de Tiosulfato de Sodio 0.1N frente a Solución estándar de Cobre 0.1N.

Preparación de Solución de Tiosulfato de Sodio 0.1N

- Pesar en balanza granataria 2.4817g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
- Disolver el sólido en agua destilada hervida y enfriar.

Es necesario hervir el agua antes de su uso, ya que el CO_2 se descompone de Tiosulfato a Bisulfito y azufre.

Si la solución debe conservarse más de un día agregar 1 mL de cloroformo o 0.01 g de yoduro mercúrico

- Transferir la solución a balón volumétrico de 100.0mL aforar hasta la marca.
- Envasar en un frasco de plástico y luego rotular.

Datos:

Fórmula de Tiosulfato de Sodio: $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

Peso Molecular de Tiosulfato de Sodio = 248.17g/mol

$$\text{Peq de } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = \frac{\text{Peso Molecular}}{e^-} = \frac{248.17 \text{ g/ mol}}{1} \quad 248.17 \text{ g}$$

$$248.17\text{g } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} \quad \text{—————} \quad 1\text{N} \quad \text{—————} \quad 1000.0\text{mL}$$

$$24.817 \text{ g } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} \quad \text{—————} \quad 0.1\text{N} \quad \text{—————} \quad 1000.0\text{mL}$$

$$2.48 \text{ g } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} \quad \text{—————} \quad 0.1 \text{ N} \quad \text{—————} \quad 100.0\text{mL}$$

Preparación de solución estándar de Cobre 0.1 N

Procedimiento.

- Pesar en balanza analítica 0.635 gramos de cobre puro y disolver en una mezcla de 3ml de Acido Nítrico concentrado, contenidos en un beaker de 150mL
- Diluir la mezcla hasta un volumen de 25.mL de agua. Calentar a ebullición, agregar un gramo de Urea y hervir nuevamente la solución durante 1-2 minutos.

La urea elimina totalmente el Acido Nítrico y los Óxidos de Nitrógeno que interfieren en la determinación.

- Enfriar la solución y lentamente, agregar gota a gota solución de NaOH 1N, hasta que se forme un escaso precipitado permanente de hidróxido cúprico. Agregar 5.mL de acido acético a la solución casi neutra.
- Agregar cuantitativamente la solución a un balón volumétrico de 100.0mL aforar hasta la marca con agua destilada y homogenizar envasar en un recipiente bien cerrado y rotular.

Datos:

Fórmula de Cobre: Cu

Peso atómico de Cobre = 63.54 g

Peq Cobre = 63.5

| | | | | |
|---------|-------|----------|-------|------|
| 63.5g | _____ | 1000.0mL | _____ | 1N |
| 6.35g | _____ | 1000.0mL | _____ | 0.1N |
| 0.63g | _____ | 100.0mL | _____ | 0.1N |
| 0.0635g | _____ | 10.0mL | _____ | 0.1N |

Estandarización de Solución de Tiosulfato de Sodio 0.1 N frente a solución estándar de Cobre 0.1 N

Procedimiento:

- Llenar una bureta con solución de Tiosulfato de Sodio 0.1N
- Agregar en un erlenmeyer de 250mL con pipeta volumétrica, 10.0mL de solución de Cobre 0.1 N
- Luego agregar aproximadamente 1 mililitro de solución de almidón como indicador y agitar la solución.
- Titular dejando caer la solución de Tiosulfato de Sodio 0.1N hasta que el color azul desaparezca.
- Leer los mililitros gastados y anotar
- Realizar dos valoraciones más, y calcular la Normalidad de cada valoración y Normalidad promedio.

Datos:

Peso atómico de Cobre = 63.546 g

$$\text{Peq Cu}^{+2} = \frac{63.546\text{g}}{1} = 63.546 \text{ g}$$

$$\text{meq Cu}^{+2} = \frac{63.546\text{g}}{1000\text{mL}} = 0.06354 \text{ g/ mL}$$

Fórmula a utilizar (10)

$$N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = \frac{\text{Gramos de Cu}^{+2}(\text{en alícuota tomada})}{V (\text{mL de Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ gastado}) \times \text{Meq Cu}^{+2}}$$

Estandarización de solución de Iodato de Potasio 0.1 N frente a solución estándar de Tiosulfato de Sodio 0.1N.

Procedimiento:

- Llenar una bureta con solución de Tiosulfato de Sodio 0.1 N
- Agregar en un erlenmeyer de 250mL, con pipeta volumétrica, 10.0mL de solución de Iodato de Potasio 0.1N
- Luego adicionar aproximadamente 3g de Yoduro de Potasio, y 5mL de ácido clorhídrico 37% p/p
- Agitar la solución hasta que se disuelva todo el sólido
- Agregar 1 mililitro de solución de almidón.
- Titular dejando caer la solución de Tiosulfato de Sodio 0.1N hasta que el color azul desaparezca.
- Leer los mililitros gastados y anotar
- Realizar dos valoraciones más y calcular la normalidad de cada valoración y normalidad promedio.

Datos:

Fórmula de Iodato de Potasio: KIO_3

Peso Molecular de Iodato de Potasio $\text{KIO}_3 = 214. \text{g/mol}$

Fórmula a utilizar (10)

$$N \text{ Na}_2\text{SO}_3 = \frac{\text{Gramos de KIO}_3 \text{ (en alícuota tomada)}}{V \text{ (mL de Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ gastado)} \times \text{meq KIO}_3}$$

Determinación de Vitamina C en muestra de tabletas:

Procedimiento:

- Pesar 20 tabletas de Acido Ascórbico en balanza analítica, triturándolas posteriormente en un mortero con pistilo, hasta dejar un polvo totalmente pulverizado.
- Pesar X g de la muestra de vitamina C en balanza analítica, realizar 3 pesadas, transferir la cantidad resultante a beaker de 100mL y agregar agua destilada, hasta disolución completa.
- Transferir cuantitativamente a un frasco volumétrico de 100.0mL de capacidad y aforar con agua destilada, homogenizar y rotular.
- Tomar una alícuota de 10.0mL de la muestra y agregarla a un erlenmeyer de 250mL limpio y seco.
- Añadir 5 mL de Acido Clorhídrico 0.1N, 10mL de KI al 10% agitando después de cada adición.
- Añadir 5 gotas de la solución indicadora de Almidón.

- Titular inmediatamente con la solución de KIO_3 0.1N con agitación constante hasta obtener un color azul pálido.
- Leer los mililitros gastados y anotar.
- Realizar dos valoraciones más y realizar cálculos para encontrar los gramos de Acido Ascórbico en peso muestra.

Datos:

Muestra Problema: Tabletas de Acido Ascórbico

Fórmula a utilizar (10)

$\text{g de Vit. C} = V_{(\text{mL})} \text{ gastado de } \text{KIO}_3 \times \text{F.C de } \text{KIO}_3 \times \text{meq VIT. C} \times \text{F. D}$

EN PESO MUESTRA

Causas de Error:

- Mala pesada de la muestra problema.
- Pérdida de muestra (tabletas de vitamina C) al momento de preparar la solución.
- No aforar exactamente a la marca del balón cuando se preparan las soluciones.
- Dejar la bureta con burbujas de aire en el momento que se llene con la sustancia titulante.
- Error de paralaje en el momento de efectuar la lectura en la bureta.
- Mala detección del punto final en la valoración.

Preguntas:

1. Mencione el estándar primario a utilizar en la práctica.
2. ¿Cuál será el indicador a utilizar en la práctica del laboratorio?
3. Mencione dos ventajas y desventajas al utilizar el almidón
4. ¿Qué tipo de valoración se efectúa?
5. ¿Cuál será la coloración del indicador dónde exista solo I^- ?
6. ¿Esta titulación es Yodométrica o Yodimétrica y por que?
7. ¿Qué cambio de color observó en la valoración?

4.7 Valoraciones Oxido – Reducción que involucran Yodo Parte II (3,4,8,10,11)

Objetivo General:

Determinación de Porcentaje de Peróxido de Hidrogeno de una solución comercial al 30% P/V mediante una valoración con solución de Tiosulfato de Sodio 0.1N

Equipo:

- Balanza Granataria.
- Pinza para Bureta
- Soporte para Bureta

Material:

- Agitador.
- Balón Volumétrico de 250.0mL
- Balón Volumétrico esmerilado de 250.0mL
- Beaker de 100mL, 150mL y 250mL
- Bureta de 50.0mL
- Erlenmeyer de 250mL
- Espátula
- Frasco lavador
- Pipeta graduada de 25.0mL
- Probeta de 10.0mL, 25.0mL

Reactivos:

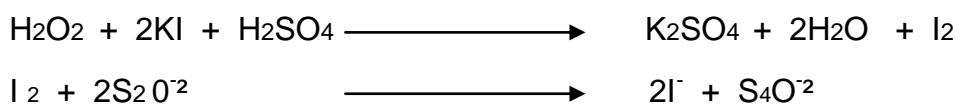
- Acido Sulfúrico 7N
- Solución Indicadora de Almidón.
- Solución de Tiosulfato de Sodio 0.1N (previamente estandarizada)
- Solución de Almidón como indicador
- Solución Problema: Solución de Peróxido de Hidrogeno al 30% p/v
- Yoduro de Potasio sólido grado reactivo ACS

Procedimiento:

- Pesar en un beaker de 100mL exactamente, Xg de solución muestra de Peróxido de Hidrogeno de 30% p/v
- Transferir cuantitativamente la solución de Peróxido de Hidrogeno a un balón volumétrico de 250.0mL esmerilado y diluirla con agua destilada, agregando en pequeñas porciones hasta el enrase, agitando suavemente después de cada adición.
- Pesar 2 gramos de Yoduro de Potasio en balanza granataria, añadirlos en erlenmeyer de 250mL y disolverlos con 30mL de agua destilada.
- Se agregan 30mL de Acido Sulfúrico 7N y sin dejar de agitar, se añaden con una pipeta 10.0mL de la solución de Peróxido de Hidrogeno. (dejar el liquido en reposo cinco minutos)
- Llenar una bureta de 50.0mL con solución valorante de Tiosulfato de Sodio 0.1N, teniendo la precaución de ambientar la bureta antes de llenarla, con pequeñas porciones de solución valorante.

- Agregar la solución de KI al problema y se forme I₂ molecular color café.
- Titular el Yodo formado con la solución valorante, procurando agitar el erlenmeyer que contiene la muestra, después de cada adición de la solución, hasta que desaparezca el color purpura intenso.
- Agregar 1mL de solución indicadora de almidón, se formara un color azul intenso. Al producirse el cambio de color continuar valorando hasta que el color desaparezca, luego anotar el volumen gastado que presenta la bureta.
- Realizar dos valoraciones mas y al final de cada una de ellas, anotar el volumen el Tiosulfato de Sodio 0.1N gastado.
- Realizar cálculos para encontrar la cantidad en gramos de Peróxido de Hidrogeno en peso muestra.

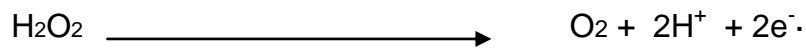
Reacción que sucede:



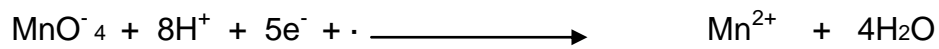
Observacion:

Este método es mejor porque la valoración se puede hacer en presencia de glicerol acido salicílico que se emplean algunas veces como estabilizadores de las soluciones comerciales de Peróxido de Hidrogeno.

En presencia de un oxidante fuerte (caso del ion permanganato) el agua oxigenada se comporta como reductor según la semireaccion siguiente:



El Permanganato se reduce según:



Datos:

Muestra Problema : Peróxido de Hidrogeno 30%

Formula de Peróxido de Hidrogeno: H_2O_2

Fórmula a Utilizar:

Porcentaje de Peróxido de Hidrogeno (10)

$$\% \text{H}_2\text{O}_2 = \frac{\text{V gastado de Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times \text{F.C Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times \text{meq de H}_2\text{O}_2 \times \text{F.D.}}{\text{EN PESO DE MUESTRA} \times \text{Vm}_x \text{H}_2\text{O}_2} \times 100$$

Preguntas:

1. Mencione la solución valorante que se utiliza en la práctica.
2. ¿Cuál es el estándar que se utiliza en la práctica?
3. ¿Por qué es mejor utilizar el Tiosulfato de Sodio como titulante que Permanganato de Potasio?
4. Nombre del indicador utilizado.
5. ¿El $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ contra que estándar lo valora?

4.8 Valoraciones Oxido- Reducción que involucran Yodo Parte III (3,4,5,8,10,11)

Método Yodimetrico

Determinación de Antimonio.

El oxido Arsenioso es un excelente patrón primario para la valoración de soluciones de Yodo. La reacción que sucede es la siguiente:



Se emplean soluciones buffer para mantener el pH conveniente.

La solubilidad del yodo en agua es 0.335g/l a 25° C, además, del inconveniente que representa esta pequeña solubilidad la tensión del vapor del yodo es muy apreciable y por esto las soluciones continúan disminuyendo de concentración. Estos inconvenientes se evitan disolviendo el yodo en una solución acuosa de yoduro de potasio, el yodo se disuelve fácilmente y cuando más concentrada es la solución de yoduro, tanto mayor es la solubilidad, el aumento de la solubilidad es debido a la formación del ion triyoduro

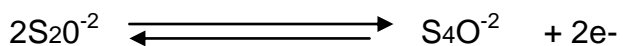


El yodo en la solución resultante tiene una tensión de vapor mucho más baja que la solución en agua pura, por consiguiente, la pérdida por volatilización disminuye considerablemente

No obstante, la tensión de vapor es todavía apreciada, de modo que siempre debe tenerse la precaución de mantener cerrados los recipientes que contienen solución de yodo. Cuando una solución de yodo en yoduro se valora con el reductor, se desplaza el equilibrio hacia la izquierda y finalmente todo el triyoduro se descompone de modo que la solución se comporta como si fuera una solución de yodo libre, la solución de yodo ataca la goma, por eso debe usarse buretas con llave de vidrio.

La solución puede valorarse con óxido arsenioso, o tiosulfato de sodio anhidro o con una solución de tiosulfato de sodio que se ha valorado recientemente con yodato de potasio.

El tiosulfato de sodio se obtiene fácilmente muy puro, pero hay cierta incertidumbre con respecto a su contenido exacto de agua, debido a la naturaleza eflorescente de la sal, o por otras razones, por lo cual esta sal no puede emplearse como patrón primario, actuó como reductor de acuerdo con la ecuación.



En presencia del exceso, de yoduro, la volatilidad disminuye marcadamente mediante la formación del ion triyoduro; despreciable en presencia de yoduro de potasio, al 4%, a temperatura ambiente durante periodos cortos.

Deben efectuarse las valoraciones en frascos erlenmeyer con tapón esmerilado y en caso que sea necesario, dejar la solución en reposo (el frasco deberá quedar tapado para evitar la sublimación del yodo)

Las soluciones que contienen exceso del yoduro y acido no deben dejarse en reposo por periodos muy largos a menos que sean absolutamente necesarios.

Si los periodos de reposo largos son necesarios, se debe desplazar el aire con dióxido de carbono.

Esto se realiza de la siguiente forma: antes de agregar el KI, se le adicionan cantidades pequeñas de CaCO_3 puro, de 0.2 a 0.5 gramos, debiéndose mantener bien tapado el frasco.

Objetivo General:

Determinación de Antimonio en solución problema frente a una solución de Yodo 0.1 N

Preparación y Estandarización de una Solución de Yodo 0.1N frente a una solución de Trióxido Arsénico. (As_2O_3)

Equipo

- Balanza Analítica
- Balanza granataria
- Pinza para Bureta

- Soporte para Bureta.

Material:

- Agitador
- Balón Volumétrico de 100.0mL,
- Beaker de 50mL, 150mL, 250mL
- Bureta de 50.0mL
- Erlenmeyer de 250mL
- Espátula
- Frasco lavador
- Papel pH
- Vidrio de reloj

Reactivos:

- Bicarbonato de Sodio sólido, grado reactivo ACS
- Muestra problema: Antimonio sólido grado reactivo.
- Solución de Acido Clorhídrico 12N
- Solución de Hidróxido de Sodio 10 N
- Solución de Almidón. 1% (Preparada en práctica anterior)
- Solución Indicadora de Fenolftaleina al 10% PA/ en alcohol. (preparada anteriormente)
- Trióxido de Arsénico sólido, grado reactivo ACS
- Yoduro de Potasio sólido, grado reactivo ACS

- Yodo sólido, grado reactivo ACS

Preparación de Solución de Yodo 0.1N

Procedimiento:

- Pesar 8 gramos de Yoduro de Potasio en balanza granataria y disolverlos con 30mL de agua destilada y pasar cuantitativamente a un balón volumétrico con tapón esmerilado de 250.0mL.
- Pesar en balanza semianalítica 3.0 gramos de Yodo en un vidrio de reloj y luego pasarlo al balón que contiene la solución de Yoduro de Potasio. Tapar el balón fuertemente hasta que el Yodo se disuelva.
- Dejar la solución en reposo 15 minutos para que tome la temperatura ambiente, luego aforar con agua destilada y homogenizar.

Estandarización de una Solución de Yodo 0.1N frente a una solución de Trióxido Arsénico. 0.1 N

Procedimiento.

- En balanza analítica pesar 0.5 gramos de Trióxido Arsénico (As_2O_3) luego pasarlo a un beaker de 150mL y disolver el sólido con una solución de NaOH 10N agregándolo gota a gota.
- Agregar solución indicadora de Fenolftaleína.
- Diluir a 40mL y neutralizar con HCl 12N hasta que la solución este débilmente acida, (retirar el papel pH mediante un agitador) hasta que desaparezca el color rojo de la solución indicadora.

- Pasar en forma cuantitativa el contenido del beaker a un balón de 100.0mL agregar 0.5 gramos de Bicarbonato de Sodio y cuando este se ha disuelto, aforar a 100.0mL, y homogenizar. Medir con una bureta (tener mucho cuidado ya que esta solución es muy tóxica) 10.0mL de la solución de Arsenito en un erlenmeyer (pueden medirse de una vez los 10.0mL en cada uno de los 3 erlenmeyer), agregar 10mL de agua destilada, 5 gramos de NaHCO_3 y 2mL de la solución de almidón, agitando circularmente y con cuidado hasta disolución completa de bicarbonato.
- .Titular lentamente con la solución de Yodo procurando agitar el erlenmeyer que contiene la muestra, después de cada adición de la solución, hasta que aparezca una coloración azul persistente. Al producirse el cambio de color esperar aproximadamente 30 segundos y observar si hay decoloración de la solución problema; en caso contrario, anotar el volumen gastado que presenta la bureta.
- Realizar dos valoraciones más y al final de cada una de ellas, anotar el volumen de la solución de Yodo gastado y calcular la Normalidad de cada valoración y luego la normalidad promedio.

Datos:

Fórmula de Trióxido de Arsénico: As_2O_3

Gramos de As_2O_3 necesarios para preparar una solución:

49.46 g As_2O_3 \longrightarrow 1000.0mL \longrightarrow 1N

| | | | | |
|---|---|----------|---|------|
| 4.946g As ₂ O ₃ | → | 1000.0mL | → | 0.1N |
| 0.4946g AS ₂ O ₃ | → | 100.0mL | → | 0.1N |
| 0.04946g AS ₂ O ₃ | → | 10.0mL | → | 0.1N |

Fórmula a utilizar (10)

$$N I_2 = \frac{\text{gramos As}_2\text{O}_3 \text{ en alícuota tomada}}{V \text{ (mL) gastados de solución de I}_2 \times \text{meq (As}_2\text{O}_3)}$$

Procedimiento:

- Pesar X g de la cantidad de muestra de Antimonio, en balanza analítica.
- Transferir a beaker de 250mL, disolver con 200mL de agua destilada, luego transferir a balón volumétrico de 1000.0mL, aforar hasta la marca con agua destilada y homogenizar.
- Tomar 20.0mL de la solución problema, agregarlo a frasco volumétrico de 100.0mL aforar hasta la marca con agua destilada y homogenizar.
- Tomar 10.0mL de la solución y transferir a erlenmeyer de 250mL, mediante una bureta (pueden medirse de una vez los 10.0mL en cada uno de los 3 erlenmeyer tener mucho cuidado ya que es toxico)
- Agregar 5g de NaHCO₃ puro y 1mL de solución de Almidón.
- Valorar con la solución de Yodo 0.1N hasta que el color azul aparezca
- Realizar dos valoraciones más y al final de cada una de ellas, anotar el volumen de la solución de Yodo 0.1 N gastado.
- Realizar cálculos para encontrar la cantidad en gramos de antimonio en peso muestra.

La valoración debe efectuarse inmediatamente después de agregar la solución de NaHCO₃ si no parte del Antimonio precipita como Hidróxido Antimonioso que reacciona muy lentamente con el Yodo.

Datos:

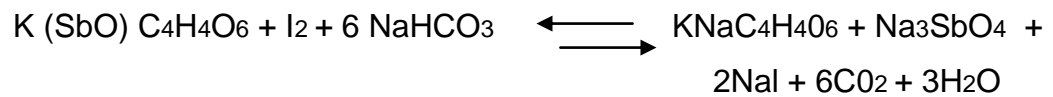
Muestra problema: Antimonio sólido grado reactivo.

Peso Atómico de Antimonio = 121.75 g Fórmula a utilizar (10)

gramos de Sb = V (gastado de la solución de I₂) x F.C I₂ X meq de Sb X F.D

EN PESO MUESTRA

Reacción que se da:



4.9 Phmetria (2, 3, 12)

La pHmetria se basa en la medida del número de electrones usados en una reacción química.

La utilidad de pH como medida de la acidez y alcalinidad de un medio acuoso, la gran facilidad para adquirir electrodos de vidrio en el comercio y la proliferación relativamente reciente de potenciómetros baratos, han hecho que la medición potenciometrica de pH sea, tal vez la técnica analítica más común en la ciencia, por esta razón, es muy importante que el pH se defina en una forma tal que las mediciones se puedan reproducir en cualquier laboratorio del mundo.

Para satisfacer este requisito, es necesario definir el pH en términos operativos, es decir en la forma en que se hace la medición. Solo entonces, el pH medido por un analista será el mismo obtenido por otro.

La Potenciometría: es el uso de electrodos para medir voltajes y suministrar así información química.

Una titulación potenciometrica consiste en medir el potencial de un electrodo indicador adecuado en función del volumen titulante.

Dentro de las ventajas que encontramos al realizar una titulación potenciometrica tenemos que se obtienen datos más confiables que los que dan las titulaciones que utilizan indicadores químicos, por otro lado la

desventaja que presentan las titulaciones potenciométricas manuales es que toman más tiempo que las que utilizan indicadores.

Otra ventaja es que los resultados se obtienen en términos de concentración del analito, aunque el electrodo responde a su actividad, por consiguiente, la fuerza iónica no tiene efectos importantes en la titulación.

En las medidas potenciométricas, el electrodo indicador responde a los cambios de actividad del analito y el electrodo de referencia se halla en cada semicelda aparte, produciendo un potencial de referencia constante.

Para hacer una medición directa del pH se necesita:

1. De un instrumento medidor de potencial llamado Potenciómetro o pHmetro.
2. De dos electrodos que serán los que se sumerjan en la solución, estos electrodos serán:

- Electrodo de Referencia: posee potencial constante y reproducible durante el paso de pequeñas corrientes; deben ser fáciles de construir.
- Electrodo Indicador: es el electrodo responsable de la medida del potencial cuando se sumerge en una muestra de concentración desconocida.

Para determinar el pH de cualquier sustancia se deben tomar ciertas condiciones:

- 1 Calibrar el pHmetro

2. Seleccionar 2 soluciones Buffer cuya diferencia de valores de pH entre ellas excede de 4 unidades y el valor de pH esperado de la muestra caiga dentro de esos rangos.
3. Ajustar las temperaturas de las soluciones.
4. Ajustar con el control de calibración el valor de pH con la solución Buffer de menor pH.
5. Lavar el electrodo con la otra solución y hacer la lectura del valor de pH el cual debe estar en un rango ± 0.07 del valor esperado. Si esto no se logra, hacer lavados continuos y tomar lecturas hasta que aparezca entre dicho rango.
6. Repetir la estandarización de ambas soluciones hasta obtener valores de pH dentro de un rango de ± 0.02 unidades sin ser necesario estar ajustando los controles.
7. Lavar los electrodos con la solución muestra y tomar el pH.

Detección del Punto Final:

Existen varios métodos para determinar el punto final de una titulación potenciométrica, el más directo se basa en llevar a un gráfico los datos de potencial en función del volumen de reactivo.

El punto de inflexión en la parte ascendente de la curva se estima visualmente y se toma como el punto final.

Otra forma de detectar el punto final implica calcular el cambio de potencial por unidad de volumen titulante.

Nota:

Para diluir la muestra utilizar agua libre de CO₂ y también para hacer los lavados de los electrodos.

Objetivo General:

Determinación de pH de una solución de Hidróxido de Sodio 0.1 N frente a una solución de Acido Acético 0.1N

Equipo:

- Agitador Magnético.
- Balanza Analítica.
- Balanza Semi Analítica.
- Electrodo de Calomel.
- pHmetro.
- Pinza para bureta.
- Soporte para bureta

Material:

- Agitador
- Balón Volumétrico 100.0mL.

- Beaker de 100mL, 250mL, 500mL.
- Pipeta Volumétrica de 10.0mL.
- Probeta de 50mL.

Reactivos:

- Agua Destilada
- Solución de Acido Acético 0.1 N
- Solución de Hidróxido de Sodio 0.1 N (estandarizada)

Preparación de solución de Acido Acético.

Procedimiento:

- Medir 10.0mL de la muestra de Acido Acético con una pipeta volumétrica y colocarla en un balón volumétrica de 100.0 mL
- Aforar la muestra con agua destilada hasta la marca del balón.
- Envasar, homogenizar y rotular.

Determinación de pH de una Solución de Hidróxido de Sodio 0.1N frente a una Solución de Acido Acético 0.1N

Procedimiento:

- Llenar la bureta de 50.0mL con la solución de Hidróxido de Sodio 0.1N.

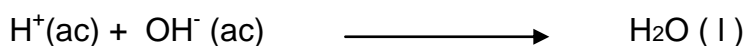
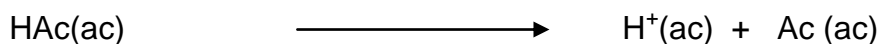
- Colocar sobre un agitador magnético.
- Agregar 25.0mL de la solución de Acido Acético en un beaker de 250mL. Y seguidamente introducir en la solución los electrodos de calomel y de referencia.
- Luego agregar poco a poco la solución de Hidróxido de Sodio 0.1N contenida en la bureta hasta que de un cambio el pHmetro con agitación constante utilizando el agitador magnético.
- Anotar el pH y los volúmenes gastados de Hidróxido de Sodio 0.1N
- Luego llevar los datos a papel milimetrado y hacer las curvas necesarias según datos obtenidos

Datos:

Fórmula a utilizar. Acido acético CH₃COOH

Fórmula a Utilizar: Hidróxido de Sodio NaOH.

Se parte de una solución de Acido Acético cuyo Ph se mide:



**CÁLCULOS PARA OBTENER EL PUNTO DE EQUIVALENCIA
GRAFICANDO LA NORMAL, PRIMERA Y SEGUNDA DERIVADA DE UNA
BASE FUERTE FRENTE A UN ACIDO DÉBIL**

$$\Delta V = mL_2 - mL_1 \quad \Delta pH = pH_2 - pH_1$$

$$\text{Primera Derivada} = \Delta pH / \Delta V$$

$$\text{Segunda Derivada} = \Delta^2 pH / \Delta^2 V = (\Delta pH / \Delta V)_1 - (\Delta pH / \Delta V)_2$$

CAPITULO VI
INTERPRETACION DE RESULTADOS

6.0 DISCUSION DE RESULTADOS

En esta Guía de prácticas de Laboratorio de Química Analítica Cuantitativa encontramos diversos Métodos de Análisis en los cuales se utilizaron los Métodos Volumétricos poniéndolos en practica en el Laboratorio de Química Analítica de la Facultad de Química y Farmacia-

Entre los Métodos presentados en esta Guía se tiene.

1. Métodos de Neutralización.
2. Resumen Métodos de Precipitación.
3. Métodos Complejometricos.
4. Métodos de Oxido – Reducción

A continuación de detalla un Cuadro de resumen de Resultados obtenidos en cada una de las prácticas con la siguiente información:

- Numero de Experimento.
- Nombre de la Práctica.
- Elemento a Analizar.
- Nombre de la Muestra.

CAPITULO VII
CONCLUSIONES

7.0 CONCLUSIONES

1. En la elaboración de la Guía de Prácticas de Laboratorio de Química Analítica Cuantitativa se muestran principios o fundamentos que son aplicados a la Química con el propósito de tener una profundidad de conceptos para los estudiantes de Química y Farmacia en cursos avanzados.
2. La Guía de Practicas Actualizada ayuda a ampliar los conocimientos necesarios, basados en conceptos básicos de Química Analítica Cuantitativa para que luego sean aplicados en la parte experimental de dicha materia.
3. En todo laboratorio de análisis es necesario contar con una guía de "Seguridad en el Laboratorio" que incluya principios básicos, con el propósito que el analista se proteja de posibles accidentes que puedan ocurrir en la realización de una práctica.
4. Para la realización de la Guía de Practicas de Laboratorio de Química Analítica Cuantitativa, se incluyeron diferentes métodos. (Métodos

Gravimétricos, Volumétricos e Instrumentales sencillos, dando una aplicación más amplia a cada método especificado en la guía.

5. Para la realización de los métodos volumétricos fue necesario la aplicación de marchas analítica, para cada uno de los métodos propuestos, como guía de orientación para el analista, con el fin, de facilitar el proceso de determinación cuantitativa en cada uno de los métodos propuestos.

6. Para los métodos propuestos de análisis se diseño una hoja de recolección de datos y hoja de Informe de Análisis donde el analista podrá plasmar sus marchas analíticas y resultados.

CAPITULO VIII
RECOMENDACIONES

8.0 RECOMENDACIONES

1. Consultar esta Guía lo cual se pretende introducir a los estudiantes de la carrera de Química y Farmacia en el análisis químico cuantitativo, haciendo reseña en los Métodos de Análisis estudiados, los cuales son esenciales para el desempeño de prácticas en un laboratorio de Química.
2. Que los instructores encargados de realizar prácticas dentro de un laboratorio, deben brindar la información necesaria referente a la seguridad que debe existir, para que así el estudiante ponga en prácticas las normas y reglas establecidas sobre la seguridad en el laboratorio.
3. Se sugiere que los estudiantes utilicen estos métodos clásicos de análisis en diferentes muestras con el fin de buscar la aplicación de los métodos propuestos.
4. Que los instructores de cada práctica deben de dar a conocer conceptos fundamentales aplicables en cada método del Análisis Químico Cuantitativo al iniciar la parte experimental, para que los estudiante tenga un conocimiento más claro al iniciar la práctica.

5. Que los Analistas utilicen las hojas de recolección de datos e Informe de Análisis al realizar cada una de las prácticas para una mejor interpretación de resultados en forma clara y precisa.

GLOSARIO

- **Ácido_(2,3)**: especie química que es capaz de donar protones a otra especie
- **Alícuota_(2,3)**: es la parte del volumen total de un líquido tomada por medio de una pipeta volumétrica, la cual puede ser analizada posteriormente o servir como blanco.
- **Análisis Cualitativo_(2,3)**: es el tipo de estudio que trata de identificar los elementos y la forma como se encuentra en la muestra, ya sean estos cargados negativa (aniones) o positivamente (cationes).
- **Análisis Cuantitativo_(2,3)**: es el estudio que trata de cuantificar uno o varios elementos que se encuentran presentes en una muestra.
- **Análisis Gravimétrico_(2,3)**: es el grupo de métodos analíticos en los que se determina la cantidad de analito con la medición de la masa de una sustancia pura contenida en una muestra.
- **Análisis Volumétrico_(2,3)**: es una subdivisión del análisis cuantitativo que consiste en la cuantificación del volumen de un analito.

- Analito_(2,3): es la especie química presente en una muestra de la cual se busca información analítica.
- Base_(2,3): es la especie que es capaz de aceptar protones de otra especie que los dona (ácido).
- Estándar de Referencia_(2,3): es una sustancia que se utiliza como patrón de comparación en pruebas y ensayos para relacionarla con muestras desconocidas que se sospecha contienen dicha sustancia. Se abrevia como RS por sus siglas en inglés (Reference Estándar).
- Estándar Primario_(2,3): es una sustancia utilizada para valorar o analizar la concentración de una solución que se desconoce
- Estandarización_(2,3): es el proceso analítico que permite determinar o cuantificar con exactitud la concentración de una solución preparada en la práctica, teniendo como referencia un estándar primario.
- Estequiometría_(2,3): Es la medición de las relaciones ponderales entre los constituyentes de una sustancia y productos de las reacciones.

- Indicador (2,3) Son compuestos químicos suplementarios que exhiben cambios de color como resultado de los cambios de concentración
- Metátesis⁽¹²⁾: Es el proceso en el cual el AgCl más el ion tiocianato en medio ácido se forma la sal correspondientes
- Patrón Primario⁽²⁾: es un compuesto de alta pureza que sirve de referencia en todos los métodos Gravimétricos y Volumétricos.
- Peso Equivalente⁽²⁾: es el peso en gramos de los equivalente de una sustancia, base específica para expresar la masa en términos químicos.
- Peso Fórmula⁽²⁾: suma de las masas atómica de la formula química de una sustancia.
- Peso Molecular⁽³⁾: es el peso en gramos de un mol de sustancia.

- Punto de Equivalencia⁽³⁾: es el punto en una titulación donde la cantidad del titulante patrón añadido equivale química y cuantitativamente a la cantidad de analito que hay en la muestra.
- Punto Final⁽¹⁰⁾: es el cambio que se puede observar durante una titulación y que indica que la cantidad de titulante agregado es química y cuantitativamente equivalente a la del analito en la muestra.
- Reactivo⁽¹⁰⁾: es toda sustancia pura que se emplea tal y como es o que se encuentra siendo componente en una solución.
- Retrovalorante⁽¹⁰⁾: La cantidad medida de la solución titulante, de concentración conocida en exceso de la cantidad requerida para que reaccione totalmente después de titular el exceso con un segundo titulante.
- Solución⁽³⁾: es una fase líquida o sólida que contiene diversas sustancias, una de las cuales llamada disolvente.
- Solución Buffer⁽¹⁰⁾: es una solución que contiene sales que tiende a resistir los cambios en el pH como consecuencia de una disolución al añadir pequeñas cantidades de ácido o bases débiles.

- Solución de Prueba⁽¹⁰⁾: TS (Test Solution) es una solución de una sustancia o reactivo que está disuelta en un solvente adecuado para poseer una concentración definida.
- Solución Diluida⁽²⁾: es una solución que contiene una pequeñas cantidad de sustancia (solute) disuelta en una cantidad grande de solvente.
- Solución Molal⁽³⁾: representada por m, es aquella en la que un peso molécula-gramo o un peso formula-gramo de soluto esta disuelto en 1000 g de solvente, algunos también la definen como solución molal al número de moles de soluto por cada 1000 g de solvente.
- Solución Normal⁽³⁾: representada por N, es el número de equivalente gramos de soluto en un litro de solución.
- Solución Saturada⁽³⁾: es una solución que contiene la máxima cantidad de sustancia que puede disolverse en condiciones normales de operación (a una temperatura de 25° C y a una atmósfera de presión).
- Solución Volumétrica⁽³⁾: se abrevia como VS (Volumetric Solution). Es una solución de reactivos de concentración conocida, destinada para el uso en determinaciones cuantitativas.

- Titulante o Valorante⁽¹⁰⁾: es el reactivo o solución estándar que se agrega sobre un analito (sustancia desconocida) mediante el uso de un instrumento volumétrico.

ANEXOS

ANEXO N°1

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTAD DE QUIMICA Y FARMACIA
DEPARTAMENTO DE ANALISIS QUIMICO E INSTRUMENTAL
QUIMICA ANALITICA II

HOJA DE RECOLECCION DE DATOS

Nombre del Alumno: _____

Instructor: _____

No. de Práctica: _____

Nombre de la Practica: _____

Muestra a Analizar: _____

Volúmenes Gastados en Solución Valorante

V1 _____

V2 _____

V3 _____

Volúmenes Gastados en Solución Estándar

V1 _____

V2 _____

V3 _____

Volúmenes Gastados de la Muestra _____

V1 _____

V2 _____

V3 _____

FORMULA A UTILIZAR

ANEXO N°2

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTAD DE QUIMICA Y FARMACIA
DEPARTAMENTO DE ANALISIS QUIMICO E INSTRUMENTAL
QUIMICA ANALITICA II

HOJA DE INFORME DE ANALISIS

Nombre del Alumno: _____

Instructor: _____

No. de Práctica: _____

Nombre de la Practica: _____

Muestra a Analizar: _____

Datos:

Formula:

Cálculos:

Interpretación de Resultados:

Conclusiones:

Bibliografía.