

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR  
FACULTAD DE QUIMICA Y FARMACIA.



**CLASIFICACIÓN DE LOS ESTÁNDARES EN BASE A LOS DIFERENTES  
MÉTODOS ANALÍTICOS Y SU ESTANDARIZACIÓN POR MÉTODOS  
CLÁSICOS VOLUMETRICOS**

TRABAJO DE GRADUACION PRESENTADO POR:  
CECILIA MOISA VARELA  
VERONICA MARISOL PORTILLO ASCENCIO.

PARA OPTAR AL GRADO DE:  
LICENCIATURA EN QUIMICA Y FARMACIA.

MAYO 2004

SAN SALVADOR, EL SALVADOR CENTRO AMERICA



**©2004, DERECHOS RESERVADOS**

Prohibida la reproducción total o parcial de este documento,  
sin la autorización escrita de la Universidad de El Salvador

<http://virtual.ues.edu.sv/>

**SISTEMA BIBLIOTECARIO, UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR**

**Universidad de El Salvador.**

**Rectora:**

**Dra. María Isabel Rodríguez.**

**Secretaria General:**

**Licda. Lidia Margarita Muñoz Vela.**

**Facultad de Química y Farmacia.**

**Decano:**

**Lic. Salvador Castillo Arévalo.**

**Secretaria:**

**Msc. Miriam Ramos de Aguilar.**

**Comité de Trabajos de Graduación.**

**Coordinadora General:**

**Licda. María C. Odette Rauda Acevedo.**

**Coordinadora de Área: Industria Farmacéutica, Cosmética y Veterinaria:**

**Licda. Rossana Brito de Gámez.**

**Coordinadora de Área de: Control de Calidad de Productos**

**Farmacéuticos, Cosméticos y Veterinarios:**

**Msc. Rocío Ruano de Sandoval.**

**Docente Director:**

**Lic. Arturo Alfonso García Mazzini.**

## **AGRADECIMIENTOS**

Al Comité de Trabajos de Graduación por su importante desempeño en la evaluación de este trabajo.

A nuestros jefes, por su apoyo y comprensión para la realización de este trabajo.

Para nuestros compañeros de trabajo y amigos gracias por su apoyo y cariño.

Y en especial queremos agradecer a: Edwin Roberto Méndez, José Eduardo Moisa, Juan Alonso Soriano, por toda la ayuda y soporte técnico en el Área Informática.

A cada una de las personas que colaboraron de una u otra manera, para la realización de este trabajo.

Gracias a todos. Atentamente:

**Cecilia y Verónica.**

## **DEDICATORIA.**

**Dios:** quien ha sido el principal apoyo de este trabajo ya que me ha dado fortaleza para seguir adelante y no darme por vencida.

**Virgen de Guadalupe:** por interceder ante su hijo, para no desfallecer y tener fuerza para levantarme.

**A mis Padres:** María Cristina que siempre ha estado conmigo brindado su apoyo y confianza incondicional en toda mi vida y Víctor Eduardo por sus consejos para ser mejor cada día.

**A mi hermano:** José Eduardo, por estar cada día escuchándome y ayudándome en el transcurso de mi vida.

**A mi Familia:** que ellos siempre me han apoyado en toda mi vida dándome ánimo para seguir adelante a mis tíos Guadalupe, Francisco, Daysi.

**A mis amigos:** Lety, Maru, Aníbal, Esther, Roció, Karla, Vicki, Juan Pablo y para aquellas personas que siempre me daban palabras de aliento.

**Amigos Docentes:** Licda. Chacón, Licda. Monterrosa, Licda. de García, que me brindaron consejos para seguir adelante y no darme por vencida.

**A mi compañera y amiga:** Vero, por su paciencia, apoyo y cariño demostrado en este trabajo.

**Moisa.**

## **DEDICATORIA.**

**Dios Todopoderoso:** gracias por darme la oportunidad de alcanzar este triunfo, por todas las bendiciones que me has dado.

**Jesús Eucaristía:** gracias por ser mi luz durante toda mi carrera, por esa Misericordia infinita que siempre derramaste. Gracias por darme la fortaleza para seguir adelante en los momentos difíciles.

**Virgencita de Guadalupe:** Madre gracias por interceder ante tu hijo por mí, por escucharme y por colocar ángeles en mi camino, gracias por todo lo bueno y maravilloso que me has dado.

**A mis Padres:** gracias por todo el apoyo, comprensión, amor y enseñanzas para realizarme como profesional.

**A mis Hermanos:** gracias por su apoyo, comprensión y cariño.

**A mis Sobrinos:** gracias por su amor y sonrisas que alegran mis días.

**A mi Novio:** Edwin, gracias por llenar mi vida de amor, comprensión, apoyo; por darme fuerzas en los momentos difíciles, por todo lo que me has ayudado gracias, sin tí no habría sido posible este trabajo.

**A mis Amigos:** Tete, Fran, Marcos, Esther, Karla, Vicky, Lic. Aguilera, Norma, Sr. Gonzalo, Marvin, a todos gracias por su apoyo y cariño.

**A mi compañera y Amiga:** Cecy, gracias por toda tu paciencia, comprensión, apoyo y cariño.

**Vero**

## **INDICE**

<b>Contenido.</b>	<b>N° de Página.</b>
Introducción.	xv
Objetivos.	
Marco Teórico.	18
Diseño Metodológico.	23

## **CAPITULO I**

<b>1.0 FUNDAMENTO DE ANÁLISIS VOLUMÉTRICO.</b>	26
1.1 Requisitos Fundamentales.	27
1.2 Método Directo.	27
1.3 Método Indirecto.	28
1.4 Estándares.	29
1.5 Estándares Primarios.	29
1.6 Estándares Secundarios.	30

## **CAPITULO II**

<b>2.0 MÉTODO DE NEUTRALIZACIÓN.</b>	32
2.1 Peso Equivalente de Neutralización.	32
2.2 Teoría de Ácido y Base de Brönsted – Lowry.	32
2.3 Patrones Primarios Alcalinos.	32
2.4 Patrones Primarios Ácidos.	32
2.5 Clasificación de las Valoraciones de Neutralización.	33

2.6 Valoraciones Ácido – Base en Medio Acuoso.	33
2.6.1 Valoración de un Ácido Fuerte con una Base Fuerte.	33
2.6.2 Valoración de un Ácido Débil con una Base Fuerte.	34
2.6.3 Valoración de Base Débil con un Ácido Fuerte.	34
2.6.4 Valoración de un Ácido Débil con una Base Débil	35
2.7 Indicadores Ácido – Base.	35
2.8 Preparación y Estandarización de Ácidos Fuertes.	36
2.8.1 Estandarización del Ácido Clorhídrico 0.1 N vrs Carbonato de Sodio Anhidro 0.1N.	38
2.8.1.1 Preparación del Carbonato de Sodio Anhidro 0.1 N.	39
2.8.1.2 Preparación del Ácido Clorhídrico 0.1N	39
2.9 Preparación y Estandarización de Bases Fuertes.	42
2.9.1 Estandarización del Hidróxido de Sodio 0.1 N vrs Ftalato Ácido de Potasio.0.1 N.	43
2.9.1.1 Preparación del Ftalato de Ácido de Potasio.0.1 N.	44
2.9.1.2 Preparación del Hidróxido de Sodio 0.1N.	44
2.10. Determinación del Ácido Acético en Vinagre.	46
2.11 Reacciones de Neutralización en Medio No Acuoso.	48
2.11.1. Cualidades que debe tener un disolvente.	49
2.11.2. Clasificación del Disolvente.	49
2.11.3. Disolvente Anfiprótico.	49
2.11.4. Disolvente Aprótico.	49

2.11.5. Efecto Nivelador y Diferenciador.	50
2.11.6 Estandarización del Ácido Perclórico 0.1 N. vrs	
Ftalato Ácido de Potasio 0.1 N.	51
2.11.6.1 Preparación del Ftalato Ácido de Potasio. 0.1 N	52
2.11.6.2 Preparación del Ácido Perclórico 0.1 N	52
2.12. Determinación del Contenido de Agua en muestra de Xileno.	54
<b><u>CAPITULO III</u></b>	
<b>3.0 MÉTODO DE PRECIPITACIÓN.</b>	<b>57</b>
3.1 Clasificación de los Estándares.	59
3.2 Indicadores.	60
3.3 Método de Volhard.	61
3.3.1 Método Directo.	62
3.3.2 Método Indirecto.	62
3.3.3 Indicador.	64
3.3.4 Estandarización de Tiocianato de Potasio 0.1N vrs	
Nitrato de Plata 0.1N.	65
3.3.4.1 Preparación del Nitrato de Plata 0.1N.	66
3.3.4.2 Preparación del Tiocianato de Potasio 0.1 N.	66
3.3.5 Conservación de los Estándares.	67
3.3.6 Determinación Indirecta del Ion Cloruro.	68
3.3.7 Determinación de Cloruros en Leche y Productos Lácteos	71

3.4 Método de Mohr.	73
3.4.1 Indicadores.	74
3.4.2 Estandarización del Nitrato de Plata 0.01N vrs Cloruro de Sodio 0.01N.	75
3.4.2.1 Preparación del Cloruro de Sodio 0.01N.	76
3.4.2.2 Preparación del Nitrato de Plata 0.01N	76
3.4.2.3 Causas de Error	77
3.4.3. Determinación de Cloruros en Bebidas.	79
3.5 Método de Fajans.	81
3.5.1 Indicadores.	81
3.5.2 Estandarización del Nitrato de Plata 0.1 N vrs Cloruro de Sodio 0.1 N.	83
3.5.2.1 Preparación del Cloruro de Sodio 0.1N.	84
3.5.2.2 Preparación del Nitrato de Plata 0.1 N.	84
<b><u>CAPITULO IV</u></b>	
<b>4.0 MÉTODO COMPLEJOMÉTRICO.</b>	<b>87</b>
4.1 Teoría Ácido – Base de Lewis.	87
4.2 Ligando.	87
4.3 Complejo Lábil.	88
4.4 Complejo No Lábil o Inerte.	88
4.5 Monodentados.	88
4.6 Bidentados.	88

4.7 Polidentados.	88
4.8 Indicadores Metalocrómicos	91
4.9 Estandarización del EDTA 0.01M vrs Carbonato de Calcio 0.01 M.	92
4.9.1 Preparación de Carbonato de Calcio 0.01M.	93
4.9.2 Preparación del EDTA 0.01M.	93
4.10 Determinación de Calcio y Magnesio en Muestra de agua.	96
<b><u>CAPITULO V</u></b>	
<b>5.0 MÉTODO OXIDO - REDUCCIÓN.</b>	100
5.1 Oxidación.	100
5.2 Agente Reductor.	100
5.3 Reducción.	100
5.4 Agente Oxidante.	100
5.5 Indicadores Redox.	102
5.6 Permanganometría.	106
5.6.1 Oxido Arsenioso.	107
5.6.2 Oxalato de Sodio.	108
5.6.3 Indicadores para Permanganometría.	108
5.6.4 Estandarización del Permanganato de Potasio 0.1N vrs Oxalato de Sodio. 0.1 N	109
5.6.4.1 Preparación del Oxalato de Sodio.	110
5.6.4.2 Preparación del Permanganato de Potasio 0.1 N.	110

5.6.5 Determinación del Peróxido de Hidrógeno.	113
5.7 Valoraciones con Dicromato de Potasio.	115
5.7.1 Preparación de la Solución de Dicromato de Potasio 0.1 N	116
5.7.2 Determinación de Hierro en un Mineral (Sulfato Férrico)	117
5.8 Cerimetría.	120
5.8.1 Estandarización de Sulfato de Cerio 0.1 N vrs Hierro (III) 0.1N	121
5.8.2 Preparación de Sulfato de Cerio 0.1N.	122
5.8.3 Preparación del Hierro (III) 0.1N	122
5.8.4 Determinación de Hierro en Hoja de Afeitar	124
5.9 Valoraciones con Yodo.	127
5.9.1 Clasificación de los Estándares.	128
5.9.2 Indicadores.	129
5.9.3 Método Directo o Yodimetría.	130
5.9.3.1 Estandarización de Yodo 0.1N vrs Trióxido de Arsénico 0.1 N	131
5.9.3.2 Preparación del Trióxido de Arsénico 0.1N.	132
5.9.3.3 Preparación de la Solución de Yodo 0.1N.	132
5.9.3.4 Determinación de Antimonio en Muestra de Estibina	134
5.9.4 Método Indirecto o Yodometría.	137
5.9.4.1 Estandarización del Tiosulfato de Sodio 0.1N vrs Cobre 0.1N.	137

5.9.4.2 Preparación de la Solución de Cobre 0.1N	138
5.9.4.3 Preparación de la Solución de Tiosulfato de Sodio 0.1N.	139
5.9.4.5 Determinación del Agente Oxidante en una Lejía.	140
<b><u>CAPITULO VI</u></b>	
<b>6.0 CONSERVACION DE LAS SOLUCIONES ESTÁNDARES.</b>	144
<b><u>CAPITULO VII</u></b>	
<b>7.0 TIPOS DE ERRORES.</b>	147
<b>7.1 SEGURIDAD EN EL LABORATORIO.</b>	149
<b><u>CAPITULO VIII</u></b>	
<b>8.0 DISCUSION TEORICA.</b>	155
<b><u>CAPITULO IX</u></b>	
<b>9.0 CONCLUSIONES.</b>	158
<b><u>CAPITULO X</u></b>	
<b>10.0 RECOMENDACIONES.</b>	161
<b>BIBLIOGRAFÍA.</b>	
<b>ANEXOS.</b>	

## **INDICE DE ANEXOS.**

**ANEXO 1: TIPO DE AGUA ESPECIALIZADO.**

**ANEXO 2: ENVASE.**

**ANEXO 3: SOLUCIONES AMORTIGUADORAS O SOLUCION BUFFER.**

**ANEXO 4: CURVAS DE TITULACION.**

**ANEXO 5: TABLA DE INDICADORES ÁCIDO-BASE EN MEDIO ACUOSO  
Y NO ACUOSO.**

**ANEXO 6: REACTIVO VALORANTE Y PATRONES PARA EL MÉTODO DE  
PRECIPITACIÓN.**

**ANEXO 7: TABLA DE INDICADORES REDOX.**

**ANEXO 8: PREPARACIÓN DE REACTIVOS COMPLEMENTARIOS.**

## INTRODUCCIÓN.

La Química Analítica desempeña un papel muy importante en la realización de los Análisis Químicos, ya sean estos Cualitativos y Cuantitativos, debido a que en diversos tipos de análisis las muestras se pueden identificar y cuantificar respectivamente.

El objetivo principal de un Análisis Cuantitativo es enseñar que la Química correspondiente a dicho campo, comprende principios fundamentales, reacciones químicas, aplicaciones, técnicas y cálculos y fuentes de error.

Los principios y métodos presentan una utilidad directa como parte de la preparación profesional de los alumnos que se van a dedicar a la Química y Farmacia, Ingeniería y Medicina.

Se establece la diferencia entre un Estándar Primario y un Estándar Secundario empleando los siguientes Métodos Clásicos Volumétricos:

- Análisis Gravimétrico.
- Análisis Volumétricos.
- Análisis Colorimétricos.
- Análisis Cromatográficos.
- Análisis Potenciométrico.
- Análisis Electrogravimétricos.

El Análisis que se estudiará es el Volumétrico, el cuál se clasifica en:

- Acidimetría y Alcalimetría. ( Neutralización)
- Complejometría.

- Precipitación.
- Oxido – Reducción (Redox)

Cada uno de estos métodos comprende las diferentes preparaciones de las soluciones a utilizar, como soluciones estándares, indicadores, reactivos complementarios y las diversas aplicaciones para cada uno de ellos.

Dependiendo de las características físico – químicas de cada estándar, así será el tipo de envase, en el cual se almacena, para que estas soluciones sean estables por largo tiempo.

## **OBJETIVOS.**

### **1.0 OBJETIVO GENERAL:**

Clasificar los Estándares en base a los diferentes Métodos Analíticos y su estandarización por Métodos Clásicos Volumétricos.

### **2.0 OBJETIVOS ESPECIFICOS:**

**2.1** Identificar y Clasificar los diferentes tipos de estándares.

**2.2** Conocer los diferentes tipos de indicadores para cada tipo de valoración.

**2.3** Dar a conocer la preparación y estandarización de las soluciones a utilizar.

**2.4** Indicar el tipo de material de envase adecuado para la conservación de los diferentes tipos de estándares.

**2.5** Establecer las fuentes de error específicos para los Métodos Volumétricos.

**2.6** Establecer la importancia de las medidas de seguridad dentro de un Laboratorio.

## MARCO TEORICO.

El presente trabajo trata de dar a conocer la importancia de una buena selección de estándares, para realizar un Análisis Cuantitativo efectivo, para lo cual se debe tomar en cuenta ciertos factores como:

- Tipos de estándares y sus características
- Aparatos para medidas volumétricas.
- Calidad del reactivo.
- Calibración del equipo.
- Almacenamiento adecuado de los estándares.

### 1. Tipos de estándares y sus características.

Los Tipos de estándares son:

- Estándares Primarios.
- Estándares Secundarios.<sup>(2)</sup>

**Los Estándares Primarios:** Son obtenidos de materiales puros, los cuales se caracterizan por su alto peso molecular, elevada pureza, estabilidad, no son higroscópicos, ni eflorescentes y deben ser de fácil obtención.<sup>(6) (17)</sup>

**Los Estándares Secundarios:** son aquellos cuya concentración se puede determinar directamente, basándose en el peso del soluto y el volumen de la solución. <sup>(6) (17)</sup>

No se obtienen puros, son de bajo peso molecular, baja pureza y no son estables (para su preparación), son higroscópicos y eflorescentes.

A los estándares secundarios se les puede determinar su concentración directamente utilizando un estándar primario.

## 2. Aparatos que se utilizan en el Análisis Volumétrico.

Estos se clasifican en:

**Medición exacta:** estos se usan en un Análisis Cuantitativo ejemplo: las buretas, pipetas volumétricas, balones volumétricos.<sup>(11) (13)</sup>

**Medición inexacta:** estos se utilizan para un Análisis Cualitativo ejemplo: probetas, beakers, erlenmeyers, pipetas de Mohr. <sup>(11) (13)</sup>

3. Calidad del reactivo: para un Análisis Cuantitativo óptimo se debe seleccionar reactivos con alto grado de pureza para obtener resultados exactos y precisos, de esta manera se evita repetir, innecesariamente un análisis.

4. Calibración del equipo: esta se realiza dependiendo del tipo de muestra que se tiene, así será su respectivo estándar y el equipo que se va a utilizar.

El Análisis Instrumental comprende el uso de equipo, el cuál posee un protocolo para poderlo utilizar, ejemplo: encender el equipo una hora antes de usarlo, calibrar el equipo, luego analizar la muestra y compararlo con el estándar correspondiente.

5. Almacenamiento adecuado de los estándares: las condiciones para proteger estas soluciones deben de ser correctas, para evitar que reaccionen con los factores externos como: luz, temperatura, humedad, tipo de envase, y para mantener su estabilidad, es necesario que cada reactivo, tenga su propio certificado de análisis <sup>(13)</sup>

Un factor muy importante que el Analista debe tener en cuenta es la destreza al utilizar la balanza analítica ya que al tener esta habilidad; se pueden obtener resultados exactos y precisos.

**La Gravimetría:** es un sistema de métodos de análisis cuantitativo y cuyo fundamento consiste en separar o aislar una muestra sólida que al final es pesada.

**Análisis Volumétrico:** consiste en la determinación del volumen de una solución de concentración conocida que se necesita para reaccionar en forma equivalente con la solución de una cantidad de sustancia pesada o medida volumétricamente. (2)

**Indicador:** sustancia orgánica que presenta colores diferentes cuando esta en forma molecular y en forma iónica. (6)

**Solución estándar o solución valorada:** es la solución de concentración exactamente conocida. Esta solución debe ser preparada en condiciones óptimas para obtener buenos resultados en el análisis que se va a realizar. (2)

**Valoración o titulación:** es el proceso de medir cuantitativamente la capacidad de una sustancia para combinarse con un reactivo, esto se lleva a cabo por la adición controlada de un reactivo de concentración conocida a una solución de la sustancia hasta que es completa la reacción entre las dos, al final se mide el volumen del reactivo utilizado. (13)

**Punto de equivalencia o estequiométrico:** Es el punto preciso en el que han reaccionado, las cantidades equivalentes de reactivo y de la sustancia que se

valora. En general, cuando este punto está muy cercano, el analista agrega el reactivo muy lentamente gota a gota hasta que el indicador, sufre un cambio característico, cuando esto sucede, se dice que se ha llegado al punto final y aquí termina la titulación por que la reacción se ha dado completamente. Lo ideal es siempre elegir un indicador que de la menor diferencia posible entre el punto de equivalencia con su punto final.

**Punto final de la valoración:** Es el punto en el que se ve un cambio brusco de una propiedad del sistema reaccionante y se determina mediante un indicador.

**Agua libre de CO<sub>2</sub>:** Agua que no contiene Dióxido de Carbono, por que este se ha eliminado por un proceso de ebullición.

**Solución Buffer o Amortiguadora:** Solución que contiene un par Ácido- Base conjugada, esta solución resiste grandes cambios en el pH se le adicionan iones H<sub>3</sub>O<sup>+</sup>, OH<sup>-</sup> cuando se diluye.

Existen varios tipos de error:

- **Error Operacional:** tiene su origen en la inexperiencia o en la falta de cuidado del analista.
- **Error Personal:** se debe a la falta de habilidad del analista para distinguir, y juzgar las observaciones con certeza. Ejemplo: paralaje, distinción incorrecta de los colores, mala pesada.
- **Error causado por el equipo utilizado:** incluyen el uso de aparatos de medición sin calibrar, (buretas, balones volumétricos), contaminación de las soluciones por ataque químico de los recipientes que lo contienen.

- **Error Constante:** es difícil de descubrir pudiendo pasar desapercibido.
- **Error Determinado:** son aquellos que pueden atribuirse a causa definida por lo que pueden corregirse o evitarse.
- **Error Indeterminado:** es aquel error en el cuál no se determina su origen.(16)



## **DISEÑO METODOLOGICO.**

La recolección de información se realizó a través de una investigación bibliográfica y una investigación de campo, en la cual se tiene: libros, catálogos de reactivos, manuales de laboratorio, Internet.

Esta investigación se realizó en 2 etapas:

1) Investigación Bibliográfica se realizó en:

- Biblioteca de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador.
- Biblioteca de la Universidad Centroamericana José Simeón Cañas.
- Páginas Web de Internet.

2) Investigación de Campo se realizó:

En el Laboratorio de Química Analítica II de la Facultad de Química y Farmacia.

El tipo de estudio que se realizó en este trabajo es Descriptivo orientado a Métodos Cuantitativos.

El Universo del análisis está formado por todos los Métodos de Análisis Cuantitativo que se describieron.

Para el Método de Neutralización se utilizaron dos estándares primarios y tres estándares secundarios.

Para el Método Complejométrico se usó un estándar primario y un estándar secundario.

Para el Método de Precipitación se utilizaron dos estándares primarios y dos estándares secundarios.

En total se utilizaron veinte estándares entre primarios y secundarios, para toda la Investigación.

En cada método se presento, el fundamento teórico, los indicadores que se emplearon en cada valoración, el equipo y cristalería que se uso, la preparación de los estándares y estandarización de las soluciones valorantes, cálculos y aplicaciones. La preparación de cada uno de los reactivos se encuentra en los anexos y además se estudio las medidas de seguridad, que son indispensable en un Laboratorio.

Así como los factores de error presente en los métodos de Análisis Volumétricos y la importancia, sobre el uso de los diferentes tipos de agua para cada valoración.

CAPITULO I.  
FUNDAMENTO DE ANALISIS VOLUMÉTRICO.

## 1.0 Fundamento de Análisis Volumétrico.

En el Análisis Volumétrico la cantidad de sustancia que se busca, se determina de forma indirecta o directa midiendo el volumen, de una dilución de concentración conocida, que se necesita para que reaccione con el constituyente que se analiza o con otras sustancias químicamente equivalente (2).

El proceso de adición de un volumen medido de la solución de concentración conocida para que reaccionen con el constituyente buscado se denomina valoración.

La solución de concentración conocida es una “Solución Patrón”, que puede prepararse en forma directa o por normalización.

El punto final de la valoración se determina por un cambio brusco de alguna propiedad del sistema reaccionante. Esto se hace mediante un indicador.

Este cambio debería presentarse idealmente en el momento en el que se añade una cantidad de reactivo equivalente a la de la sustancia buscada, es decir; el punto estequiométrico de la reacción o punto final.

Punto de equivalencia de una valoración: se define teóricamente como el punto en el cual la cantidad de valorante agregado es estequiométricamente equivalente a la sustancia determinada.

### **1.1 Requisitos Fundamentales.**

Para que un proceso se considere un método volumétrico deberá cumplir los siguientes requisitos:

- La reacción entre el constituyente buscado y el reactivo de concentración conocida debe ser sencilla; la reacción sirve de base a los cálculos.
- La reacción debe de ser estequiométrica; los cálculos a efectuar con los datos exigen una reacción definida.
- La reacción debe ser rápida con objeto de que la valoración pueda realizarse en poco tiempo. La mayor parte de las reacciones iónicas son tan rápidas que se consideran instantáneas.
- La reacción debe ser completa en el momento que se añaden cantidades equivalentes (estequiométricas) de sustancias reaccionantes lo cual permite que puedan realizarse cálculos.
- Debe disponerse de una solución patrón como reactivo valorante.
- Debe existir un indicador que señale el punto final de la valoración.
- Debe utilizarse instrumentos de medidas exactas (buretas, pipetas, balanza analítica)

La solución patrón se puede preparar por dos métodos:

### **1.2 Método Directo.**

Se disuelve una cantidad exactamente pesada o medida (volumen) de soluto de composición definida y conocida; luego llevándose a un volumen conocido.

Para que pueda aplicarse este método, el soluto debe ser una solución de patrón primario. (2)

### **1.3 Método Indirecto.**

Los compuestos que se utilizan como reactivos valorantes no pueden considerarse patrones primarios, por lo que sus soluciones se preparan en medidas aproximadas de peso y de volumen, las que posteriormente se normalizan, determinando el volumen exacto de solución necesario para valorar una cantidad exactamente pesada de un patrón primario. (2)

### **1.4 Estándares.**

Los estándares son sustancias químicas que contienen una pureza conocida en un analito. Ellos proveen una referencia para determinar concentraciones no conocidas o para calibrar instrumentos analíticos.

Los Métodos de Análisis Volumétricos comprenden: Neutralización, Precipitación, Complejométrico y Redox, en estos métodos se utilizan estándares, los cuales se clasifican en:

- Estándares Primarios.
- Estándares Secundarios.

Un patrón ideal: es la sustancia cuya concentración debe mantenerse indefinidamente invariable para evitar la necesidad de su normalización.

**1.5 Estándares Primarios:** Son sustancias necesarias para la preparación de una solución estándar por medición directa del peso de la sustancia y el

volumen al que se diluye el estándar, que debe usarse directa o indirectamente en la preparación de toda solución estándar. (2) (7)

Para que una sustancia se considere patrón primario, debe cumplir lo siguiente:

- Debe tener una pureza absoluta (100%) o aproximada. Ejemplo: 98.55% en un componente activo.
- Cuando la sustancia no es absolutamente pura, todas las impurezas deben de ser inertes respecto a las sustancias que se ponen en juego en la reacción.
- Las sustancias interferentes que acompañan como impurezas a un patrón primario deben ser de fácil identificación mediante ensayos sencillos de sensibilidad conocida.
- Las sustancias patrón primario deben ser estables, es decir, que no sufran cambios al desecarse en la estufa. Las sustancias hidratadas no se utilizan como patrones primarios, pues es difícil eliminar la humedad absorbida.
- El patrón debe permanecer inalterable al aire durante la pesada, es decir no debe ser higroscópico, ni reaccionar con el Oxígeno y Dióxido de Carbono a temperatura ambiente.
- Debe reaccionar con la solución que se normaliza cumpliendo con todos los requisitos expuestos anteriormente para Métodos Volumétricos.
- El patrón debe tener un peso equivalente elevado con objeto de que los errores en la pesada sean siempre inferiores a los errores de lectura y manejo de buretas. (2)

Puede ser necesario, ocasionalmente basar un análisis en una sustancia que no cumple todos los requisitos de un Patrón Primario, para eso existen los Patrones Secundarios y su fuerza se establecerá por medio de un minucioso análisis.

**1.6 Estándar Secundario:** Es aquel cuya concentración no puede determinarse directamente en base al peso del soluto y el volumen de la solución. Ejemplo: Ácido Clorhídrico, Hidróxido de Sodio, EDTA, etc.

CAPITULO II.  
METODO DE NEUTRALIZACION.

## 2.0 METODO DE NEUTRALIZACION.

Los solutos utilizados como reactivos en volumetrías ácido-base deben estar altamente ionizados, no ser volátiles ni oxidantes, deben ser estables a la luz, al aire y no formar sales insolubles en la valoración.

**2.1 Peso equivalente de Neutralización:** es el 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:

$$\text{Peq Ácido} = \frac{\text{Peso sustancia}}{N^{\circ} (H^+)} \qquad \text{Peq Base} = \frac{\text{Peso sustancia}}{N^{\circ} (OH^-)}$$

## 2.2 Teoría de Ácido y Base según Brönsted – Lowry.

**Ácido:** es una sustancia que puede donar un protón y la formación de un enlace químico covalente.

**Base:** es una sustancia que puede aceptar un protón de un ácido para formar un enlace covalente.

Los estándares utilizados en los Métodos de Neutralización se pueden clasificar en:

**2.3 Patrones Primarios Alcalinos:** dentro de los cuales se pueden mencionar:

Carbonato de Sodio, Bicarbonato de Potasio, Bórax.

**2.4 Patrones Primarios Ácidos:** Ejemplo de estos son los siguientes: Ftalato Ácido de Potasio, Ácido Benzoico, Ácido Oxálico.

2.5 Las valoraciones de Neutralización se clasifican en:

- Valoraciones Ácido – Base en Medio Acuoso.
- Valoraciones Ácido – Base en Medio No Acuoso.

### **2.6 Valoraciones Ácido – Base en Medio Acuoso.**

Las valoraciones Ácido – Base en Medio Acuoso se clasifican en:

- Valoraciones de un ácido fuerte con una base fuerte.
- Valoraciones de un ácido débil con una base fuerte.
- Valoraciones de una base débil con un ácido fuerte.
- Valoraciones de una base débil con un ácido débil.

#### **2.6.1 Valoración de un Ácido Fuerte con una Base Fuerte.**

En este tipo de valoración de neutralización se tiene como ejemplo:

El Ácido Clorhídrico (HCl) con Hidróxido de Sodio (NaOH) a medida que la valoración prosigue se va disminuyendo la concentración del Hidrógeno, por lo que se va aumentando el pH cerca del punto estequiométrico y la variación de pH se hace muy rápido y precisamente esta variación sirve de base para la detección del punto final de la valoración.

La proporción del ácido a valorar y el álcali, deben de encontrarse en similar proporción, es decir la misma concentración, al igual que el punto estequiométrico. (2)

La Valoración de una Base Fuerte con un Ácido Fuerte es semejante a la anterior, la diferencia, es el sentido de la valoración, es decir que al comienzo existe una alta concentración de iones oxidrilos ( $\text{OH}^-$ ) por lo que el valor del pH es alto. Al agregar el ácido fuerte, el pH va disminuyendo gradualmente hasta aproximarse al punto estequiométrico. (2)

### **2.6.2 Valoración de un Ácido Débil con una Base Fuerte.**

En esta valoración participa un ácido débil monoprótico y en su disociación su respectiva sal. (2)

Las diferencias que existen entre la valoración de un ácido débil con una base fuerte son:

- La concentración del ión Hidrógeno en el ácido débil, al comienzo es considerablemente más pequeña (pH alto) que para el ácido fuerte.
- En los primeros momentos de la valoración el pH de la disolución aumenta con relativa rapidez debido a que la ionización del ácido débil está restringida por efecto del ión común de la sal, por lo que son altamente ionizadas en la neutralización. Cuando se ha formado el Buffer se restringe el aumento rápido del pH de iones Hidrógeno.

### **2.6.3 Valoraciones de Base Débil con un Ácido Fuerte.**

Tienen el mismo fundamento que la valoración anterior.

#### **2.6.4 Valoración de un Ácido Débil con una Base Débil.**

Para la realización de esta valoración es difícil de realizarla, debido a que el cambio de color de los indicadores es lento, por lo que resulta imposible decidir la localización del punto final. (2)

Este comportamiento es consecuencia de la naturaleza de la solución en las proximidades del punto de equivalencia.

#### **2.7 Indicadores Ácido – Base.**

El punto final de una valoración de neutralización se puede determinar de dos maneras:

- Utilizando indicadores ácido – base, los cuales son colorantes orgánicos que cambian de color ha determinado pH.
- Se puede hacer midiendo el pH con un electrodo de vidrio y registrarse, por lo que de una forma visual se localiza el punto de máxima pendiente de la curva de valoración y se acepta esta etapa como punto final.

Los indicadores utilizados en las valoraciones de neutralización son ácidos o bases orgánicas débiles ya que los iones tienen un color diferente al de la forma sin disociar. El color del indicador depende de la concentración de iones Hidrógenos, por lo que a una concentración baja de iones Hidrógeno, el indicador presenta su color alcalino.

En el caso de bajas concentraciones de  $\text{OH}^-$  el color que se aprecia es ácido y con respecto a concentraciones altas de  $\text{OH}^-$  se observa el color alcalino.

Para emplear los indicadores ácido–base se debe de cumplir con ciertos requisitos:

- El indicador utilizado debe tener un intervalo de viraje que coincida con el pH del punto estequiométrico de la valoración, ya que si no, el punto final observado no coincidirá con el punto estequiométrico.
- Debe de utilizarse una cantidad pequeña de indicador aproximadamente de 2-3 gotas.
- El primer cambio de color detectable del indicador debe ser tomado como punto final.

## **2.8 Preparación y Estandarización de Ácidos Fuertes.**

No todos los ácidos son adecuados para la preparación de soluciones estándares, de modo que es necesario saber cual utilizar como por ejemplo:

Ácido Clorhídrico, Ácido Nítrico, Ácido Perclórico, Ácido Sulfúrico.

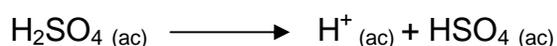
En el caso del Ácido Nítrico concentrado, no se usa como valorante porque su solución es extremadamente inestable a la luz y calor. Tiene la desventaja de sufrir reacciones Redox, en cambio el Ácido Nítrico en concentraciones diluidas es estable por largo tiempo y forma excelentes soluciones estándares ácidas (2)

El Ácido Perclórico diluido es buen valorante para reacciones ácido – base, pero concentrado y a ebullición es un poderoso oxidante, por lo que puede reaccionar con violencia explosiva en presencia de materia orgánica. (2)

El Ácido Clorhídrico es el más utilizado debido a su pureza, disponibilidad comercial y su larga vida en soluciones diluidas.

El Ácido Sulfúrico es un ácido fuerte no volátil, este ácido reacciona en dos etapas:

- En la primera etapa actúa como ácido fuerte.



- En la segunda etapa actúa como ácido débil.



Estas etapas se producen debido a que es un Ácido Diprótico, por cada unidad de Ion Hidrógeno.

De los ácidos antes mencionados se prefiere trabajarlos en dilución, ya que concentrado puede variar de un lote a otro.

**Cuadro 1: Clasificación de Estándares Ácidos Fuertes.** (2) (7) (8)

ACIDOS FUERTES	ESTÁNDAR PRIMARIO	PM (g)	Peq (g)	INDICADOR	CAMBIO DE COLOR
Ácido Clorhídrico	Carbonato de Sodio	106.00	53.00	Rojo metilo	amarillo-rosa
Ácido Nítrico	Carbonato de Sodio.	106.00	53.00	Naranja metilo	amarillo-rosa
Ácido Sulfúrico	Carbonato Ácido de Potasio	100.21	100.21	Naranja metilo	Amarillo-rosa

**Nota:** En los cálculos se utiliza la Normalidad Real por lo tanto no se utiliza el Factor de Corrección.

### **2.8.1 Estandarización del Ácido Clorhídrico 0.1 N vrs Carbonato de Sodio Anhidro 0.1N**

Material y Equipo:

- Balanza Analítica.
- Balón volumétrico de 100.0 mL
- Beaker de 100 mL
- Bureta de 50.0 mL
- Desecador.
- Erlenmeyer 250 mL
- Espátula.
- Estufa con termostato
- Frasco lavador.
- Hot Plate
- Pinza para bureta.
- Pipeta volumétrica de 10.0 mL
- Soporte.

Reactivos:

- Ácido Clorhídrico 37% P/P

- Agua libre de CO<sub>2</sub> (ver anexo 1)
- Carbonato de Sodio anhidro sólido.
- Rojo de Metilo 2% (ver anexo 8)
- Ácido Clorhídrico 37% P/P
- Agua libre de CO<sub>2</sub> (ver anexo 1)
- Carbonato de Sodio anhidro sólido.
- Rojo de Metilo 2% (ver anexo 8)

#### **2.8.1.1 Preparación del Carbonato de Sodio Anhidro 0.1N.** <sup>(8)</sup>

1. Secar en estufa Carbonato de Sodio a 110 °C por dos horas y colocar en un desecador.
2. Pesar 0.5296g de Carbonato de Sodio en balanza analítica.
3. Transferirlo a un balón de 100.0 mL, teniendo cuidado de pasar todo el sólido al balón.
4. Disolver con agua destilada, el Carbonato de Sodio agitar, aforar y homogenizar con agua destilada.

#### **2.8.1.2 Preparación del Ácido Clorhídrico 0.1 N.** <sup>(25)</sup>

Pureza = 37% P/ P.

Densidad = 1.18 g/mL

1. Medir 8.25 mL. de Ácido Clorhídrico al 37 % p/p de pureza y con una densidad de 1.18 g/mL.

2. Colocar un balón volumétrico de un litro en un baño de agua fría y adicionar 500 mL. de agua destilada.
3. Agregar el ácido lentamente con agitación constante, aforar y homogenizar con agua destilada.

**Valoración del Ácido Clorhídrico 0.1 N vs. Carbonato de Sodio Anhidro 0.1N.**

**Procedimiento <sup>(8)</sup>**

1. Tomar con una pipeta volumétrica de 10.0 mL de la solución preparada de Carbonato de Sodio Anhidro 0.1N
2. Transferirla a un erlenmeyer de 250 mL
3. Adicionar 2 gotas de Rojo de Metilo 2%.
4. Titular con Ácido Clorhídrico 0.1N hasta que el indicador haya virado gradualmente de amarillo a rojo.
5. Ebulir la solución suavemente por dos minutos, el color del indicador deberá virar a un color amarillo.
6. Tapar el erlenmeyer con vidrio de reloj, dejar enfriar a Temperatura ambiente, continuar la titulación hasta que vire a rojo en el punto final.
7. Leer los mililitros gastados.
8. Realizar 2 valoraciones más. <sup>(8)</sup>

**Cálculo:**

$$N_{\text{HCl}} = \frac{\text{Gramos } \text{Na}_2\text{CO}_3 \text{ en alícuota}}{V_{\text{mL. HCl gastado}} \times \text{meq } \text{Na}_2\text{CO}_3}$$

$$\text{meq} = \text{g/mL}$$

**Nota:** Los gramos del estándar primario ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) se calculan de la siguiente manera:

En 100.0 mL \_\_\_\_\_ 0.5296 g Carbonato de Sodio Anhidro

En 10.0 mL \_\_\_\_\_ X g

0.05296 g de Carbonato de Sodio Anhidro en alícuota de 10.0 mL.

## 2.9 Preparación y Estandarización de Bases Fuertes <sup>(2)</sup>

Las soluciones estándares de bases para aplicaciones generales suelen prepararse, a partir de Hidróxido de Sodio (NaOH) y otras bases como: el Hidróxido de Potasio (KOH), Hidróxido de Bario  $Ba(OH)_2$ , Hidróxido de Calcio  $Ca(OH)_2$ , Hidróxido de Aluminio  $Al(OH)_3$ . La desventaja de estas bases es que absorben Bióxido de Carbono de la atmósfera produciendo un precipitado insoluble, que disminuye la concentración de iones  $OH^-$ .

Es importante la eliminación del Bióxido de Carbono de la solución por medio de la ebullición del agua para poder realizar la estandarización de esta, luego guardarla y protegerla del Bióxido de Carbono de la atmósfera

**Cuadro 2: Clasificación de los estándares de Bases Fuertes.**

<b>BASES FUERTES</b>	<b>ESTÁNDAR PRIMARIO</b>	<b>PM (g)</b>	<b>Peq (g)</b>	<b>INDICADOR</b>	<b>CAMBIO DE COLOR</b>
Hidróxido de Sodio.	Ftalato Ácido de Potasio	204.23	204.23	Fenolftaleína	Incoloro-rosa
Hidróxido de Potasio.	Ácido Oxálico.	126.07	63.02	Fenolftaleína	Incoloro-rosa
Hidróxido de Bario	Ácido Benzoico.	122.12	122.12	Fenolftaleína	Incoloro-rosa
Hidróxido de Calcio	Ácido Oxálico.	126.07	63.03	Fenolftaleína	Incoloro-rosa

### **2.9.1 Estandarización del Hidróxido de Sodio 0.1N vrs Ftalato Ácido de Potasio 0.1 N.**

Material y Equipo:

- Balanza analítica.
- Balón volumétrico de 100.0 mL
- Beaker de 300 mL
- Bureta de 50.0 mL
- Erlenmeyer de 250 mL
- Espátula.
- Estufa con termostato.
- Frasco lavador
- Pinza para bureta.
- Pipeta volumétrica de 10.0 mL
- Portamuestra.
- Soporte.
- Vidrio de reloj.

Reactivos:

- Agua libre de CO<sub>2</sub> (ver anexo 1)

- Hidróxido de Sodio (NaOH) perlas.
- Ftalato Ácido de Potasio Sólido. (  $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$  )
- Solución de Fenolftaleína 1% (ver anexo 8)

#### **2.9.1.1 Preparación del Ftalato Ácido de Potasio 0.1 N** <sup>(2)</sup>

1. Desecar en una estufa por 2 horas a 110°C el Ftalato Ácido de Potasio y colocar en un desecador.
2. Pesar en balanza analítica 2.0423 g de Ftalato Ácido de Potasio.
9. Agregar en porciones el agua libre de  $\text{CO}_2$  y agitar circularmente para disolver todo el Ftalato Ácido de Potasio, aforar y homogenizar.

#### **2.9.1.2 Preparación del Hidróxido de Sodio 0.1 N** <sup>(2)</sup>

1. Ebulir aproximadamente 300 mL de agua por 5 –10 minutos para eliminar el  $\text{CO}_2$
1. Enfriar y tapar el beaker con vidrio de reloj.
2. Pesar en balanza granataria 0.4 g de Hidróxido de Sodio (perlas) en beaker de 50 mL.
3. Agregar cuidadosamente el agua y agitar hasta que se disuelva todo el Hidróxido de Sodio.
4. Transferir la solución a un balón volumétrico de 100.0 mL y lavar el beaker y transferir el lavado al balón.
5. Aforar y homogenizar la disolución.

**Nota:** Guardar la solución de Hidróxido de Sodio en frascos de plástico y tapón de goma.

### Valoración de Hidróxido de Sodio 0.1 N con Ftalato Ácido de Potasio 0.1N

(2)

1. Tomar 10.0 mL con una pipeta volumétrica de Ftalato Ácido de Potasio y transferirla a un erlenmeyer de 250 mL.
2. Agregar 2 o 3 gotas de solución indicadora de Fenolftaleína 1%.
3. Valorar el Hidróxido de Sodio 0.1N que esta en la bureta (previamente ambientada).
4. Titular hasta la aparición de un color rosa pálido.
5. Leer los mililitros gastados.
6. Hacer 2 valoraciones más.

#### Cálculos:

$$N_{\text{NaOH}} = \frac{\text{Gramos}_{\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4 \text{ alícuota}}}{V_{\text{mL NaOH}} \times \text{meq}_{\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4}}$$

$$\text{meq} = \text{g/mL}$$

En 100.0 mL \_\_\_\_\_ 2.0423 g de Ftalato Ácido de Potasio.

En 10.0 mL \_\_\_\_\_ X g de Ftalato Ácido de Potasio.

X = 0.20423 g de Ftalato Ácido de Potasio en alícuota de 10.0 mL.

**Aplicación.****2.10 Determinación del Ácido Acético en Vinagre. (2)**

## Material y Equipo:

- Balón Volumétrico 250.0 mL
- Bureta de 50.0 mL.
- Erlenmeyer de 250 mL.
- Frasco lavador
- Pinza para bureta.
- Pipeta de 10.0 mL.
- Probeta de 100 mL.
- Soporte para bureta.

## Reactivos:

- Agua libre de  $\text{CO}_2$  (ver anexo 1)
- Muestra: Vinagre
- Solución Indicadora de Fenolftaleína 1% (ver anexo 8)

**Procedimiento:**

7. Pipetear 10.0 mL. de vinagre y transferirlo a un balón volumétrico de 100.0 mL y aforar con agua libre de  $\text{CO}_2$ .
2. Tomar una alícuota de 10.0 mL. de la solución anterior y colocarla en un Erlenmeyer de 250 mL.
8. Adicionar con probeta 50 mL de agua libre de  $\text{CO}_2$ .

3. Agregar 2 gotas de solución indicadora Fenolftaleína al 1 %.
4. Titular con Hidróxido de Sodio 0.1 N y agitar circularmente hasta que el color rosa pálido persista.
5. Leer los mililitros gastados.
9. Realizar dos valoraciones más.

**Cálculos:**

$$\text{Gramos}_{\text{HOAC}} = N_{\text{NaOHReal}} \times V_{\text{mLNaOH}} \times \text{meq}_{\text{HOAC}} \times 10$$

**Nota:** Se multiplica por 10 debido a que la muestra esta en un balón de 100.0 mL y las alícuotas tomadas son de 10.0 mL.

## 2.11 REACCIONES DE NEUTRALIZACIÓN EN MEDIO NO ACUOSO.

Este tipo de valoración se realizan cuando no se puede hacer por el Método de Neutralización en Medio Acuoso como ejemplo: la valoración de un Ácido Débil-Base Débil, compuestos orgánicos con grupos funcionales acídicos o básicos que son insolubles en agua y solo pueden valorarse si están disueltos en disolventes orgánicos. (7)

Entre los disolventes utilizados tenemos el Etanol, Ácido Acético Glacial, Piridina, Alcohol Terbutílico, Benceno, Tolueno.

Ventajas de las Valoraciones No Acuosas:

- Cuando el compuesto que se analiza es insoluble en agua.
- Cuando la fuerza del ácido o la base es muy débil en agua y como consecuencia, el punto de equivalencia es difícil de mostrar.
- Cuando no hay diferencia entre el carácter ácido-básico de las sustancias en medio acuoso. (7)

Existen factores que afectan las valoraciones ácido-base en medio No Acuoso son las siguientes:

- Las propiedades ácido-base del disolvente.
- Constante de autoprotólisis del disolvente.
- Constante dieléctrica del disolvente.

### 2.11.1 Cualidades que debe tener un disolvente.

- Aumentar las propiedades ácido-base de la sustancia en estudio.
- Si se forma un precipitado durante la determinación, debe ser compacta y cristalina para no interferir en un intercambio de protones en solución.
- Ausencia de reacciones secundarias entre el disolvente y el reactivo titulante y las sustancias a determinar.
- Deben ser poco tóxicos y baratos.

Generalmente el disolvente que se escoge es el Ácido Acético Glacial porque tiene un magnifico poder disolvente, es un reactivo poco peligroso y de poca toxicidad y es económico. EL Ácido Acético Glacial reacciona con las aminas primarias y secundarias. El Tolueno es menos tóxico que el Benceno, pero no siempre se puede utilizar, se debe de estabilizar con Tiofeno. (7)

### 2.11.2 Clasificación de los disolventes.

- Disolvente Anfiprótico.
- Disolvente Inerte o aprótico.

**2.11.3 Disolvente Anfiprótico:** es capaz de actuar como ácido o como base en el concepto de Brönsted-Lowry. Ejemplos de sustancias que tienen estas características es el Agua, Ácido Acético Glacial, Amoníaco líquido y Etilendiamina.

**2.11.4 Disolvente Inerte o Aprótico:** es aquel que no muestran propiedades de ácido o base ejemplo: Benceno, Cloroformo, Tetracloruro de Carbono.

Son disolventes apróticos porque no tienen protones ionizables, estos no tienen reacciones de autoprotólisis.

#### **2.11.5 Efecto Nivelador y Diferenciador.**

El carácter ácido o básico de un disolvente es de gran importancia cuando este se emplea para proporcionar un medio especial para un soluto ácido o básico; por lo que inicialmente el soluto reacciona con el disolvente hasta cierto grado por las fuerzas relativas de ambos y existen la posibilidad:

-Si el soluto reacciona por completo con el disolvente; ejemplo un ácido HX y el solvente S donde el solvente se convierte en  $\text{SH}^+$  y se dice que el solvente es nivelador.

Si queremos comparar dos ácidos con un disolvente con efecto nivelador en el cual ambos ácidos aparecerán con la misma fuerza. Estos ácidos se nivelan por la fuerza de los iones LIONO (iones positivos); estos hacen que el ácido fuerte pueda sustituir el solvente, por consiguiente los iones LIATO (iones negativos), actuarán como una base fuerte. (7)

### **2.11.6 Estandarización del Ácido Perclórico 0.1N vrs Ftalato Ácido de Potasio. 0.1N <sup>(8)</sup>**

Material y Equipo:

- Agitador de Vidrio.
- Balanza Analítica.
- Balón volumétrico de 100.0 y 1000.0 mL.
- Beakers de 100 y 250 mL.
- Bureta de 50.0 mL.
- Erlenmeyers de 250 mL
- Espátula.
- Hot plate.
- Pinza para bureta.
- Pipeta volumétrica de 10.0 mL.
- Probetas de 10 y 100 mL.
- Soporte.

Reactivos:

- Ácido Acético Glacial.
- Ácido Perclórico 72% P/P

- Anhídrido Acético
- Ftalato Ácido de Potasio sólido.
- Solución Indicadora de Violeta de Metilo 2% (ver anexo 8)

#### **2.11.6.1 Preparación del Ftalato Ácido de Potasio 0.1 N. <sup>(1)</sup>**

1. Desechar en una estufa por dos horas a 110 ° C el Ftalato Ácido de Potasio y colocarlo en un desecador.
2. Pesar en balanza analítica 2.0423 g de Ftalato de Ácido de Potasio.
3. Pasar todo el estándar a un balón de 100.0 mL. y agregar en porciones Ácido Acético Glacial y agitar circularmente para disolver todo el Ftalato Ácido de Potasio y aforar con Ácido Acético Glacial.

#### **2.11.6.2 Preparación del Ácido Perclórico 0.1 N. <sup>(1)</sup>**

1. Medir en probeta 150 mL de Ácido Acético Glacial y transferirlo a un beaker de 250 mL.
2. Medir en probeta 8.6 mL de Ácido Perclórico al 72 %.
3. Transferir el Ácido Perclórico al beaker que contiene el Ácido Acético Glacial y mezclar para homogenizar.
4. Agregar 10 mL de Anhídrido Acético y dejar reposar la solución por 30 minutos.
5. Transferir la disolución a un balón volumétrico de 1000.0mL
6. Aforar con Ácido Acético Glacial y homogenizar.

**Nota:** Dejar enfriar la solución a Temperatura ambiente y realizar inmediatamente la estandarización y el análisis, para evitar alteraciones en los resultados.

**Valoración del Ácido Perclórico 0.1N con Ftalato Ácido de Potasio 0.1 N <sup>(1)</sup>**

1. Tomar con una pipeta de 10.0 mL Ftalato Ácido de Potasio.
2. Transferirlo a un erlenmeyer de 250 mL.
3. Adicionar 2 o 3 gotas de Solución Indicadora de Violeta de Metilo 2%.
4. Titular con Ácido Perclórico 0.1 N hasta que la solución violeta cambie a un color azul.
5. Leer los mL gastados.
6. Realizar 2 valoraciones más.

**Cálculos:**

$$N_{\text{HClO}_4} = \frac{\text{Gramos}_{\text{de KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4 \text{ en alícuota}}}{V_{\text{mL HClO}_4} \times \text{meq}_{\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4}}$$

meq = g/mL

En 100.0 mL \_\_\_\_\_ 2.0243 g Ftalato Ácido de Potasio.

En 10.0 mL \_\_\_\_\_ X g de Ftalato Ácido de Potasio.

X = 0.20243 g de Ftalato Ácido de Potasio en alícuota de 10.0 mL.

## **Aplicación de Neutralización en Medio No Acuoso.**

### **2.12 Determinación del contenido de Agua en una muestra de Xileno.**

Material y Equipo:

- Agitador de Vidrio.
- Balanza Analítica
- Balón Volumétrico de 100.0 mL
- Beakers de 100 y 250 mL.
- Bureta de 50.0 mL.
- Espátula.
- Pinza para bureta.
- Pipeta volumétrica de 10.0 mL.
- Soporte.

Reactivos:

- Ácido Acético Glacial.
- Ácido Perclórico 0.1 N.
- Muestra: Xileno.
- Solución Indicadora de Violeta de Metilo 0.1 %. ( ver anexo 8)

**Procedimiento:**

1. Pesar 1.12 g de Xileno y transferirlo a un balón volumétrico de 100.0 mL.
2. Disolver la muestra con Ácido Acético Glacial aforar a 50.0 mL y homogenizar.
3. Tomar una alícuota de 10.0 mL de la muestra disuelta.
4. Transferir a un erlenmeyer y agregar 3 gotas de la solución indicadora de Violeta de Metilo.
5. Titular con Ácido Perclórico estándar hasta la aparición del color violeta.
6. Leer los mL gastados.
7. Realizar dos valoraciones más.

**Cálculos:**

$$\% \text{ Agua} = \frac{V_{\text{mL HClO}_4} \times N_{\text{HClO}_4 \text{ Real}} \times \text{meq}_{\text{H}_2\text{O}}}{\text{Peso de la muestra o Vol. de muestra}}$$

$$\text{meq} = \text{g} / \text{mL}$$

CAPITULO III  
MÉTODO DE PRECIPITACION.

### 3.0 METODO DE PRECIPITACIÓN.

La base de las valoraciones de precipitación, es la de calcular por estequiometría, la reacción de precipitación, la cantidad de sustancia presente en la solución de la muestra original a determinar.

Las reacciones más importantes en estas valoraciones son las que intervienen los iones plata y por esta razón se le conoce también como **Argentometría**; aún cuando algunos casos se usan otras sustancias diferentes a la Plata como ejemplo: La titulación de fosfatos que se basan en la reacción del ión Fosfato  $\text{PO}_4^{-3}$  con las sales de Uranilo. El fundamento de la Argentometría consiste en que los iones cloruros y plata reaccionan en una relación de uno a uno y se representa con la siguiente reacción estequiométrica:



Muchos cationes metálicos Zn, Ni, Co, Mn, Al, Fe, Cr, Pb, Cu, Bi y Cd; forman hidróxidos y sulfuros muy insolubles, podría esperarse así que estos elementos pudieran determinarse por valoración de precipitación con solución de Hidróxido de Sodio.

Para que sea útil una valoración de precipitación, la reacción química en la cuál se forme un precipitado ligeramente soluble debe satisfacer tres requisitos importantes:

- La velocidad de reacción entre el precipitante y la sustancia a analizar debe ser rápida.

- La reacción ha de ser cuantitativa y ha de transcurrir conforme a una relación estequiométricamente definida.
- Debe de disponerse de un medio razonablemente simple y cómodo para localizar o identificar el punto en el cuál la cantidad de sustancia que se precipita sea equivalente al valorante.

El ión Plata, forma con los Halogenuros, Tiocianatos y Cianuros precipitados amorfos poco aptos para un análisis gravimétrico en cambio en un Análisis Volumétrico produce resultados satisfactorios, seleccionando un indicador que produzca la menor diferencia entre el punto final y punto de equivalencia.

Para poder detectar el punto final se puede realizar por tres métodos que son:

- Método Potenciométrico
- Método con Indicadores.
- Método de Dispersión de la Luz (Turbidimetria y Nefelometría)

Las titulaciones de Precipitación no son tan numerosas como las titulaciones de Ácido- Base y reacciones Redox.

Las desventajas de este método son:

- En el caso de titular soluciones diluidas, la velocidad de reacción es demasiado lenta y esto no es conveniente para una titulación. Cuando la reacción se aproxima al punto de equivalencia y el titulante se adiciona lentamente, no existe una sobre saturación elevada y la precipitación puede ser muy lenta.

- La limitación de estas valoraciones es la de la precipitación de aniones como los Halógenos y el Tiocianato con el ión Plata.
- Otra limitación es la falta de indicadores adecuados. <sup>(6)</sup>
- Con frecuencia no se conoce la composición del precipitado debido a los efectos de la co-precipitación.

Existen diferentes Métodos para establecer el punto final de estas reacciones que son las siguientes:

- Formación de un precipitado coloreado. (Método Mohr).
- Formación de un compuesto coloreado. (Método Volhard)
- Empleo de indicadores de adsorción. (Método Fajans)

### 3.1 Clasificación de los Estándares.

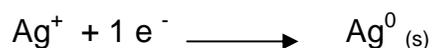
**Cuadro 3: Clasificación de los Estándares para Valoraciones por Precipitación.**

Agente Valorante	Estándar	Determinación De:	Indicador	Cambio de Color	Método a Utilizar
Nitrato de Plata	NaCl	Cloruros, Bromuros	Cromato de Potasio 5%	Amarillo a Rojo	Método Mohr
Tiocianato Potásico	AgNO <sub>3</sub>	Cloruros Bromuros Yoduros	Sal férrica	Rojo Intenso a Incoloro	Método Volhard
Nitrato de Plata	NaCl KCl	Halogenuros	Fluoresceína y derivados	Amarillo a Rosado	Método Fajans

### 3.2 Entre los indicadores estudiados están:

- Ión Cromato (Método de Mohr); para precipitará  $\text{Ag}_2\text{CrO}_4$  de color rojo ladrillo.
- Ión Hierro (Método de Volhard); para formar un complejo rojo intenso con el Tiocianato.
- Indicadores de Adsorción (Método de Fajans) (8)

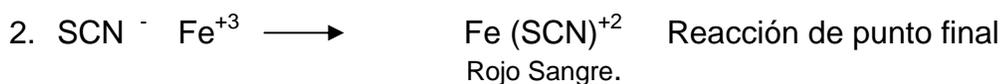
El Nitrato de Plata no puede considerarse patrón primario debido a que reacciona con partículas de materia orgánica; transformándose en Plata metálica, esto se demuestra por la aparición de un color rosa pálido o pardo en la superficie de los cristales. Las soluciones de Nitrato de Plata deben de guardarse en frascos de vidrio color ámbar, por que se da una lenta pero progresiva fotoreducción del Nitrato de Plata en Plata Metálica y se representa con la siguiente reacción: (21)



### 3.3 METODO DE VOLHARD.

El método de Volhard es utilizado para titular Plata (I) con una solución de estándar de Cloruro de Sodio. Es un método indirecto para cuantificar una cantidad de halogenuros o de otro ión que pueda ser precipitado cuantitativamente por Nitrato de Plata. Este método es especialmente para la Plata, pero se puede determinar cualquier ión que forme una sal insoluble de Plata. (8)

Las reacciones que están involucradas para la titulación de Plata por este método son las siguientes:



Fundamento:

La titulación con Tiocianato se efectúa en solución ácida. Cuando la Plata ha precipitado como Tiocianato de Plata ( $\text{AgSCN}$ ), el primer exceso de titulante y la solución indicadora de Sulfato Férrico Amónico, reaccionan para formar un complejo soluble de color rojo. (6)

Con este método se puede determinar iones como Bromuro o Yoduros. Los aniones de los ácidos débiles como el Oxalato, Carbonato y Arseniato se pueden determinar precipitando sus sales de Plata a pH elevado, ya que son solubles en ácidos y filtrando la sal de Plata que se obtiene. Luego el

precipitado se disuelve en Ácido Nítrico y la Plata se titula directamente con la solución de Tiocianato <sup>(6)</sup>. Las concentraciones elevadas de cationes coloreados como ejemplo: Cobalto (II), Níquel (II) y Cobre (II), ocasionan dificultad para observar el punto final. El Ácido Nitroso interfiere en la titulación, ya que reacciona con el Tiocianato y produce un color rojo.

Las posibles modificaciones pueden ser:

- Método Directo
- Método Indirecto (Método por Retrovaloración)

**3.3.1 Método Directo:** consiste en la precipitación del ión a analizar por adición de un exceso de Nitrato de Plata, se forma el precipitado, se filtra, se lava y se redisuelve. El ión Plata puede valorarse con solución valorada de Tiocianato de Potasio o Amonio. Así puede calcularse la cantidad de sustancia deseada de la sal de Plata encontrada en el precipitado redisuelto.

En este tipo de titulación existen dos tipos de error los cuales son:

- El precipitado de Tiocianato de Plata adsorbe iones Plata sobre su superficie y esto ocasiona que el punto final suceda antes. Se puede evitar realizando una agitación vigorosa de la mezcla al acercarse al punto final.
- El cambio de color que marca el punto final se debe a que existe un exceso de Tiocianato de Potasio.

**3.3.2 Método Indirecto:** es el más usado, para determinar cloruros. En el caso de la valoración de Yoduro, la solución de Sulfato Férrico Amónico no debe de

agregarse, si no hasta que exista un exceso de Plata, pues el Yoduro en solución reacciona con ión Férrico dándose una reacción de oxidación convirtiéndose en yodo.

Si el precipitado del Halogenuro de Plata que se ha formado es menos soluble que el Tiocianato de Plata, el exceso de Plata se titula directamente con Tiocianato de Potasio, cuando el Halógeno sea el ión Bromuro o ión Yoduro.

Cuando el Cloruro de Plata es más soluble que el Tiocianato de Plata deberá de retirarse el Cloruro de Plata por filtración para que no se convierta en Tiocianato de Plata durante la titulación (8).

Los aniones de ácidos débiles que forman sales de plata insolubles en disolución neutra, pero son solubles en Ácido Nítrico, pueden determinarse por este método. Lo que sucede es que el anión precipita por adición de un exceso de Nitrato de Plata; se separa por filtración, el precipitado se lava para eliminar el exceso de Ión Plata, disolviéndolo después en Ácido Nítrico Concentrado. El Ión Plata de esta disolución se valora con solución patrón de Tiocianato de Potasio. También puede precipitarse el anión por adición de un volumen conocido de solución estándar de Nitrato de Plata en exceso, después filtrar, lavar el precipitado determinar el exceso de ión Plata en la solución y aguas de lavado. Este método es aplicable para diferentes aniones como ejemplo tenemos:  $\text{PO}_4^{-3}$ ,  $\text{AsO}_4^{-3}$ ,  $\text{AsO}_3^{-3}$ ,  $\text{CrO}_4^{-2}$ ,  $\text{CO}_3^{-2}$ ,  $\text{IO}_3^{-}$ ,  $\text{S}^{-2}$ ,  $\text{SO}_3^{-2}$ ,  $\text{Fe}(\text{CN})_6^{-3}$ ,  $\text{Fe}(\text{CN})_6^{-4}$ .

### **3.3.3 Indicador.**

El indicador utilizado en esta valoración es la sal de Sulfato Férrico Amónico, el cual se emplea en una concentración del 5% y en un medio ácido para que se de la formación del complejo coloreado.

## **Método de Volhard.**

### **3.3.4 Estandarización del Tiocianato de Potasio 0.1N vrs Nitrato de Plata**

#### **0.1N**

Material y Equipo:

- Agitador
- Balanza Analítica.
- Beakers 50 y 250 mL.
- Bureta de 50.0 mL.
- Embudo de vidrio.
- Erlenmeyer de 250 mL con tapón de vidrio esmerilado.
- Espátula.
- Pinza de bureta
- Pipeta volumétrica de 10.0 mL.
- Probetas de 5 y 10 mL.
- Soporte para bureta

Reactivos:

- Ácido Nítrico 6N. (Ver anexo 8)
- Ácido Nítrico concentrado.
- Agua bidestilada
- Nitrato de Plata sólido. (Estándar Primario)
- Solución indicadora de Sulfato Férrico Amónico al 5%. (Ver anexo 8)

- Tiocianato de Potasio sólido. (Estándar Secundario)

#### **3.3.4.1 Preparación de Nitrato de Plata 0.1 N <sup>(7)</sup>**

1. Pesar en balanza analítica 1.6987 g de Nitrato de Plata
2. Transferirlo a un balón volumétrico de 100.0 mL.
3. Disolver con agua bidestilada.
4. Aforar y homogenizar la solución.<sup>(7)</sup>

Ver Estandarización de Nitrato de Plata 0.1 N en pagina 84

#### **3.3.4.2 Preparación de Tiocianato de Potasio 0.1 N <sup>(7)</sup>**

1. Pesar 0.9718 g de Tiocianato de Potasio en Balanza Analítica.
2. Transferirlo a un balón volumétrico de 100.0 mL con tapón esmerilado.
3. Disolverlo con agua bidestilada.
4. Aforar y homogenizar la solución <sup>(7)</sup>

#### **Estandarización del Tiocianato de Potasio 0.1 N. con Nitrato de Plata 0.1 N**

5. Pipetear 10.0 mL. de solución de estándar de  $\text{AgNO}_3$  0.1N en un Erlenmeyer de 250 mL.
1. Agregar 5 mL. de una mezcla de Ácido Nítrico 1:1 con agua bidestilada y 2 mL. solución indicadora de Sulfato Férrico Amónico.
2. Luego titular con solución de Tiocianato de Potasio 0.1N.
3. Agitar la solución en forma circular y constante hasta que aparezca el color café rojizo.
4. Leer los mL. gastados.

5. Realizar dos valoraciones más. (7)

Preparación del Blanco:

1. En un erlenmeyer agregar 5 mL de una mezcla de Ácido Nítrico 1:1 con agua bidestilada, con 2 mL de solución de Sulfato Férrico Amónico y luego adicionar 115 mL de agua bidestilada.
2. Agregar cerca de 0.02 mL de Tiocianato de Potasio 0.1 N, hasta que aparezca el color café rojizo anotar el volumen gastado.

**Cálculos:**

$$N_{\text{KSCN}} = \frac{\text{Gramos}_{\text{AgNO}_3 \text{ en alícuota}}}{(V_{1\text{mL KSCN}} - V_{2\text{ mL blanco KSCN}}) \times \text{meq}_{\text{AgNO}_3}}$$

$V_1$  = mL gastados de  $\text{AgNO}_3$

$V_2$  = mL gastados en el blanco

meq = g/mL.

En 100.0 mL \_\_\_\_\_ 0.9718 g de Tiocianato de Potasio.

En 10.0 mL \_\_\_\_\_ X g de Tiocianato de Potasio.

X = 0.09718 g de Tiocianato de Potasio en alícuota de 10.0 mL

**3.3.5 Conservación de los Estándares.**

La solución de Nitrato de Plata, debe conservarse en frascos de vidrio color ámbar para su preparación debe de protegerse de la luz. (21)

## **Aplicación del Método de Volhard**

### **3.3.6 Determinación Indirecta del Ion Cloruro.**

Material y Equipo.

- Balanza Analítica.
- Balón Volumétrico de 100.0 mL.
- Beaker 100 mL.
- Bureta de 50 .0 mL.
- Erlenmeyers de 250 mL.
- Espátula
- Frasco Lavador.
- Pinza para bureta.
- Pipeta Volumétrica de 10.0 mL.
- Portamuestra.
- Probetas de 5 y 100 mL.
- Soporte para bureta.

Reactivos.

- Ácido Nítrico 6N (ver anexo 8)
- Agua Bidestilada.

- Nitrobenceno.
- Solución de Nitrato de Plata 0.1 N. (ver pagina 66)
- Solución Estándar de Tiocianato de Potasio 0.1N (ver pagina 66)
- Solución indicadora de Sulfato Férrico Amónico al 5%. ( ver anexo 8)

**Procedimiento:**

1. Pesar con exactitud 0.1 g. de muestra de cloruros luego transferir a un beaker de 100 mL.
2. Disolver con 50 mL de agua bidestilada.
3. Transferir a un balón volumétrico de 100.0 mL y aforar con agua bidestilada.
4. Tomar con una pipeta volumétrica 10.0 mL de la solución y transferir a un erlenmeyer de 250 mL.
5. Agregar con probeta 5 mL de Ácido Nítrico 6 N; por medio de una bureta adicionar cuidadosamente y con agitación constante 20 mL de la solución de Nitrato de Plata 0.1 N. Continuar agitando después de 30 segundos. Añadir el Ácido Nítrico 6N hasta que se forme el precipitado.
6. Añadir 3 mL de Nitrobenceno, agitar vigorosamente y añadir 2 mL de solución indicadora de Sulfato Férrico Amónico al 5%.
7. Luego titular lentamente con agitación constante con la solución estándar de Tiocianato de Potasio 0.1 N, hasta que aparezca un color pardo rojizo.
8. Leer los mL gastados.
9. Realizar dos valoraciones más.

Consideración:

En el caso de que la muestra sea una solución, aforar hasta 100.0 mL con agua bidestilada, tomar con una pipeta volumétrica 10.0 mL de solución y transferirla a un erlenmeyer de 250 mL y agregar agua destilada hasta un volumen de 25 mL y seguir el procedimiento desde el paso número 5.

**Cálculos:**

El porcentaje de cloruros se determina con la siguiente fórmula:

$$\%Cl^{-} = \frac{[(V_{1AgNO_3} \times N_{AgNO_3 Real}) - (V_{2KSCN} \times N_{KSCN Real})] \times meq_{Cl^{-}} \times 100}{\text{Gramos de muestra o Vol. de muestra}}$$

$V_1 AgNO_3$ : son los mL añadidos en exceso de  $AgNO_3$

$V_2 KSCN$ : son los mL añadidos en la retrovaloración del exceso de  $AgNO_3$ .

meq = g/mL

$Cl^{-}$ : cloruros

**Observaciones:**

10. El Ácido Nítrico evita la hidrólisis del  $Fe^{+3}$  y elimina el color del ión férrico de la solución indicadora, por lo que el punto final es más pronunciado.
3. El Ácido Nítrico usado en la preparación de la disolución indicadora y en las muestras a valorar debe estar exento de ión cloruro.
4. La mayoría de los cationes comunes no interfieren en la valoración a excepción del Mercurio (II) que impide la formación del complejo Férrico rojo.

5. El Nitrobenceno reviste las partículas de Cloruro de Plata formando una capa protectora <sup>(2)</sup> <sup>(8)</sup>.

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

### **Aplicación Método de Volhard.**

#### **3.3.7 Determinación de Cloruros de la Leche y Productos Lácteos.**

Material y Equipo:

- Bureta de 50.0 mL
- Erlenmeyer de 250 mL.
- Hot plate.
- Perlas de Vidrio.
- Pinza para bureta.
- Pipeta de Mohr de 5mL
- Pipetas volumétricas de 10.0 mL.
- Probetas de 10 y 100 mL
- Soporte.

Reactivos:

- Ácido Nítrico Concentrado.
- Solución Indicadora de Sulfato Férrico Amónico 5%. ( ver anexo 8)
- Solución de Nitrato de Plata 0.1 N.
- Solución de Tiocianato de Potasio 0.1N.

**Procedimiento:**

1. Medir con una pipeta de 10.0 mL. de leche y transferirla a un erlenmeyer de 250 mL.
2. Adicionar 10.0 mL de Nitrato de Plata 0.1N.
3. Agregar 10.0 mL de Ácido Nítrico Concentrado y perlas de vidrio, hervir suavemente durante pocos minutos.
4. El líquido debe ser amarillo tenue.
5. Enfriar la solución, adicionar 60 mL de agua y 1mL. de indicador de Sulfato Férrico - Amónlco.
6. Titular el exceso de Nitrato de Plata con solución de Tiocianato de Potasio 0.1N.
7. Realizar una prueba en blanco, repitiendo el procedimiento con 10.0 mL de agua en vez de la leche.

**Cálculos:**

$$\% \text{Cl}^- = \frac{\left[ (V_{\text{mL AgNO}_3} \times N_{\text{Real AgNO}_3}) - (V_{\text{mL KSCN}} \times N_{\text{Real KSCN}}) \right] \times \text{meq}_{\text{Cl}^-} \times 100}{\text{Peso de la muestra o Vol. de la muestra.}}$$

$V_{\text{AgNO}_3}$ : mililitros gastados de Nitrato de Plata.

$N_{\text{Real AgNO}_3}$ : normalidad del Nitrato de Plata.

$V_{\text{KSCN}}$ : mililitros gastados de Tiocianato de Potasio

$N_{\text{Real KSCN}}$ : normalidad de Tiocianato de Potasio.

$\text{meq Cl}^-$  : g/mL.

### 3.4 METODO DE MOHR.

#### Fundamento:

Es un método directo de valoración y se emplea un precipitado secundario como indicador. Para este método las soluciones de cloruros y bromuros deben ser incoloras y el medio debe ser neutro o ligeramente alcalino.

Consiste en titular el cloruro con una solución estándar de Nitrato de Plata y se agrega como indicador una sal soluble de cromato. Cuando la precipitación del cloruro termina, el primer exceso de Plata (I) reacciona con el cromato para formar un precipitado rojo de Cromato de Plata y se dan las siguientes

Reacciones:



Este método es empleado para reconocer cloruros, pero no es confiable para Yoduros y Tiocianatos.

El titulante añadido cerca del punto de equivalencia provoca excesos locales de Plata (I), por lo que se ve por momentos un color rojo, pero el punto final correcto es cuando se oscurece por primera vez en forma permanente el color amarillo del cromato. El punto final no es tan pronunciado como se desearía.

Es necesario añadir un ligero exceso de Nitrato de Plata para que forme suficiente Cromato de Plata y sobresalga sobre el precipitado blanco y la

solución amarilla de cromato, por lo que es necesario realizar un blanco de y restarlo al volumen de Nitrato de Plata empleado para titular la muestra. (2) (7)

### **3.4.1 Indicadores.**

El punto final del Método de Mohr se detecta con la solución de Cromato de Potasio por la formación de un precipitado rojo o anaranjado de Cromato de Plata.

La concentración del indicador de Cromato de Potasio es importante, cuando la concentración es grande, el color amarillo del Cromato de Potasio hace difícil observar el precipitado coloreado. Normalmente se utiliza a una concentración de 0.005 – 0.01 M. El error de emplear esta concentración pequeña, se corrige pasando un blanco y estandarizando el Nitrato de Plata con una sal pura de Cloruro de Sodio en condiciones idénticas al análisis.

El punto final se alcanza antes del punto de equivalencia y si la concentración es baja el punto final se alcanza después.

### **3.4.2.0 Estandarización de Nitrato de Plata 0.01 N vrs. Cloruro de Sodio 0.01N.**

Material y Equipo:

- Balanza Analítica.
- Balón Volumétrico de 100.0 mL.
- Bureta de 50.0 mL.
- Desecador.
- Erlenmeyers de 250 mL.
- Espátula.
- Estufa con Termostato.
- Frasco Lavador.
- Pinza para bureta.
- Pipeta Volumétrica de 10.0 mL.
- Probeta de 25 mL.
- Soporte.

Reactivos:

- Agua bidestilada.
- Cloruro de Sodio Sólido.
- Nitrato de Plata Sólido.

- Solución indicadora de Cromato de Potasio 5% (ver anexo 8)

#### **3.4.2.1 Preparación de Cloruro de Sodio 0.01 N.**

1. Secar en una estufa NaCl a una temperatura de 100 -105°C por una hora
2. Enfriar en un desecador y pesar en una balanza analítica 0.05846 g y disolver en agua destilada luego aforar en un frasco volumétrico de un litro.

#### **3.4.2.2 Preparación del Nitrato de Plata 0.01N.**

1. Pesar 0.1698 g en balanza analítica.
2. Transferir en balón volumétrico de 100.0 mL.
3. Disolver con agua bidestilada.
4. Homogenizar y aforar la solución.

#### **Valoración del Nitrato de Plata 0.01N vrs Cloruro de Sodio 0.01N**

1. Tomar con una pipeta volumétrica 10.0 mL Cloruro de Sodio 0.01N y colocar en un erlenmeyer de 250 mL.
2. Colocar el Nitrato de Plata 0.01N en la bureta.
3. Adicionar al erlenmeyer 10 mL de Cromato de Potasio al 5%
4. Titular el Cloruro de Sodio con el Nitrato de Plata, hasta que cambie el color de amarillo intenso a un color amarillo parduzco.
5. Leer los mililitros gastados.
6. Realizar dos valoraciones más.

En estas valoraciones se recomienda realizar un blanco, de esta manera se disminuye el porcentaje de error.

Blanco: es el que lleva todos los reactivos excepto la muestra.

#### Ensayo en Blanco:

1. Medir con pipeta volumétrica 10.0 mL de agua destilada y colocarla en un erlenmeyer de 250 mL.
2. Agregar 2 mL de solución de Cromato de Potasio y una cantidad necesaria de Carbonato de Calcio para que la turbidez del líquido sea idéntica al problema. (El Carbonato de Calcio facilita la igualdad de color.)
3. Valorar la solución de ensayo del blanco y anotar los mL gastados en la titulación.

#### **3.4.2.3 Causas de error:**

- La titulación de cloruros por este método se debe de realizar a temperatura ambiente, con el fin de evitar que aumente la solubilidad del Cromato de Plata
- La titulación no debe efectuarse a un pH inferior de 6.5 porque el ión cromato ( $\text{CrO}_4^{-2}$ ) se transforma en ión Dicromato ( $\text{Cr}_2\text{O}_7^{-2}$ ) ni a pH superior a 10, pues en soluciones alcalinas precipita a Oxido Hidratado de Plata (color café)
- Se deba evitar la presencia de aniones como:  $\text{I}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{SCN}^-$ , así como la presencia de cationes como el  $\text{Ba}^{+2}$  que forman Cromatos insolubles y finalmente la presencia de sustancias reductoras que impiden transformar el ión Dicromato (VI) a Cromato (III).

**Cálculos:**

$$N_{\text{AgNO}_3} = \frac{\text{Gramos}_{\text{NaCl en alícuota}}}{(V_{\text{mL AgNO}_3} - V_{\text{mL AgNO}_3 \text{ blanco}}) \times \text{meq}_{\text{NaCl}}}$$

En 100.0 mL \_\_\_\_\_ 0.5846 g de Cloruro de Sodio.

En 10.0 mL \_\_\_\_\_ X g de Cloruro de Sodio.

X = 0.05846 g de Cloruro de Sodio en alícuota de 10.0 mL.

Nota: para la determinación de cloruros el medio debe ser neutro o ligeramente ácido, si se sospecha que la muestra está ácida, se realiza la siguiente prueba:

Adicionar Bicarbonato de Sodio grado reactivo, para neutralizar el ácido y si la muestra produce efervescencia, se agrega más bicarbonato hasta que cese el desprendimiento de  $\text{CO}_2$ , se dice que la solución está neutra.

## **Aplicación Método de Mohr.**

### **3.4.3 Determinación de Cloruros en Bebidas.**

Material y Equipo:

- Bureta de 50.0 mL.
- Embudo.
- Erlenmeyer de 125 mL.
- Pinza para Bureta.
- Pipeta Volumétrica de 25.0 mL.
- Probeta de 10 mL.
- Soporte de Bureta.

Reactivos:

- Carbón Activado sólido.
- Muestra Bebida de Refresco
- Solución Indicadora de Cromato de Potasio 5%
- Solución de Nitrato de Plata 0.1 N

#### **Procedimiento:**

1. Filtrar 50.0 mL de bebida de refresco para el análisis a través de Carbón Activado, para poder eliminar el color de la muestra, si es que la tiene.
2. Tomar una alícuota de 25.0 mL. de la muestra filtrada en un Erlenmeyer de 125 mL.
3. Agregar 1.0 mL. de solución indicadora de Dicromato de Potasio 5%.

4. Titular con Nitrato de Plata 0.1N hasta la precipitación de cloruros.
5. Leer los mL gastados.
6. Realizar dos valoraciones más.

**Cálculos:**

$$\%Cl^- = \frac{V_{\text{mL AgNO}_3} \times N_{\text{Real AgNO}_3} \times \text{meq}_{Cl^-} \times 100}{V_{\text{mL muestra}}}$$

De donde:

V = mL de AgNO<sub>3</sub> en la valoración.

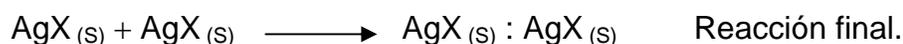
100 = se multiplica para determinar porcentaje.

### 3.5 MÉTODO FAJANS.

Este método es uno de los mejores para la determinación volumétrica de halógenos, es un método directo. El precipitado de Plata es de naturaleza coloidal y absorbe los iones Cloruros u otro Haluro, dependiendo de las condiciones en que se está trabajando. (18)

Su empleo se basa en el punto de equivalencia, el indicador es adsorbido por el Haluro de Plata, provocando un cambio de color en la superficie del precipitado del Halogenuro de Plata y no en la solución (18).

Las reacciones que se dan en esta valoración son las siguientes:



De donde X = halógeno.

Los indicadores que son utilizados son la fluoresceína y sus derivados, son tintas orgánicas que ionizan ligeramente produciendo iones Hidrógeno y aniones coloreados.

#### 3.5.1 Consideraciones de los Indicadores:

La fluoresceína y sus derivados son ácidos débiles de fuerzas diferentes, esta acción está influenciada por la concentración de ión Hidrógeno en la solución.

En la valoración de Cloruro con Fluoresceína como indicador; el pH debe estar comprendido entre 7 – 10.

La Diclorofluoresceína es un ácido más fuerte que la Fluoresceína, por ello puede utilizarse en disoluciones débilmente ácidas.

La Tetrabromofluoresceína (eosina) es un ácido más fuerte, puede utilizarse en soluciones de hasta  $\text{pH} = 2$ . Pero se adsorbe sobre el Cloruro de Plata con tanta fuerza que presenta demasiado pronto el punto final, cuando se valora Cloruro y demasiado tarde cuando se valora ión Plata.

La Eosina es adecuada para la valoración de Bromuros, Yoduros y Tiocianato con el ión Plata.

En presencia de Fluoresceína el Cloruro de Plata tiene un color amarillo rojizo, en un exceso de ión Plata. Al usar estos indicadores el punto final llega cuando el precipitado blanco en la solución amarilla verdosa cambia de color formando un pronunciado tinte rosado.

Al emplear fluoresceína, la solución debe ser neutra o ligeramente ácida por la adición de Ácido Acético. (18)

### 3.5.2 Estandarización de Nitrato de Plata 0.1N vrs Cloruro de Sodio 0.1N

#### Método de Fajans. (6) (18)

##### Material y Equipo:

- Balanza Analítica.
- Balón volumétrico de 100.0 mL.
- Bureta de 50.0 mL.
- Desecador.
- Espátula.
- Estufa con termostato.
- Pinza para bureta.
- Pipeta volumétrica de 10.0 mL
- Soporte.
- Vidrio de reloj.

##### Reactivos:

- Agua Bidestilada.
- Cloruro de Sodio Sólido.
- Dextrina Sólido.
- Solución de Nitrato de Plata 0.1N (ver pagina 66)

- Solución Indicadora de Diclorofluoresceína 0.1% (ver anexo 8)

### **3.5.2.1 Preparación del Cloruro de Sodio 0.1N.**

1. Secar en una estufa NaCl a una temperatura de 100-105°C por una hora
2. Enfriar en un desecador y pesar en una balanza analítica 0.5846 g y disolver en agua destilada luego aforar en un frasco volumétrico de 100.0 mL.

### **3.5.2.2 Preparación del Nitrato de Plata 0.1 N.**

Ver página 66.

### **Valoración del Nitrato de Plata 0.1 N con Cloruro de Sodio 0.1N.**

#### **Procedimiento:**

1. Medir 10 mL de la solución de Cloruro de Sodio 0.1 N con pipeta volumétrica.
2. Transferirla a un Erlenmeyer de 250 mL. y diluir aproximadamente a 100 mL. con agua bidestilada.
3. Verificar con papel pH(6-10)
4. Agregar al erlenmeyer 0.1 g de Dextrina y 10 gotas de solución indicadora de Diclorofluoroceína al 0.1 %. (6)
5. Titular con Nitrato de Plata 0.1N y agitar en forma continua hasta aparición de color rosa pálido. (8)
6. Leer los mililitros gastados.

Nota: la bureta debe estar previamente forrada con papel carbón.

**Cálculos:**

$$N_{\text{AgNO}_3} = \frac{\text{Gramos}_{\text{NaCl en alícuota}}}{V_{\text{mL AgNO}_3} \times \text{meq}_{\text{Cl}^-}}$$

meq = g/ mL

En 100.0 mL \_\_\_\_\_ 0.5845 g de NaCl.

En 10.0 mL \_\_\_\_\_ X g de NaCl.

X = 0.05846 g de Cloruro de Sodio en alícuota de 10.0 mL.

CAPITULO IV  
MÉTODO COMPLEJOMETRICO

## 4.0 METODO COMPLEJOMETRICO.

### 4.1 Teoría Ácido – Base según Lewis.

En este tipo de valoraciones se involucra las definiciones de ácido y base según la teoría de Lewis.

**Ácido:** es capaz de aceptar pares de electrones.

**Base:** es capaz de donar pares de electrones.

Basándose en las definiciones anteriores se puede decir que los iones metálicos, o elementos que están ubicados en el centro de la tabla periódica se comportan como ácido de Lewis; ya que pueden aceptar pares de electrones cedidos por los ligandos o ligantes, los cuales en consecuencia se comportan como base de Lewis.

**4.2 Ligando:** es la sustancia que forma el complejo con el ión metálico y este ión metálico puede combinarse con uno o más ligandos.

El ligando aporta un par de electrones para formar el enlace es decir es el donador, y el ión metálico es el aceptor, formando enlace covalente coordinado.

#### Fundamento:

Se puede definir como valoraciones complejométricas, aquellas que el reactivo titulante es un agente complejante (llamado también agente quelante) el cuál forma un complejo metálico soluble en agua, con la sustancia analizada.

El agente complejante más comúnmente empleado es el Ácido Etilendiaminotetracético (EDTA); para detectar el punto final de la titulación, se

usa un indicador metalocrómico, el cuál forma un complejo de color fuerte con el ión metálico. Esta titulación se ve afectada por el pH.

La formación de muchos iones complejos se caracteriza por la lenta velocidad de reacción y estos se clasifican en:

- Complejo Lábil. (Rápido)
- Complejo No Lábil o Inerte. (Lento)

**4.3 Complejo Lábil:** son los que reaccionan rápidamente para formar el complejo, ejemplo:  $\text{Co}^{+2}$ ,  $\text{Cu}^{+2}$ ,  $\text{Pb}^{+2}$ ,  $\text{Bi}^{+3}$ ,  $\text{Ag}^{+1}$ ,  $\text{Cd}^{+2}$ ,  $\text{Ni}^{+2}$ ,  $\text{Zn}^{+2}$ ,  $\text{Hg}^{+2}$ ,  $\text{Al}^{+3}$ ,  $\text{Fe}^{+2}$ ,  $\text{Fe}^{+3}$ .

**4.4 Complejo No Lábil o Inerte:** son los que reaccionan o no en forma lenta para formar el complejo, ejemplo:  $\text{Cr}^{+3}$ ,  $\text{Co}^{+3}$ ,  $\text{Pt}^{+4}$

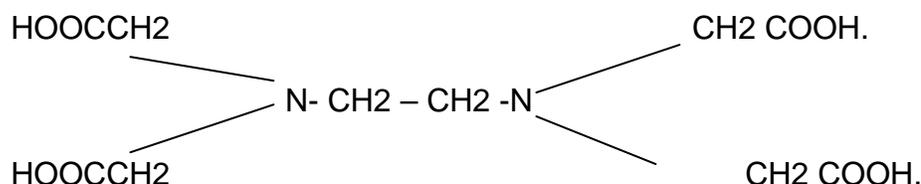
**4.5 Monodentados:** son ligandos que tienen un solo par de electrones ejemplo: Amoníaco ( $\text{NH}_3$ ), iones Haluros (F, Cl, Br, I), ión Hidróxido ( $\text{OH}^-$ ), compuestos orgánicos que contienen el grupo Carboxílico, ( $\text{COOH}^-$ ) o grupo Carbonilo ( $-\text{CO}-$ ) y algunos compuestos que contienen Azufre y Fósforo.

**4.6 Bidentados:** son los ligandos que tienen dos pares de electrones ejemplo: etilendiamina que reacciona con  $\text{Zn}^{+2}$ ,  $\text{Ni}^{+2}$

**4.7 Polidentados,** los cuales tienen hasta 6 pares de electrones sin compartir, ejemplo: la sal del Ácido Etilendiaminotetracético (EDTA).

La estructura del EDTA se basa en la capacidad de actuar como ligando a través de los átomos de Nitrógeno, Oxígeno, Carboxílicos de los grupos

acetatos. Los grupos formadores de quelatos están ubicados en la molécula de modo que los centros de coordinación son fácilmente accesibles y asegura la formación del anillo.



EDTA: H<sub>4</sub> Y.

EDTA: (HOOC-CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub> N- CH<sub>2</sub> -CH<sub>2</sub> - N (CH<sub>2</sub>- COOH )<sub>2</sub>.

El EDTA forma con los metales e independientemente de su estado de oxidación complejos de tipo 1:1 soluble en agua. Estos complejos serán incoloros si el acuocomplejo del metal es incoloro y serán a su vez fuertemente coloreados para aquellos metales que dan acuocomplejos de color, ejemplo de quelatos cuyos complejos con agua son incoloros como: Ca<sup>+2</sup>, Zn<sup>+2</sup>. En el caso de metales que al complejarse con el EDTA intensifican el color, podemos mencionar: Ni<sup>+2</sup> es azul, Co<sup>+2</sup> rosado, los quelatos del Cr<sup>+3</sup>, Co<sup>+3</sup> son de color rojo violáceo intenso. Al analizar la estructura del EDTA se puede observar que su poder complejante se verá disminuido por la presencia de iones Hidrógeno, de esta manera el pH de la solución juega un papel preponderante en la formación del complejo y las modificaciones del pH pueden hacer la reacción selectiva para diferentes muestras. Las reacciones de complejación con EDTA,

son más completas a pH elevado y la mayor parte de las titulaciones se hacen en medio alcalino, pero un gran número de cationes como:  $\text{Cd}^{+2}$ ,  $\text{Cu}^{+2}$ ,  $\text{Ni}^{+2}$  forman óxidos o hidróxidos muy poco solubles a pH 7 a 8.

Para evitar su precipitación se adiciona un agente complejante auxiliar (solución buffer) que evita dicha precipitación.

Se utiliza la solución buffer por que regula el pH durante la valoración, y mantiene al ión metálico en solución bajo la forma de un complejo.

Los complejos de metales divalentes son estables en solución amoniacal y se descomponen en medio ácido; mientras que los metales trivalentes son estables en este medio. La mayor parte de los iones reaccionan instantáneamente con el EDTA, excepto  $\text{Cr}^{+3}$ ,  $\text{Co}^{+3}$ , cuyas soluciones deben ebulir para producir complejos que termodinámicamente sean estables, el Fe (III) solo reacciona rápidamente a bajo pH.

El punto final de la titulación se alcanza por la adición de una sustancia indicadora que da el color con el metal a ser titulado. Es fundamental que el indicador no forme complejos más fuertes con el metal; que los que forma con el EDTA.

Aunque el EDTA no es un reactivo selectivo es posible a través de la adición de sustancias enmascarantes llevar acabo la titulación de un metal seleccionado en presencia de otros que normalmente interfiere, ejemplo: de sustancias enmascarantes: Cianuro, Sulfuro, Yoduro, Fluoruro, Ácido Ascórbico, Trietanolamina, etc.

#### **4.8 Indicadores Metalocrómicos.**

Los indicadores metalocrómicos son sustancias orgánicas que forman con iones metálicos, complejos de color diferente al del indicador no acomplexado.

El viraje de uno a otro color se produce dentro de una zona determinada de pH.

Uno de los indicadores metálicos más usados es el Negro de Eriocromo T a un pH entre 7.5 y 10.5 el indicador producirá el color azul, si no está acomplexado, el indicador forma quelatos rojos en proporción de 1 a 1, para ionizarse deben reaccionar los dos nitrógenos y los dos oxidrilos.

Las reacciones son muy sensibles y en estos casos es posible agregar un agente complejante que evite alguna reacción indeseable como ejemplo: el caso de la sal de Tartrato que forman complejo con  $\text{Fe}^{+3}$  y lo mantiene en solución mientras se hace precipitar al  $\text{Ni}^{+2}$  con Dimetilglioxina.

El Negro de Eriocromo T (NET) se usa en solución al 1.5 % en Etanol o en una mezcla 15:5 de Formamida: Etanol. La solución es inestable, por lo que a veces se prefiere mezclar en un mortero al indicador en polvo con Cloruro de Sodio sólido adicionando con una espátula una pizca del polvo antes de titular.

#### **4.9 Estandarización de la Solución Estándar de EDTA 0.01 M vrs.**

##### **Carbonato de Calcio 0.01M**

Material y Equipo:

- Agitador de vidrio
- Balanza analítica.
- Balón Volumétrico de 1000.0 mL
- Beaker de 250 mL
- Bureta de 50.0 mL
- Desecador.
- Embudo de vidrio de tallo largo
- Erlenmeyer de 250 mL
- Espátula.
- Estufa con termostato.
- Frasco lavador
- Papel filtro Whatman N°42
- Papel pH.
- Pinza para bureta
- Pipeta volumétrica de 10.0 mL.
- Probeta de 25 mL
- Soporte.
- Vidrio de reloj

Reactivos:

- Agua libre de CO<sub>2</sub>.
- Carbonato de Calcio Sólido.
- Cloruro de Magnesio Sólido.
- Negro de Eriocromo T (NET) sólido.
- Sal Sódica del Ácido Etilendiamino Tetracético (EDTA) sólido.
- Solución buffer Cloruro de Amonio – Hidróxido de Amonio (ver anexo 8)

#### **4.9.1 Preparación del Carbonato de Calcio 0.01M.** (8)

0. Secar en una estufa el Carbonato de Calcio a una temperatura de 100-105 ° C por una hora.
1. Enfriar es desecador y pesar en una balanza analítica 0.100 g de Carbonato de Calcio.
2. Transferir el Carbonato de Calcio a un balón volumétrico de 100.0 mL y agregar 20 mL de agua destilada para disolver.
3. Agregar 10 mL de Ácido Clorhídrico 2 N hasta completa disolución.
1. Homogenizar y aforar con agua libre de CO<sub>2</sub>.

#### **4.9.2 Preparación del EDTA 0.01 M.** (6)

**Procedimiento:**

2. Secar en una estufa el EDTA a 80°C durante 2 horas.
3. Colocar el EDTA en un desecador durante 30 minutos antes de la preparación del estándar de EDTA.

1. Pesar 3.7224g de EDTA, disolverlo en un beaker de 250 mL con agua libre de  $\text{CO}_2$ .
2. Adicionar 0.02g de Cloruro de Magnesio Hexahidratado ( $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )
3. Agitar circularmente y llevar a volumen con agua libre de  $\text{CO}_2$ .
4. Filtrar la solución en un embudo de vidrio tallo largo y recibir en un matraz volumétrico de 1000.0 mL, lavar el beaker para arrastrar restos de la solución de EDTA.
5. Guardar la solución de EDTA en un recipiente de polietileno (por que en los frascos de vidrios, la solución de EDTA reacciona gradualmente con los iones del vidrio, por lo que cambia su concentración.)

**Valoración del EDTA 0.01M con el Carbonato de Calcio 0.01 M.** <sup>(6)</sup>

1. Medir con pipeta volumétrica 10.0 mL de solución de Carbonato de Calcio 0.01M
2. Transferirlo a un Erlenmeyer y diluir con agua a un volumen aproximado de 25 mL. con probeta
3. Adicionar gotas de solución buffer Cloruro de Amonio – Hidróxido de Amonio hasta que la solución tenga un  $\text{pH} = 10$  (agitar en forma circular y suave cuando se agrega el buffer)
4. Agregar una pequeña cantidad de indicador Negro de Eriocromo T (NET)
5. Ambientar la bureta con EDTA, y llenarla.
6. Titular la solución estándar con solución de EDTA 0.01M, hasta que aparezca un color azul.

7. Leer los mL. gastados.
8. Realizar dos valoraciones más.

Consideración: El quelato  $\text{Ca}^{+2} - \text{EDTA}$  es uno de los menos estables, por lo que la elevada concentración del buffer nos asegura que no habrá variaciones de pH durante la titulación.

Se agita suavemente para que no se evapore el amoniac de la solución buffer.

**Cálculos:**

$$M_{\text{EDTA}} = \frac{\text{Gramos}_{\text{Ca}^{+2} \text{ en alícuota}}}{V_{\text{mL EDTA}} \times \text{mmol}_{\text{Ca}^{+2}}}$$

mmol: g/ mL

**Nota:** Cálculos de gramos de  $\text{Ca}^{+2}$  en muestra:

En 100.0 mL \_\_\_\_\_ 0.04 gramos de  $\text{Ca}^{+2}$

En 10.0 mL \_\_\_\_\_ X gramos de  $\text{Ca}^{+2}$

X = 0.004 g de  $\text{Ca}^{+2}$  en alícuota de 10.0 mL.

## **Aplicación Método Complejométrico**

### **4.10 Determinación de Calcio y Magnesio en Muestra de Agua. (2)(6)**

#### Material y Equipo:

- Bureta de 50.0 mL
- Erlenmeyers de 250 mL
- Papel pH.
- Pinza para bureta
- Pipetas volumétricas de 10.0 mL
- Probeta de 25 mL
- Soporte.

#### Reactivos:

- Agua libre de CO<sub>2</sub> (ver anexo 8)
- Buffer Cloruro de Amonio-Hidróxido de Amonio. ( ver anexo 8)
- Muestra Agua
- Negro de Eriocromo T. (NET) Sólido.
- Solución de EDTA 0.01 M.

#### **Procedimiento:**

9. Medir con una pipeta volumétrica 10.0 mL de la muestra y transferir a un Erlenmeyer de 250 mL diluir con agua libre de CO<sub>2</sub> a un volumen aproximado de 25 mL
4. Agregar gotas de solución buffer Cloruro de Amonio - Hidróxido de Amonio hasta llegar a un pH =10 (comprobar con papel pH), agitar la solución.

5. Agregar una pequeña cantidad de indicador Negro de Eriocromo T sólido.
6. Llenar la bureta con solución de EDTA, agitar circularmente y suave hasta que aparezca un color azul en toda la solución (no debe permanecer el color rojo vino)
7. Leer los mL gastados.
8. Realizar 2 valoraciones más.

**Cálculos:**

$$\text{ppm}_{\text{Ca}^{+2}} = \frac{V_{\text{mLEDTA}} \times M_{\text{EDTA}} \times \text{mmol}_{\text{Ca}^{+2}} \times 10^3}{\text{mL de alícuota}}$$

ppm = ug/mL.

ug : microgramos.

mmol = g/mL

Se multiplica por  $10^3$  para pasar las unidades a mg a ug del Calcio.

En 100.0 mL \_\_\_\_\_ 0.04 g de Ca.

En 10.0 mL \_\_\_\_\_ X gramos de Ca.

X = 0.004 g de Ca en alícuota de 10.0 mL.

Consideraciones:

- El pH óptimo en la valoración de Calcio y Magnesio, debe de ser un pH =10 en soluciones más alcalinas puede precipitar el Hidróxido de Magnesio, mientras que en un medio más ácido el complejo formado por  $\text{Mg}^{+2}$  con el indicador, no es suficientemente estable por lo que no aparece el color azul.

- El pH se puede mantener al añadir suficiente cantidad de solución buffer con este pH, el cambio del color del indicador en la valoración es de color vino – azul.
- El ión Magnesio debe existir siempre para el cambio de color durante la valoración, por lo que la solución EDTA se agrega Magnesio en pequeña cantidad cuando se prepara.

El EDTA reacciona primero en la valoración con los iones Calcio libres, luego con los iones Magnesio libres y por ultimo con el  $Mg^{+2}$  presentes en la solución con el indicador.

En estas valoraciones se utiliza como indicador Negro de Eriocromo T, que es un ácido tribásico que forma complejos solubles coloreados, tanto con los iones calcio, como los iones Magnesio.

### **Aplicaciones.** (23)

Las aguas que contienen concentraciones elevadas de estos cationes se llaman desde la antigüedad Aguas Duras, debido a las altas concentraciones de Calcio y Magnesio.

La dureza se expresa en términos de concentración de Calcio, generalmente como Carbonato de Calcio. La dureza del agua a nivel Industrial es importante, por que el agua dura cuando se calienta en calderas produce precipitación de Carbonato de Calcio que obstruye las cañerías y recipientes.

CAPITULO V  
MÉTODO DE OXIDO - REDUCCION

## 5.0 METODO OXIDO – REDUCCION. (REDOX)

Se define el término de oxido- reducción como: la reacción en la que hay un intercambio de electrones entre un oxidante y un reductor.

Para comprender el fundamento de REDOX es importante conocer los siguientes conceptos:

**5.1 Oxidación:** Es el proceso en el que se da una pérdida de electrones, por lo que el número de oxidación del elemento aumenta. <sup>(1)</sup>

**5.2 Agente Reductor:** Es la sustancia que pierde uno o más electrones; es decir es la sustancia que se oxida. <sup>(2)</sup>

**5.3 Reducción:** Es el proceso en el que se da una ganancia de electrones, por lo cuál el número de oxidación del elemento disminuye. <sup>(1)</sup>

**5.4 Agente Oxidante:** Es la sustancia que gana uno o más electrones, es decir la sustancia que se reduce. <sup>(2)</sup>

Gran parte de los elementos pueden presentarse más de un estado de oxidación por ello son muchas las sustancias que pueden determinarse por valoraciones Redox. Es importante que el analito presente un solo estado de oxidación.

### Fundamento:

El intercambio de electrones se efectúa entre dos pares oxido-reductor, donde uno se oxida mientras el otro se reduce. No se concibe una oxidación sin una reducción simultánea y viceversa. Los dos pares Redox son los siguientes:

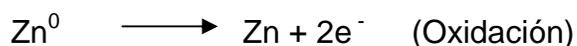
- Primer par: Ox<sub>1</sub> / Red<sub>1</sub>

- Segundo par: Ox<sub>2</sub> / Red<sub>2</sub>

El balance de la reacción Redox es la siguiente:



Como ejemplo se tiene:



Cuando los electrones están al lado derecho de la reacción es una **Oxidación**;  
en cambio si el electrón se encuentra al lado izquierdo es una **Reducción** (11)

Los cálculos que se emplean para determinar la normalidad se basa en el Peso Equivalente y se expresa de la siguiente manera:

$$\text{Peso Equivalente} = \frac{\text{Peso Molecular}}{\text{Número de electrones que intervienen en la reacción}}$$

Existen diferentes tipos de Agentes Oxidantes y Agentes Reductores dentro de los cuales se pueden mencionar los siguientes: (2) (7)

<b>Agentes Oxidantes</b>	<b>Agentes Reductores</b>
Peróxido de Hidrogeno	Dióxido de Azufre
Peróxido de Sodio	Ácido Sulfhídrico
Bismutato de Sodio	Cloruro de Estaño
Permanganato de Potasio	Metales(Ag,Hg,Zn,Cd,Al,Ni)
Dicromato de Potasio	Hierro (Fe <sup>+2</sup> )
Yodo	Cromo,Cr <sup>+2</sup>
Ácido Peryódico	Titanio,Ti <sup>+3</sup>
Bromato de Potasio	Cobre
Cerio IV	

Los estándares primarios utilizados en las valoraciones de Redox son los siguientes: Ácido Oxálico, Oxalato de Sodio, Dicromato de Potasio, Cobre Metálico, Trióxido de Arsénico. Los estándares secundarios utilizados son: Permanganato de Potasio, Yodo.

Algunos reactivos como el Ácido Nítrico, Ácido Clorhídrico, Cloro y Peróxido de Hidrógeno no se utilizan como valorante debido a que sus disoluciones no son suficientemente estables o porque no reacciona estequiométricamente.

### 5.5 Indicadores Redox. (6) (8)

Los indicadores Redox son sustancias orgánicas que presentan la propiedad de oxidarse o de reducirse modificando su color. Estos indicadores son sistemas Redox típicos que pueden representarse por la semi-ecuación:



Existen compuestos orgánicos fuertemente coloreados que sufren oxidación o reducción reversible.

En la mayoría de indicadores Redox estos dependen del pH donde interviene la concentración de iones  $\text{H}^{+}$  y afecta el color del indicador.

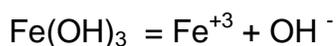
Cuando se varía el pH en un sistema se puede provocar la precipitación de algunos de los iones compuestos del sistema debido a la alteración de los componentes del sistema. En estos casos la influencia del pH solo es válida para aquellos valores de pH en los que se puede producir una precipitación. Si se tiene por ejemplo en la precipitación del sistema  $\text{Fe}^{+3} / \text{Fe}^{+2}$  este potencial

depende del pH debido a que si el pH es menor que 2.5 se aplica la siguiente ecuación: (7)

$$E = E^{\circ} - 0.0591 \log \frac{Fe^{+2}}{Fe^{+3}}$$



Pero si el Hierro precipita como  $Fe(OH)_3$  en donde el pH es mayor que 2.5 donde se obtiene:



$$Kps = [Fe^{+3}] [OH^{-}]^3$$

$$[Fe^{+3}] = \frac{Kps}{[OH^{-}]^3}$$

Si este valor se aplica a la ecuación de Redox:

$$E = E^{\circ} - 0.0591 \log \frac{[Fe^{+2}]}{Kps \frac{[OH^{-}]^3}{[OH^{-}]^3}} \quad \text{de donde:}$$

$$E = E^{\circ} - \log \frac{[Fe^{+2}] [OH^{-}]^3}{Kps} \quad ; \text{ pero sí}$$

$$[OH^{-}] = \frac{Kw}{[H^{+}]}$$

$$E = E^{\circ} - 0.0591 \log [Fe^{+2}] \frac{Kw^3}{[H^{+}]^3}$$

$$E = E^0 - 0.0591 \log \frac{[\text{Fe}^{+2}] \text{Kw}^3}{\text{Kps} [\text{H}^+]^3}$$

Cuando la concentración de iones Hidrógeno es mayor el pH es menor, en cambio a mayor concentración de iones Oxidrilos el pH es alcalino.

Las cualidades de un indicador Redox son las siguientes:

- El cambio de color debe ser instantáneo- reversible.
- Sensible, para que se utilice una pequeña cantidad de indicador, para llegar al punto final.

Existen diferentes tipos de indicadores que se pueden utilizar en las titulaciones Redox, dentro de ellos están:

- Autoindicadora: lo cuál puede actuar como su propio indicador ejemplo: Permanganato de Potasio y Cerio (IV).
- Indicador Específico ejemplo: el almidón.
- Indicador Externo, ejemplo: el Ión Ferrocianuro.

De todos los indicadores Redox, la Ferroína es la que más se acerca al indicador ideal, ya que reacciona rápida y reversiblemente, su cambio de color es muy marcado y sus soluciones son estables y se preparan fácilmente. Su forma oxidada es bastante inerte a los agentes oxidantes fuertes lo que no sucede con la mayoría de indicadores.

Los indicadores metálicos, estos se comportan de manera reversible y pueden oxidarse o reducirse repetidamente si es necesario.

Algunas determinaciones se verifican de forma indirecta mediante una secuencia de reacciones Redox, como ejemplo la valoración de Cobre (II) con Tiosulfato de Sodio. El Cobre se determina haciéndolo reaccionar con un exceso de Yoduro, con lo que se libera el Yodo, que posteriormente se valora con una Solución Patrón de Tiosulfato de Sodio.



### 5.6 Permanganometría. (7)

Cuando se utiliza el Permanganato de Potasio el medio debe ser fuertemente ácido, en los cuales el productos de reducción es el ión Manganeseo ( $Mn^{++}$ ) y este a la vez actúa como autoindicador.

El Manganeseo puede existir en varios estados de oxidación estables; sin embargo en la mayoría de las valoraciones de oxido - reducción; Los estados de oxidación importantes de este elemento son Manganeseo (VII), Manganeseo (IV) y Manganeseo (II). Pero el estado de oxidación que interesa es el Manganeseo (VII) y las reacciones que intervienen son:



La elección del ácido en la determinación de Permanganometría es muy importante, ya que no se puede utilizar cualquier ácido, en el caso del Ácido Sulfúrico y Ácido Fosfórico son los más utilizados, porque no reaccionan con el Permanganato de Potasio en medio diluido; en cambio el Ácido Clorhídrico solo se usa para ciertos casos:

- En solución muy diluida.
- Sin aumento de Temperatura.
- Si la titulación se efectúa lentamente.
- Para mantener el número de oxidación deseado.

El Ácido Nítrico no se recomienda en este tipo de valoraciones, debido a que presenta productos nitrosos que reducen al Permanganato. (2)

El Permanganato de Potasio escasamente se encuentra en un alto grado de pureza, para poderlo usar directamente como estándar primario.

El cuidado que se debe de tener cuando se prepara la solución de Permanganato es de no filtrarla con papel filtro, ya que este es causa de descomposición de dicha solución; por lo que se recomienda usar un embudo Gooch filtrante de vidrio poroso. (6)

Entre las soluciones reductoras estándar tenemos:

- Oxido Arsenioso ( $\text{As}_2\text{O}_3$ )
- Oxalato de Sodio ( $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ )
- Alambre de Hierro puro.

#### **5.6.1 Oxido Arsenioso.**(7)

Cuando se utiliza el Oxido Arsenioso para estandarizar al Permanganato de Potasio se debe de utilizar un catalizador debido a que la valoración no transcurre rápidamente y esto se debe a que el Permanganato de Potasio se reduce parcialmente a Manganeso (III) y Manganeso (IV) que se estabiliza como complejos Arsenatos. El catalizador que se utiliza es Monocloruro de Yodo.

Los requisitos que debe de cumplir un catalizador Redox son los siguientes:

- La forma oxidada del catalizador ha de reaccionar rápidamente con el agente reductor.
- La forma reducida del catalizador ha de reaccionar rápidamente con el agente oxidante. (7)

### **5.6.2 Oxalato de Sodio.** (7)

Para obtener resultados analíticos exactos y estequiométricos se deben de cumplir cierta condición:

- La valoración se debe de realizar a una temperatura aproximadamente a  $60^{\circ}\text{C}$ , de modo que la velocidad de la reacción es convenientemente rápida.

Las primeras gotas de la solución de Permanganato reaccionan muy lentamente; es decir las primeras gotas no desaparecen durante varios segundos, pero las siguientes gotas del valorante reaccionan cada vez con más rapidez hasta que se vuelve instantánea. Este comportamiento se le conoce como Proceso Autocatalítico, en el cuál uno de los productos de reacción funciona como un catalizador. En este caso el Manganeso (II) actúa como catalizador. El Ácido Oxálico es oxidado a Bióxido de Carbono, y el Permanganato es reducido a ión Manganeso.

### **5.6.3 Indicadores para Permanganometría.** (7)

En estas valoraciones no se utiliza indicador, ya que el Permanganato actúa como autoindicador; excepto si la solución se encuentra muy diluida como por ejemplo: 0.001 N y en este caso el indicador que se puede utilizar es la Ferroína.

#### **5.6.4 Estandarización del Permanganato de Potasio 0.1N vrs. Oxalato de Sodio 0.1N. (8)**

Material Y Equipo:

- Balanza Analítica.
- Balón Volumétrico de 100.0 y 1000.0 mL.
- Beaker de 30 mL.
- Bureta de 50.0 mL.
- Crisol Gooch.
- Desecador.
- Erlenmeyer de 250 mL.
- Espátula.
- Estufa con termostato.
- Frasco Lavador.
- Hot plate.
- Pinza para Bureta.
- Pipeta Volumétrica de 25.0 mL.
- Probeta de 25 mL.
- Soporte.
- Termómetro.

Reactivos:

- Ácido Sulfúrico 1N (ver anexo 8)
- Agua libre de CO<sub>2</sub> (ver anexo 8)

- Oxalato de Sodio Sólido.
- Permanganato de Potasio Sólido.

#### **5.6.4.1 Preparación del Oxalato de Sodio 0.1 N. (6)**

1. Pesar 0.6800 gramos de Oxalato de Sodio en una balanza analítica (previamente secado a 105 - 110 °C por dos horas y enfriado en un desecador).
1. Transferirlo a un balón volumétrico de 100.0 mL.
2. Disolver, aforar y homogenizar.

#### **5.6.4.2 Preparación del Permanganato de Potasio 0.1 N. (2)**

##### **Procedimiento.**

2. Pesar 3.16 g de sal de Permanganato de Potasio sólido en beaker de 30 mL.
3. Disolver el Permanganato de Potasio con agua hirviendo hasta completa disolución.
4. Filtrar la solución en un Crisol Gooch de vidrio poroso.
3. Llevar a volumen en un balón volumétrico de 1000.0 mL y aforar con agua libre de CO<sub>2</sub> y homogenizar.
5. Guardar la solución en un frasco ámbar.

**Notas:**

- Conservar las soluciones en frascos bien lavados y secos, protegidos de la luz.
- El  $\text{KMnO}_4$  oxida muy fácilmente las materias orgánicas por lo que se debe evitar usar papel filtro.
- Las soluciones valorantes de  $\text{KMnO}_4$  se usan a una concentración de 0.1N.

**Valoración del Permanganato de Potasio 0.1 N con Oxalato de Sodio 0.1 N**

1. Tomar con una pipeta 25.0 mL. de la solución de estándar de Oxalato de Sodio 0.1N.
2. Transferirlo a un Erlenmeyer de 250 mL.
1. Adicionar con probeta 15 mL. de Ácido Sulfúrico 1 N y calentar la solución a  $60^\circ\text{C}$  (controlar la temperatura con un termómetro).
3. Valorar la solución estándar de Oxalato de Sodio 0.1 N, con la solución de Permanganato de Potasio 0.1N en caliente.
4. Agitar constantemente hasta la aparición de un color rosado tenue.
5. Leer los mL gastados.
6. Realizar dos valoraciones más. (9)

**Cálculos:**

$$N_{\text{KMnO}_4} = \frac{\text{Gramos}_{\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 \text{ en alicuota}}}{V_{\text{mL KMnO}_4} \times \text{meq}_{\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}}$$

$$\text{meq} = \text{g/ mL.}$$

En 100.0 mL \_\_\_\_\_ 0.6800 g de Oxalato de Sodio.

En 10.0 mL \_\_\_\_\_ X gramos de Oxalato de Sodio.

X = 0.068 g Oxalato de Sodio en alícuota de 10.0 mL.

**Nota:** En el caso de las valoraciones de soluciones de Permanganato de Potasio, que son soluciones oscuras su lectura se realiza en el borde superior del menisco en vez del inferior como se hace tradicionalmente. <sup>(9)</sup>

## **Aplicación del Permanganato de Potasio.**

### **5.6.5 Determinación de Peróxido de Hidrógeno. (6)**

Material y Equipo:

- Balanza granataria.
- Balón Volumétrico de 250.0 mL.
- Beakers de 600 y 50 mL.
- Bureta de 50.0 mL.
- Erlenmeyer de 250 mL.
- Pinza para Bureta.
- Pipeta de 25.0 mL.
- Probetas de 5 y 100 mL.
- Soporte para Bureta.

Reactivos:

- Ácido Sulfúrico 2 N (ver anexo 8)
- Agua libre de CO<sub>2</sub> (ver anexo 1)
- Solución de Permanganato de Potasio 0.1 N. (ver pagina 110)
- Muestra: Peróxido de Hidrógeno.

#### **Tratamiento de la Muestra:**

Pipetear 25.0 mL de solución de Peróxido de Hidrógeno y transferirlo a un balón volumétrico de 250.0 mL y aforar la muestra con agua libre de CO<sub>2</sub>.

**Procedimiento:**

2. Tomar con una pipeta volumétrica de 10.0 mL. de solución de Peróxido de Hidrógeno.
3. Transferirla a un Erlenmeyer de 250 mL.
4. Adicionar 15 mL. de Ácido Sulfúrico 2 N
5. Titular con la solución de Permanganato de Potasio que ha sido previamente estandarizada hasta que la solución cambie a rosado.
6. Leer los mL. gastados.
7. Realizar dos valoraciones más. (9)

**Cálculos:**

$$\% \text{ Agua Oxigenada} = \frac{V_{\text{mL KMnO}_4} \times N_{\text{Real KMnO}_4} \times \text{meq}_{\text{H}_2\text{O}_2} \times 100}{V_{\text{mL muestra}}}$$

$V_{\text{KMnO}_4}$  = Volumen del Permanganato de Potasio.

$N_{\text{Real KMnO}_4}$  = Normalidad del Permanganato de Potasio.

meq = g/mL de Peróxido de Hidrógeno.

V = volumen de la muestra.

100 = se multiplica para determinar porcentaje.

### 5.7 Valoraciones con Dicromato de Potasio. (7)

El Dicromato de Potasio en disolución ácida, no es un oxidante tan fuerte, como el Permanganato de Potasio ( $\text{KMnO}_4$ ), sin embargo presenta ciertas ventajas sobre este:

- El Dicromato de Potasio existe en el comercio como patrón primario, las soluciones patrón pueden prepararse por el Método Directo.
- La solución patrón de Dicromato de Potasio, son estables indefinidamente.
- No existe ningún estado de oxidación del Cromo estable entre los estados de +6 y +3, por lo que es posible una reacción para el Dicromato de Potasio.
- La solución patrón de Dicromato pueden ebullición sin descomposición. Esta característica lo hace útil, para la oxidación de los compuestos inorgánicos que normalmente exigen para su oxidación completa a Temperatura elevada y de bastante tiempo.
- El Dicromato de Potasio es suficientemente transparente para que se perciba en la bureta el fondo del menisco.
- El principal uso del Dicromato de Potasio es la valoración de Hierro (II) o Hierro (III) que se utiliza directamente para el análisis del Hierro.

### 5.7.1 Preparación de la Solución de Dicromato de Potasio 0.1 N.

Material y Equipo:

- Balanza Analítica.
- Balón Volumétrico de 1000.0 mL.
- Beakers de 500 mL.
- Frasco Lavador.

Reactivos:

- Agua Destilada.
- Dicromato de Potasio Sólido.

#### **Procedimiento:**

1. Pesar 4.9 gramos de Dicromato de Potasio Sólido.
2. Transferirlo a un balón volumétrico de 1000.0 mL.
3. Disolver el Dicromato de Potasio con agua destilada
4. Aforar y homogenizar con agua destilada (6)

**Nota:** Esta solución se toma como un estándar primario

## **Aplicación del Dicromato de Potasio.**

### **5.7.2 Determinación de Hierro en un Mineral. <sup>(6)</sup>**

Material y Equipo:

- Balanza Analítica.
- Bureta de 50.0 mL.
- Erlenmeyer de 250 mL.
- Hot Plate.
- Pinza para Bureta.
- Pipeta Volumétrica de 10.0 mL
- Probeta de 25 mL.
- Soporte para bureta.
- Vidrio de Reloj.

Reactivos:

- Ácido Clorhídrico Concentrado.
- Ácido Fosfórico 85 %. P/P
- Ácido Sulfúrico Concentrado.
- Agua destilada.
- Cloruro de Estaño (II) 2N (ver anexo 8)
- Cloruro de Mercurio (II) 2N (ver anexo 8)
- Solución de Dicromato de Potasio 0.1 N
- Solución de Difenilaminasulfonato de Sodio (ver anexo 8)
- Muestra: Solución de Sulfato Férrico 0.1N

**Procedimiento:**

1. Medir con una pipeta 10.0 mL. de Sulfato Férrico y colocar en un beaker de 400 mL
2. Agregar 10 mL. de Ácido Clorhídrico concentrado con probeta.
3. Calentar la muestra cerca del punto de ebullición y enfriar.
4. Agregar lentamente y con agitación gota a gota solución de Cloruro Estannoso, hasta decoloración (procurando de no agregar un exceso de Cloruro Estannoso y de que la solución este fría).
5. Adicionar 10 mL de Ácido Clorhídrico concentrado con probeta y diluir con agua destilada a un volumen aproximado de 200 mL.
6. Adicionar con probeta 10 mL de solución de Cloruro de Mercurio (II) y dejar reposar durante 2-3 minutos.
7. Adicionar 5 mL de Ácido Fosfórico al 85 % con probeta y 14 gotas de indicador de Difenilamina
8. Titular lentamente con la solución de Dicromato de Potasio 0.1 N, hasta la aparición de una coloración verde - azul.
9. Leer los mL gastados y realizar dos valoraciones más.

**Cálculos:**

$$\text{Gramos de Fe(alicuota)} = V_{\text{mL. K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} \times N_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} \times \text{meq}_{\text{Fe}^{+3}}$$

meq: g/mL

$V_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}$ : mililitros del Dicromato de Potasio.

$N_{K_2Cr_2O_7}$  : Normalidad Real del Dicromato de Potasio.

**Nota:**

El Cloruro Estannoso se agrega para regular el número de oxidación del hierro y se reconoce cuando la solución desaparece el color amarillo del hierro.

Se evita el exceso porque este interferiría en la valoración. (9)

### 5.8 Cerimetría. (7)

Los estados de oxidación de Cerio son +3 y +4 los compuestos sólidos de Cerio (IV) son amarillo - naranja y sus disoluciones presentan una coloración análoga al Dicromato. Las disoluciones del Cerio (III) son incoloras; aunque las disoluciones de Cerio (IV) pueden ser autoindicadores, la mayor parte de los procedimientos se recomienda que el reactivo valorante se debe especificar el uso de indicadores redox, especialmente los de la familia de la Fenantrolina ferrosa, que proporciona un viraje más pronunciado desde el rojo intenso al azul tenue.

Las disoluciones de Cerio (IV) que se utilizan son:

- Sulfato Cérico Anhidro  $Ce(SO_4)_2$
- Sulfato Cerioamónico  $Ce(SO_4)_4(NH_4)_2 \cdot 2 H_2O$ .
- Nitrato Cerioamónico  $Ce(NO_3)_6(NH_4)_2$ .

Generalmente las soluciones valoradas 0.1N se preparan en medio Sulfúrico (1 a 3 M) o en medio Perclórico.

Las soluciones sulfúricas de sales de Cerio se pueden conservar durante un año, las soluciones perclóricas solo pueden guardarse por una hora.

### 5.8.1 Estandarización de Sulfato de Cerio (IV) 0.1N vrs Hierro (III) 0.1N

Material y Equipo:

- Agitador de vidrio.
- Balanza Granataria.
- Balón Volumétrico de 100.0 mL.
- Beaker de 100 mL.
- Bureta de 50.0 mL.
- Desecador.
- Erlenmeyer de 250 mL.
- Estufa con termostato.
- Frasco con tapón esmerilado.
- Frasco Lavador.
- Hot plate.
- Pipeta Volumétrica de 10.0 mL.
- Pinza para Bureta.
- Portamuestra.
- Probeta de 10 ,25 mL.
- Soporte para Bureta.

Reactivos:

- Ácido Clorhídrico Concentrado
- Hierro (Alambre)

- Solución de Cloruro Estannoso (II) 2N (ver anexo 8)
- Solución de Cloruro de Mercurio (II) 2N (ver anexo 8)
- Sulfato de Cerio (IV) Sólido.
- Solución indicadora de Ferroína (ver anexo 8)

### **5.8.2 Preparación de Sulfato de Cerio (IV).** (6) (7)

#### **Procedimiento.**

1. Pesar en una balanza granataria 65 g de Sulfato de Cerio en un porta muestra.
2. Transferirla en un beaker.
  1. Agregar 500 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  2N y agitar hasta completar disolución.
3. Aforar y homogenizar con agua en un balón volumétrico de 1000.0 mL.
4. Conservarlo en frasco con tapón esmerilado.

Nota: Si la solución está turbia, se debe de filtrarla antes de usarla.

### **Valoración de Sulfato de Cerio (IV) 0.1N vrs. Hierro (III) 0.1 N** (6) (7)

#### **5.8.3 Preparación de Hierro y reducción del Hierro (III) 0.1N.**

2. Pesar 0.56 gramos de alambre de Hierro puro y transferirlo a un balón volumétrico de 100.0 mL y aforar.
3. Tomar una alícuota de 10.0 mL de Hierro y transferirla a un beaker de 400 mL.
4. Agregar 10 mL. de Ácido Clorhídrico concentrado con una probeta.

5. Calentar la solución cerca del punto de ebullición, enfriar y agregar lentamente y con agitación gota a gota solución de Cloruro Estannoso, hasta completar decoloración, procurando no agregar un exceso de Cloruro Estannoso, la solución debe estar fría.
6. Adicionar 10 mL. de Ácido Clorhídrico concentrado con una probeta y diluir con agua destilada a un volumen aproximado de 200 mL.
7. Añadir 10 mL. de solución de Cloruro de Mercurio (II) y dejar reposar la solución durante 2-3 minutos.
8. Transferir la solución a un Erlenmeyer de 500 mL. y adicionar dos gotas de solución indicadora de Ferroína.
9. Titular la solución de Cerio (IV) hasta que el color cambie de rosado a color amarillo tenue.

**Cálculos:**

$$N_{\text{Ce(IV)}} = \frac{\text{Gramos de Fe}^{+3} \text{ en alcuota}}{V_{\text{mL Ce(IV)}} \times \text{meq}_{\text{Hierro}}}$$

$\text{meq}_{\text{Fe}^{+3}} : \text{g/mL}$

V: mL Sulfato de Cerio (IV)

En 100.0 mL \_\_\_\_\_ 0.56 g de Hierro. (  $\text{Fe}^{+3}$  )

En 10.0 mL \_\_\_\_\_ X g de Hierro. (  $\text{Fe}^{+3}$  )

## Aplicación de Cerio (IV)

### 5.8.4 Determinación de Hierro en una Hoja de Afeitar. (6)

#### Material y Reactivo:

- Balanza Analítica.
- Bureta de 50.0 mL.
- Erlenmeyer de 250 mL.
- Hot Plate.
- Pinza para Bureta.
- Probeta de 25 mL.
- Soporte para Bureta.
- Vidrio de Reloj.

#### Reactivos:

- Ácido Clorhídrico 1N (ver anexo 8)
- Ácido Clorhídrico Concentrado.
- Agua Destilada.
- Muestra = Hoja de rasurar (para determinar hierro)
- Solución de Sulfato de Cerio (IV) 0.1 N.
- Solución de Cloruro de Estaño (II) (ver anexo 8)
- Solución Indicadora de Ferroína (ver anexo 8)

**Tratamiento de la Muestra.**

1. Pesar la hoja de rasurar en una balanza analítica y anotar el peso.
2. Agregar aproximadamente 5 mL de agua destilada en un Erlenmeyer de 250 mL.
3. Luego adicionar 25 mL. de Ácido Clorhídrico concentrado con precaución.
4. Calentar la muestra durante 5 minutos en un Hot Plate.(realizarlo en cámara)
5. Dejar la muestra en reposo por 10-15 minutos a temperatura ambiente.
6. Calentar nuevamente hasta ebullición hasta que se disuelva por completo (la solución deberá ser de color verde claro).
7. Si la solución es amarilla se debe de agregar Cloruro Estannoso para reducir todo el Hierro y luego adicionar 10 mL. de Cloruro de Mercurio (II).

**Procedimiento:**

3. Tomar de la solución anterior 10.0 mL que ha sido previamente tratada, transferirla a un balón volumétrico de 100.0 mL, aforar y homogenizar.
4. Tomar una alícuota de 50.0 mL. y transferirla a un erlenmeyer de 500 mL. y agregar dos gotas de solución de Ferroína 1.5 %.
5. Titular con la solución de Sulfato de Cerio (IV) hasta que el color cambie de rosado a un amarillo tenue.

**Cálculos:**

$$\text{Gramos}_{\text{Fe}^{+3}} = V_{\text{Ce}^{+4}} \times N_{\text{Ce}^{+4}} \times \text{meq}_{\text{Fe}^{+3}} \times 10$$

$V_{\text{CeSO}_4}$  : Mililitros de Cerio.

$N_{\text{CeSO}_4}$  : Normalidad Real Sulfato de Cerio (IV).

meq: g/mL

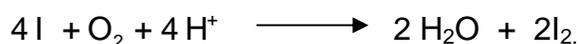
### 5.9 Valoraciones con Yodo. (2)

Los oxidantes más fuertes oxidan los iones Triyoduro ( $I_3^-$ ) a Yoduro ( $I^-$ ) y los reductores fuertes reducen el Yodo ( $I_2$ ) a Triyoduro ( $I_3^-$ ). Por este motivo, los métodos volumétricos que involucran al yodo se dividen en dos grupos:

- Los Métodos Directos (Yodimetría)
- Los Métodos Indirectos (Yodometría) (1)

Las Fuentes de Error que existen en los métodos de Yodo son:

- El Yodo tiene la característica de sublimarse, esto se puede minimizar añadiendo a la disolución un exceso de Yoduro de Potasio.
- Las valoraciones con Yodo no se realizan en caliente debido a la volatilidad del Yodo.
- El ión Yoduro se oxida con el Oxígeno del aire.



- Esta oxidación no se percibe en disolución neutra, pero se aprecia mejor a medida que se aumenta la acidez.
- La luz intensa acelera la oxidación atmosférica del ión Yoduro y de la misma forma actúan algunos catalizadores como Cobre (I), Nitratos y Óxidos de Nitrógeno.
- El agua que se usa para disolver el Yoduro Potásico en los métodos Indirectos debe estar recientemente hervida para eliminar el Oxígeno disuelto y poder valorar el Yodo posteriormente

- El Yodo ataca materiales orgánicos como el corcho y el hule, por eso se debe utilizar frascos con tapón de vidrio. (1)

La disolución de Yodo: no es suficientemente pura como para poderse utilizar como patrón primario, debido que es volátil a Temperatura ambiente y su pesada exacta es difícil por lo que se prepara una disolución de yodo de concentración aproximada y después se normaliza.

La cantidad necesaria de yodo se mezcla con un peso 3 – 4 veces superior de Yoduro Potásico y se tritura en un beaker con pequeñas porciones de agua, vertiendo luego de cada una de estas porciones en el frasco volumétrico de un litro y continuando el tratamiento hasta que todo el yodo este disuelto y posteriormente aforar.

#### 5.9.1 Clasificación de los Estándares: (6)

<b>MÉTODO DIRECTO (YODIMETRIA)</b>	
<b>ESTÁNDAR PRIMARIO</b>	<b>ESTÁNDAR SECUNDARIO</b>
Trióxido Arsénico( $As_2O_3$ )	Yodo ( I )

<b>MÉTODO INDIRECTO (YODOMETRIA)</b>	
<b>ESTÁNDAR PRIMARIO</b>	<b>ESTÁNDAR SECUNDARIO</b>
Cobre	Tiosulfato de Sodio ( $Na_2S_2O_3$ )
Dicromato de Potasio	Tiosulfato de Sodio ( $Na_2S_2O_3$ )

### 5.9.2 Indicadores. <sup>(2)</sup>

La ventaja de utilizar el método con Yodo, es la sensibilidad con que se detecta el punto final.

En los métodos directos se utiliza como reactivo valorante el Yodo, el cuál reacciona con el almidón (indicador) por aparición del primer exceso de yodo, dando un color azul intenso, por lo que se reconoce que se llegó al punto final.

En cambio en valoraciones indirectas se valora el Yodo liberado. <sup>(1)</sup>

Los indicadores más utilizados son los siguientes:

- Yodo como autoindicador: Se usa cuando las soluciones son incoloras y el color que se produce es amarillo pálido.
- Almidón: produce un color azul intenso del complejo yodo - almidón, es una prueba muy sensible para el Yodo, su sensibilidad es mayor en soluciones ligeramente ácidas y en presencia de iones yoduros que en sus soluciones neutras.
- Las soluciones de almidón se descomponen fácilmente debido al crecimiento bacteriano, por lo que debe de usarse un conservador como Yoduro de Mercurio (II), Ácido Bórico, para evitar su descomposición. Los productos de descomposición reaccionan con el yodo dando una coloración rojiza. La sensibilidad del indicador disminuye al aumentar la temperatura con algunos reactivos orgánicos como el Metanol y el Etanol.

El almidón en el método directo produce un cambio de color azul y en el análisis Indirecto el color azul cambia a incoloro.

Entre los Agentes Reductores y Agentes Oxidantes se puede mencionar: (2)

<b>AGENTES REDUCTORES</b>	<b>AGENTES OXIDANTES</b>
Tiosulfato de Sodio	Sulfuro de Hidrogeno
Arsénico (III)	Dióxido de Azufre
Antimonio(III)	Tiosulfato de Sodio
Sulfuro	
Sulfito	
Estaño(II)	
Ferrocianuro	

### **5.9.3 Método Directo (Yodimetría).** (2)

Consiste en utilizar una solución Estándar de Yodo para determinar reductores fuertes como el Tiosulfato de Sodio, Arsénico (III), Antimonio (III), Sulfuro, Sulfito, Estaño (II), Ferrocianuro, generalmente en medio Neutro o ligeramente Ácido, determinación de Hidrazina, determinación de Estaño(II), Arsénico (III).

### 5.9.3.1 Estandarización de Yodo 0.1 N vrs. Trióxido de Arsénico 0.1N

Material y Equipo:

- Balanza granataria.
- Balón volumétrico de 1000 .0mL
- Beakers 250 mL
- Bureta de 50.0 mL
- Desecador
- Erlenmeyers de 250 mL
- Estufa con Termostato.
- Frasco lavador.
- Hot plate.
- Pinza para Bureta.
- Pipeta Volumétrica de 10.0 mL
- Probeta de 10 y 25 mL
- Soporte para Bureta.
- Vidrio de reloj.

Reactivos:

- Ácido Clorhídrico Concentrado.
- Agua destilada.

- Bicarbonato de Sodio sólido.
- Solución de Almidón (ver anexo 8)
- Trióxido de Arsénico sólido.
- Yodo sólido.
- Yoduro de Potasio sólido.

#### **5.9.3.2 Preparación del Trióxido de Arsénico 0.1 N.** <sup>(6)</sup> <sup>(15)</sup>

1. Secar en una estufa el Trióxido de Arsénico por una hora a 110 °C y luego dejarlo enfriar en un desecador.
2. Pesar en una balanza 0.5 g de Trióxido Arsénico y transferirlo a un beaker de 100 mL y disolverlo con una solución de Hidróxido de Sodio 10 N gota a gota.
3. Diluir a 40 mL. de agua y Neutralizar con Ácido Clorhídrico 12 N empleando papel pH como indicador o solución de Fenolftaleína al 1%.
4. Agregar gotas de Ácido Clorhídrico 12N hasta que la solución este levemente ácida.
5. Transferirlo la solución anterior a un balón volumétrico de 100.0 mL. y adicionar 0.5 g de Bicarbonato de Sodio hasta completa disolución del Bicarbonato de Sodio.
6. Aforar y homogenizar la solución.

#### **5.9.3.3 Preparación de la Solución de Yodo 0.1 N.** <sup>(6)</sup>

1. Pesar 20 g de Yoduro de Potasio puro en beaker de 250 mL forrado.

2. Pesar 12.7 g de Yodo en vidrio de reloj y mezclar ambas sales fuertemente y luego disolverlas en agua destilada.
3. Aforar y homogenizar la solución de Yodo con agua destilada.

**Nota:** En las soluciones de Yodo la cristalería que se utiliza debe ser de vidrio, tapón de vidrio esmerilado.

#### **Valoración del Yodo 0.1N con Trióxido de Arsénico 0.1 N. (6)**

1. Tomar una alícuota de 10.0 mL de solución de Trióxido de Arsénico y transferirla a un erlenmeyer.
2. Agregar 10.0 mL de agua destilada y adicionar 10 mL. de solución saturada de Bicarbonato de Sodio.
3. Agregar 2 mL. de solución de almidón (recién preparado) y homogenizar, hasta disolver todo el Carbonato Ácido de Sodio.
4. Valorar lentamente con la solución de Yodo, hasta que la solución cambie a color azul.

#### **Cálculos:**

$$N_{I_2} = \frac{g_{As_2O_3} \text{ (alícuota)}}{V_{mL I_2} \times meq_{As_2O_3}}$$

$V_{I_2}$  : mililitros gastados de Yodo.

$meq_{As_2O_3}$  : g/mL

En 100.0 mL \_\_\_\_\_ 0.5 g de Trióxido de Arsénico.

En 10.0 mL \_\_\_\_\_ X g de Trióxido de Arsénico.

X = 0.05 g de Trióxido de Arsénico en alícuota de 10.0 mL

### **Aplicación de Yodimetría (Método Directo)**

#### **5.9.3.4 Determinación de Antimonio en muestra de Estibina. (6)**

Material y Equipo:

- Agitador de Vidrio.
- Balanza Granataria.
- Balón Volumétrico de 1000.0 mL.
- Beaker de 600.0 mL.
- Bureta de 50.0 mL
- Erlenmeyer de 250 mL.
- Espátula.
- Estufa.
- Hot plate.
- Perilla de goma.
- Pinza para bureta.
- Pipeta de 10.0 mL.
- Soporte para bureta.

- Vidrio de reloj

Reactivos:

- Ácido Clorhídrico Concentrado.

- Ácido Clorhídrico 6N (ver anexo 8)

- Agua destilada.

- Bicarbonato de Sodio Sólido.

- Muestra: Estibina.

- Solución de Almidón (ver anexo 8)

- Solución Indicadora Fenolftaleína 1 % (ver anexo 8)

- Solución de Hidróxido de Sodio 6 N.

- Solución de Yodo 0.1N

**Tratamiento de la muestra:**

**Procedimiento:**

1. Secar en una estufa a 110 °C la Estibina por dos horas.
2. Pesar 8.9 gramos de Estibina y transferirlo a un beaker de 600 mL.
3. Agregar 20 mL. de Ácido Clorhídrico concentrado y cubrir el beaker con un vidrio de reloj.
4. Calentar la solución hasta que se disuelva la sal.
5. Agregar Ácido Clorhídrico 6 N si la sal no se ha disuelto completamente.

6. Adicionar tres gotas de Fenolftaleína y neutralizar con Hidróxido de Sodio 6 N hasta que cambie a color rosado.
7. Agregar solución saturada de Bicarbonato de Sodio, hasta que no produzca efervescencia.
8. Transferir la solución a un balón volumétrico de un litro aforar y homogenizar la solución con agua destilada.

**Estandarización:**

1. Tomar una alícuota de 10.0 mL. de solución de Estibina 0.1 N y transferirla a un Erlenmeyer.
2. Agregar 10 mL. de agua destilada.
3. Agregar 2 mL de solución de Almidón de preparación reciente y homogenizar hasta disolver todo el Bicarbonato de Sodio.
4. Valorar lentamente con solución de Yodo 0.1N hasta que la solución cambie a un color azul.
5. Leer los mL gastados y realizar dos valoraciones más.

**Cálculos:**

$$\text{Gramos } \text{Sb}^{+3} = V_{\text{mL I}_2} \times N_{\text{Sb}^{+3}} \times \text{peq } \text{Sb}^{+3} \times 10$$

$V_{\text{I}_2}$  : mililitros yodo.

$N_{\text{I}_2}$  : normalidad Real de  $\text{I}_2$ .

$\text{peq } \text{Sb}^{+3} = \text{g/ mL.}$

#### **5.9.4 Método Indirecto (Yodometría) <sup>(7)</sup>**

Son aquellos en los que los oxidantes se determinan haciéndolos reaccionar con un exceso de iones yoduro y determinándose el yodo liberado con un reductor estándar como el Tiosulfato de Sodio, ejemplo: determinación de halógenos,  $O_3$ ,  $Ce^{+4}$ ,  $Fe^{+3}$ .

##### **5.9.4.1 Estandarización del Tiosulfato de Sodio 0.1N vrs. Cobre 0.1 N. <sup>(2) (6)</sup>**

Material y Equipo:

- Balanza Analítica.
- Beaker de 250 mL
- Bureta de 50.0 mL.
- Espátula.
- Hot plate.
- Papel glasin.
- Pinza para bureta.
- Pipeta de 10.0 mL.
- Probetas de 10 y 25 mL
- Soporte para bureta.
- Termómetro.

Reactivos:

- Ácido Acético 6N (ver anexo 8)
- Ácido Acético glacial
- Ácido Nítrico Concentrado.

- Agua destilada.
- Cobre metálico Sólido.
- Solución de Hidróxido de Sodio 1N (ver anexo 8)
- Tiosulfato de Sodio Sólido.
- Yoduro de Potasio Sólido.

#### **5.9.4.2 Preparación de la Solución de Cobre 0.1 N. (8)**

1. Pesar 0.635 g de Cobre metálico.
2. Disolver el Cobre con Ácido Nítrico Concentrado hasta disolución completa.(realizar en cámara)
3. Diluir la solución con 25 mL de agua y hervir durante un minuto (para eliminar los Óxidos de Nitrógeno) y agregar 1.0 g de Urea.
4. Retirar el beaker del hot plate y adicionar Hidróxido de Sodio 1 N hasta que comience a formarse un precipitado.
5. Si la solución tiene un color azul permanente, se hierve para eliminar el Hidróxido de Sodio en exceso.
6. Añadir con una probeta 7.0 mL de Ácido Acético Glacial o 20 mL de Ácido Acético 6N (disuelve el precipitado de Oxido de Cobre )
7. Transferir la solución estándar a un balón volumétrico de 100 mL. y agregar agua destilada aforar y homogenizar.

**5.9.4.3 Preparación de la Solución de Tiosulfato de Sodio 0.1 N <sup>(8)</sup>**

1. Pesar 12.5 g. De Tiosulfato de Sodio Pentahidratado.
1. Transferirlo a un balón volumétrico de 500.0 mL disolverlo con agua destilada
2. Agregar 0.1 g de Carbonato de Sodio.
3. aforar y homogenizar con agua destilada.

**Valoración del Tiosulfato de Sodio 0.1N con Solución de Cobre 0.1N**

2. Tomar una alícuota de 10.0 mL. de Solución de Cobre 0.1N y colocarlo en un Erlenmeyer de 250 mL.
3. Agregar 10 mL de solución de Yoduro de Potasio al 10 %.
4. Tapar y esperar 2 minutos para que pueda reaccionar con el Cobre.
5. Agregar 1 mL. de solución indicadora de almidón.
6. Titular la solución de Cobre con la solución de Tiosulfato de Sodio hasta cambio de color azul a incoloro.
7. Leer los mililitros gastados.
8. Realizar 2 valoraciones más.

**Cálculos:**

$$N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = \frac{g_{\text{Cu en alícuota}}}{V_{\text{mL Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \times \text{meq}_{\text{Cu}}}$$

$$\text{meq}_{\text{Cu}^{+2}} = g/\text{mL}$$

En 100.0 mL \_\_\_\_\_ 0.635 g de Cobre metálico.

En 10.0 mL \_\_\_\_\_ X g de Cobre metálico.

X = 0.0635 g de Cobre en alícuota de 10.0 mL.

**Aplicación de Yodometría (Método Indirecto).****5.9.4.4 Determinación del Agente Oxidante (Cl) de una Lejía. (6)**

Material y Equipo:

- Agitador de Vidrio.
- Balanza Analítica y Granataria.
- Bureta de 50.0 mL.
- Erlenmeyer de 250 mL.
- Espátula.
- Perilla de goma.
- Pinza para Bureta.
- Pipeta de 2.0 mL.
- Probeta de 100 mL.
- Soporte para Bureta.

**Reactivos:**

- Ácido Sulfúrico (1:6)
- Agua Destilada
- Muestra: Lejía.
- Solución de Molibdato de Amonio 3%.
- Tiosulfato de Sodio sólido.
- Yoduro de Potasio (sólido)
- Solución Indicadora de Almidón.

**Procedimiento:**

1. Pipetear 2.0 mL. de lejía utilizando una perilla de goma y transferirla un Erlenmeyer de 250 mL.
2. Agregar 75 mL. de agua destilada, 3 gramos de Yoduro de Potasio, 8 mL de Ácido Sulfúrico 1:6 con agua y 3 gotas de solución de Molibdato de Amonio 3%.
3. Titular con la solución de Tiosulfato de Sodio 0.1 N hasta que desaparezca el color café del Yodo.
4. Luego adicionar 5 mL de solución indicadora de almidón.
5. Seguir titulando hasta que desaparezca el color azul.
6. Leer los mL gastados.
7. Realizar dos valoraciones más.

**Cálculos:**

$$\text{Gramos}_{\text{Cl}^-} = V_{\text{mL Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \times N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \times \text{meq}_{\text{Cl}^-} \times 10$$

En donde:

$V_{\text{mL Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$  = Mililitros gastados de Tiosulfato de Sodio.

$N_{\text{Real Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$  = Normalidad Real de Tiosulfato de Sodio.

## CAPITULO VI

### CONSERVACION DE SOLUCIONES ESTANDARES

### **6.1 Conservación de Soluciones Estándares.** (7)

Para conservar y guardar soluciones estándares es necesario tomar precauciones especiales. El frasco debe ser ámbar y mantenerse herméticamente cerrado para evitar la evaporación del disolvente, que podría causar incremento en la concentración del soluto. Antes de extraer la solución, el frasco se agitará con mucho cuidado para asegurar uniformidad de composición, tanto de la porción extraída como del remanente en el frasco. Las porciones de solución extraídas, no se trasladarán de nuevo en el frasco. Esta precaución es necesaria para reducir al mínimo el riesgo de contaminación de la solución madre, es decir que toda porción no usada de la alícuota extraída tiene de desecharse. También se tendrá cuidado para impedir que una solución estándar moje el tapón de vidrio que lo contiene. Por lo que al evaporarse, puede hacer que el tapón se pegue, si no que posteriormente puedan caer cristales de soluto en la solución y alterar su concentración.

Algunas soluciones estándares deben de protegerse de los gases atmosféricos, por ejemplo, las soluciones de Hidróxido de Sodio reaccionan con el Bióxido de Carbono atmosféricos, produciendo Ácido Carbónico.

Algunas soluciones, como el Nitrato de Plata y Permanganato de Potasio, deben de almacenarse en frascos de vidrio de color ámbar o guardarse en la oscuridad mientras no se utilizan, para prevenir su descomposición por efecto catalítico de la luz.

En el caso de las soluciones de Almidón y de Tiosulfato de Sodio deben de protegerse para evitar una descomposición inducida de bacterias

CAPITULO VII  
TIPOS DE ERRORES.  
SEGURIDAD DE LABORATORIO

## 7.0 TIPOS DE ERROR. (2) (16)

En la mayoría de los procedimientos experimentales se gasta mucho esfuerzo para reunir los datos y hoy en día la mayoría se han convertido en análisis en datos cuantitativos; esto quiere decir que se derivan de mediciones. Cuando se realiza cualquier medición es necesario considerar que se puede cometer errores y es importante desarrollar habilidades para evaluar los datos y sacar conclusiones que estén realmente justificadas.

El término de error es utilizado para referirse a la diferencia numérica entre el valor medido y el valor real.

Los tipos de errores se clasifican en:

- **Error determinado.**

- **Error Indeterminado.**

**Los errores determinados:** son los que pueden ser atribuidos a causas definidas y se les conoce también como errores sistemáticos ya que también varía lo que son las condiciones ambientales. Estos a su vez se clasifican en:

- **Error causado por el equipo utilizado:** incluyendo el uso de aparatos de medida sin calibrar como es el caso de balanza analíticas, bureta, balones volumétricos, construcción defectuosa de balanza y contaminación de las soluciones por ataque químico de los recipientes que las contienen.

- **Error debido a los reactivos:** derivan del que los reactivos pueden contener impurezas que interfieren en el método del análisis.

- **Error personal**, debido a la falta de habilidad del analista para distinguir o juzgar observaciones con certeza; como ejemplo se tienen, mala distinción de los colores, no pesar adecuadamente, no pesar en la misma balanza.
- **Error operacional**: tiene su origen en la inexperiencia o falta de cuidado del analista. Como ejemplo, el vertido o pérdida de reactivos, absorción de humedad en sustancias higroscópicas en la pesada, contaminación de la muestra durante el análisis.
- **Errores indeterminados**: son aquellos que ocurren a pesar de ser muy cuidadoso y meticuloso: son errores fortuitos que no pueden reducirse más. Por su propia naturaleza de estos errores hace imposible encontrar ejemplos.

## 7.1 SEGURIDAD EN EL LABORATORIO.

Es importante conocer los medios de prevención, protección, y las reglas de seguridad en el laboratorio para evitar cualquier accidente.

### **Medios de prevención y protección individual.**

**La cabeza:** no llevar el cabello suelto en desorden (despeinado), ya que puede entrar en contacto con una llama o las partes giratorias de un aparato.

**Los ojos:** el uso de lentes protectores es indispensable frente a proyecciones o explosiones.

No se recomienda el uso de lentes de contacto, teniendo en cuenta las emanaciones de los productos volátiles, irritantes o cuando se trabaja con vapores concentrados, ya que dichos gases pueden concentrarse bajo los lentes y causar daño a los ojos.

El uso de lentes prescritos por el médico no es una protección adecuada para los ojos, se recomienda el uso de lentes equipados con vidrio templado o lentes de plástico con resguardo lateral.

En caso de existir riesgo de salpicaduras, no se considera adecuado el uso de lentes de seguridad planos o equipados con protectores laterales, sino el de gafas protectores o lentes con careta.

En caso de trabajar con luz ultravioleta, rayos láser, soldadura, se recomienda el uso de lentes especiales.

**Las manos:** para proteger las manos es necesario usar guantes de látex o de elastómeros sintéticos. (24) (11)

Existen guantes que son resistentes a productos químicos y que son de los siguientes materiales: goma natural, Neopreno, Nitrilo o Vinilo.

El látex resiste muy poco los solventes orgánicos. Mientras que el neopreno puede ser conveniente para la manipulación de muchos solventes.

Los guantes aislantes hechos de materiales sintéticos se deben utilizar cuando las temperaturas son extremas, sin embargo los guantes aislantes, hechos de asbesto no se recomiendan, ya que este material es carcinogénico.

Conviene utilizar dos pares de guantes por turno porque después de un tiempo de uso variable el guante se hincha, por lo que se recomienda descartarlo para evitar contaminación; cuando se realicen análisis con radiación el uso de guantes se debe de limitar el tiempo de exposición.

Los guantes antitérmicos son eficaces contra las quemaduras.

Las cortaduras con vidrio son bastante frecuentes y conviene tomar todas las precauciones necesarias cuando se manipulan objetos de este material.

**El cuerpo:** La ropa protectora como batas blancas deben de ser de preferencia de algodón; Las telas sintéticas deben de prohibirse.

**Los pies:** se les protege con zapatos cerrados y resistentes. Las sandalias y los pies descalzos deben prohibirse, así como zapatos de lona con suela de caucho.

**Las vías respiratorias:** Los aparatos de protección de las vías respiratorias tienen que estar adaptados a la naturaleza de la sustancia tóxica. (24) (11)

Los aparatos de protección individual con filtros para polvo no son eficaces contra los gases y vapores; los aparatos filtrantes anti-gas de cartuchos son los más útiles en el laboratorio para prevenir accidentes cuando se manipulen sustancias tóxicas, se escoge el tipo de cartucho filtrante que se adapte al producto.

**Las vías digestivas:** se evita pipetear con la boca, lo correcto es usar una perilla o un aspirador que proporcione el vacío, como una jeringa de plástico conectada a la pipeta por una manguera de plástico.

Esta prohibido comer y beber en el laboratorio, ni conservar alimentos en el refrigerador, ni fumar.

**Los medios de auxilio:** para seguridad del personal las puertas se abrirán hacia el exterior de los locales.

Las vías de salida (pasillos, escaleras) siempre estarán libres de estorbos, se colocara un sistema de alarma en vista de una evacuación rápida de los locales, en caso de incendio se realizaran simulacros de evacuación.

### **Reglas de Seguridad en el Laboratorio.**

Toda persona que este en el laboratorio debe de tener en cuenta ciertas reglas:  
Nunca realice un experimento sin conocer el equipo necesario para la seguridad personal, ni trabaje sin conocer la localización y operación de todos los equipos de emergencia de los laboratorios. (24)(11)

Los equipos de emergencia son: depósito de agua, extinguidores, alarmas de incendio, salida de emergencia, respiradores, aparato para administrar respiración artificial, botiquín, soluciones oftálmicas para lavar los ojos.

Nunca utilice los reactivos químicos que estén almacenados en contenedores que no tengan etiqueta, que estas se encuentren ilegibles o no se describan sus características. Leer bien las etiquetas antes de usar el contenido del frasco.

No salga del laboratorio sin lavarse las manos en forma minuciosa.

No tomar un frasco o balón vidrio se debe de tener mucho cuidado al tomarlo por el cuello y sostener de la base para evitar que se quiebre.

Cuando pese o utilice un reactivo químico, nunca regrese el exceso a su envase original, tome la cantidad necesaria del reactivo.

No caliente los contenedores de vidrio blando (embudos, probetas) con la flama directa, el material de vidrio que no sea pirex o kimax, no está diseñado para resistir altas temperaturas.

Nunca inserte un tubo de vidrio o un termómetro dentro de caucho o tapón de hule sin poner un poco de lubricante (agua, agua jabonosa, o glicerina). (24) (11)

Nunca dirigir con la parte abierta de un tubo de ensayo hacia usted o hacia otra persona, mientras el tubo este siendo calentado o durante una reacción química.

### **Cuidados al usar los Ácidos.**

Cuando se trabaja con materiales volátiles, recordar que el calor causa la expansión y el confinamiento de la expansión resulta en explosión.

Nunca agregue agua a los ácidos concentrados, especialmente al Ácido Sulfúrico, los ácidos fuertes pueden reaccionar con el agua y romper el recipiente de vidrio por la cantidad de calor que generan.

Cuando se prepara una mezcla de Ácido Sulfúrico y agua, la forma correcta es agregar el ácido sulfúrico al agua, nunca se hace al revés.

El Ácido Perclórico es extremadamente peligroso, debido a que explota con materiales orgánicos, su forma de almacenamiento es en botellas de vidrio o de cerámica.

Cuando se trabaja con ácidos se debe utilizar el equipo de protección adecuado y tener el cuidado de no Pipetear los ácidos concentrados directamente con la boca.

Antes de abrir cualquier frasco que contenga el ácido o el álcali se debe lavar por fuera para evitar contacto con residuos del ácido o de la base. (11)

CAPITULO VIII.  
DISCUSION TEORICA

## 8.0 DISCUSION TEORICA.

6. El tipo de agua utilizada debe ser agua libre de  $\text{CO}_2$ , para evitar una reacción en las muestras o en los estándares.
0. Los estándares secundarios tienen la característica de ser sustancias higroscópicas, se pesan en una balanza granataria ya que estas posteriormente son estandarizadas y además deben ser guardadas en un frasco plástico o de vidrio con cierre ajustado.
1. Cuando se preparan estándares por el método de neutralización no acuoso se deben de aplicar solventes orgánicos.
2. La solución de Nitrato de Plata debe de conservarse en frascos de vidrio color ámbar, con cierre ajustado.
3. El método de Mohr se emplea para determinar cloruros y bromuros utilizando como indicador la solución de Cromato de Potasio al 5%.
4. La valoración por Volhard se puede realizar por dos métodos: Métodos Indirecto y Método Directo.
5. El método directo de Volhard es utilizado para la determinación de los iones Yoduros y Bromuros; mientras que el método Indirecto es específicos para iones Cloruros; aplicando como indicador Sulfato Férrico Amónico al 5%.
6. El método de Volhard por precipitación es un Método de Análisis Volumétrico que se realiza por retrovaloración.
7. El método de Fajans se aplica para todos los halogenuros, se emplea como indicador la solución de Fluoresceína el cual actúa a un pH 7-10.

8. Para observar el quelato de  $\text{Ca}^{+2}$  se adiciona Cloruro de Magnesio Hexahidratado a la solución de EDTA 0.01M .
9. En la valoración de Calcio y Magnesio el medio debe estar a un pH 10.
10. Para mantener el número de Oxidación del Ion Permanganato la estandarización debe de realizarse en medio Ácido.
11. La solución de Cloruro Estannoso se utiliza para disminuir el número de oxidación de los agentes oxidantes.
12. El material de envase adecuado para almacenar la solución de Yodo es un frasco de vidrio ámbar con tapón esmerilado.
13. Para solubilizar el Yodo se emplea el Yoduro de Potasio para aumentar la superficie de contacto, facilitando la solubilidad en agua.
7. En las valoraciones yodimétricas se usa el estándar de Yodo para determinar reductores fuertes como el  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ,  $\text{As}^{+3}$ ,  $\text{Sb}^{+3}$ ,  $\text{Sn}^{+2}$
14. En las valoraciones yodométricas lo que se valora es el exceso de yodo.
15. La solución de almidón debe de ser de preparación reciente ya que esta se degrada fácilmente su preparación debe de realizarse en caliente y su uso es en frío.

CAPITULO IX.  
CONCLUSIONES

## 9.0 CONCLUSIONES.

- Este trabajo estudia las bases fundamentales para que el Químico Analista pueda diferenciar entre un estándar primario y un estándar secundario.
- Los Métodos Clásicos Volumétricos se basan en las propiedades químicas del analito, mientras que los Métodos Instrumentales se fundamentan en las propiedades química – física.
- El Análisis Volumétrico es una alternativa cuando no se cuenta con un equipo avanzado como un espectrofotómetro, debido a que este tipo de análisis se puede aplicar en cualquier Laboratorio.
- En el Método de Neutralización el carácter ácido – base se da por que existe un intercambio de protones, en cambio en el Método Redox se da un intercambio de electrones.
- En las valoraciones de Neutralización y Redox, el punto final se puede determinar potenciométricamente.
- El Método de Precipitación presenta la desventaja que no se puede determinar la composición del precipitado, el número de indicadores es limitado y además se da una reacción lenta.
- En las valoraciones Complejométricas la estabilidad del Complejo depende del pH, esto se debe a que los complejos de los metales bivalentes son estables en medio alcalino o débilmente ácido, los complejos de metales trivalentes son estables en pH ácido.

- La dureza del agua se determina por Valoraciones Complejométricas, se puede expresar la concentración de los iones Calcio y Magnesio, por medio de los miligramos de Carbonato de Sodio.
- Para evitar un error de paralaje es necesario leer en forma correcta la bureta y tener en cuenta que las soluciones cristalinas se lee el borde inferior del menisco, mientras que en las soluciones oscuras se lee el borde superior del menisco.
- Las medidas de seguridad se aplican en el Laboratorio para evitar accidentes.
- El indicador ideal para una determinada sustancia es aquel que presenta estabilidad a Temperatura y pH.

CAPITULO X.  
RECOMENDACIONES

## **10.0 RECOMENDACIONES.**

- Se recomienda que al iniciar un análisis se verifique que el equipo este calibrado, el material a utilizar este limpio, rotulado y en óptimas condiciones.
- Es indispensable que el Químico Analista cuente con su cuaderno de registro de análisis, en el cual incluya fecha, nombre del análisis, marcha analítica, cálculos, observaciones.
- Al preparar soluciones tóxicas debe de utilizarse una cámara de extracción.
- Aplicar Buenas Prácticas de Laboratorio en los análisis, para obtener resultados confiables.
- Se recomienda utilizar frascos de vidrio tipo II (borosilicato), por que no produce reacción con soluciones salinas, ácido, base y solventes orgánicos.
- Al realizar un análisis químico se debe utilizar la misma balanza para reducir los errores.
- Se recomienda que todo el personal de Laboratorio debe de conocer la ubicación de los extintores, ser diestro en su manejo, y estar informado sobre cuál es el más apropiado según sea el caso.
- El Laboratorio debe de poseer un botiquín de primeros auxilios, así como una ducha, lava ojos, etc.
- Debe existir en el Laboratorio un aviso de no fumar, ni comer dentro de las instalaciones para evitar accidentes.

## BIBLIOGRAFIA

## BIBLIOGRAFÍA

- 0) Association of Official Analytical Chemist. 1984. Methods of Analysis AOAC. Fourteenth edition. Edited by Sydney Williams.
- 1) Ayres G.1970. Análisis Químico Cuantitativo. 2 ed. México. Editorial Harla. p 14,15,134,230,299,304,310,336,363,369,357,631.
- 2) Barnstead. 1878 Catalogo de Purificación de Agua.USA. Barnstead Thermolyne Corporation a subsidiary of Sybron Internacional. p.3,5
- 3) Brand. 500 Catalogo General p.231.
- 4) Canales F. y Otros.1986.Metodología de la Investigación Manual Para el Desarrollo de Personal de Salud. Honduras. Organización Panamericana de la Salud .p 146.
- 5) Day J. y Otros.1989.Química Analítica Cuantitativa.5 ed. México. Editorial Hispanoamericana .p. 279,303,304,745,750,751,766,773.
- 6) Fischer R. y Otros.1970.Análisis Químico Cuantitativo.3ed. México. Editorial Interamericana.p.52-477  
327,333,352,359,390,391,477.
- 7) Fritz J. y Otros.1989.Química Analítica Cuantitativa 3 ed. México. Editorial Limusa .p.185,249,250,251,253,259,651,652,654,662.
- 8) Hall .W. 1949. Química Analítica .tomo II análisis Cuantitativo.México.Trad.F.Rived.p.430,614,657,727.
- 9) Kolthoff I. Y Otros.1953.Textbook of Quantitative Inorganic Analysis. 3 ed.New York.USA. The Macmillan Company . p.
- 10)Pradeau D.1998. Análisis Químicos Farmacéuticos de Medicamentos. México. UTEHA Noriega Editores.p 272,276,312,315-317,328,366

- 11) Skoog D. y Otros. 1981. Fundamentos de Química Analítica. 2 ed España. Editorial Reverte. P 247,250,273,275 - 277,289
- 12) Skoog D. y Otros. copyright © 2000. Química Analítica. 7 ed. Mexico. McGraw Hill Interamericana Editores. S.A. de C.V. p 247,250,271-273,275 - 277,289,465 ,466,468,469.
- 13) UES. Manual de Análisis Bromatológico. Ciudad Universitaria. Facultad de Química y Farmacia . Imprenta FQF. p
- 14) UES. 2002 Manual de Química Analítica II. Ciudad Universitaria. Facultad de Química y Farmacia . Imprenta FQF. p.13
- 15) Willard H. y Otros. 1991. Métodos Instrumentales de Análisis. 7 ed. México. Editorial Iberoamericana. P 1-5.
- 21) <http://www.chem.vt.edu/chem-ed/data/standard.html>
- 16) <http://www.classes.uleth.ca/200103/chem2410/expt4.pdf>.
- 22) <http://www.geocities.com/ResearchTriangle/system/8440/cuantiativo/volhard>.
- 23) [www.monografias.com](http://www.monografias.com).
- 17) <http://www.bilbo.edu.uy/~dec/ecampos/analitica1/practica10pdf>.
- 24) <http://www.ql.fwn.uba.ar/materias/qa/tp9.doc>
- 25) <http://www.química.unlp.edu.ar/analitica/cap%2010.pdf>
- 26) [www.chemkeys.com](http://www.chemkeys.com)
- 18) Franco G. Y Otros .2003. Elaboración de una guía práctica para la preparación de reactivos químicos y estándares de uso frecuente en el análisis químico. El Salvador .P. 118

## ANEXO 1.

### **Tipos de Agua Especializado. (3)(4)**

Existen diferentes tipos de agua, cada uno de ellas tiene características propias que la diferencia una de la otra, y poseen diferentes usos. (18)

El agua se clasifica en:

- Agua bidestilada: es doblemente pura, mejora cualquier rendimiento en los procesos químicos, directos con el proceso y con el producto según sea el caso. (3)
- Agua desionizada: Esta agua es muy pura lo cuál, la hace muy especial. Es necesaria en los procesos farmacéuticos, maquiladores de componentes electrónicos, hospitalarios, elaboración de reactivos químicos.
- Agua desmineralizada: agua libre de sales y minerales, especial para todo proceso químico, lavado de todo tipo de maquinaria, procesos electrónicos, emulsiones, pinturas.
- Agua destilada: Esta posee baja conductividad, la cuál hace una buena opción en los procesos directos, ya sea mezclada con alguna emulsión, o por sí solo. Le ayuda a tener un mejor rendimiento con diferentes productos químicos. Los usos en la industria por lo general se requieren una buena calidad de agua (3)
- Agua Libre de CO<sub>2</sub>: agua que no contiene Dióxido de Carbono por que se ha eliminado por un proceso de ebullición.

## Preparación de Agua Libre de CO<sub>2</sub> .

En un beaker colocar 500 mL de agua destilada y calentar el agua hasta ebullición y dejar ebulir por 10 minutos y tapar la solución con un vidrio de reloj.

- Agua ultrapura: Este tipo de agua es sumamente especializado con rangos específicos en resistibilidad, especial para procesos con tarjetas electrónicas, rayos láser, infrarrojos y otro equipo especializado. También para la preparación de reactivos y lavado de plástico y material de vidrio para la preparación de medios de cultivos.

El agua posee diferentes tipos de impurezas dentro de las cuales se puede mencionar: partículas suspendidas, coloides, sólidos y gases inorgánicos disueltos, gases disueltos y sólidos orgánicos.

En la actualidad existen diferentes métodos de purificación del agua por ejemplo:

- Adsorción: esta utiliza carbón activado para remover sustancias orgánicas y cloro del agua de alimentación, estas sustancias se adhieren a la superficie del carbón activado y permanecen en el filtro. (3)
- Desionización: conocida también como desmineralización o intercambio de iones, consiste en la remoción de iones, del agua de alimentación por medio de resinas sintéticas. Estas resinas tienen afinidad por las impurezas inorgánicas disueltas y estas se dividen en aniónicas y catiónicas.
- Destilación: esta es la tecnología más utilizada en todo el mundo, el agua es sometida a dos fases durante el proceso, cambiando de líquido a vapor y

nuevamente a líquido. La destilación tiene la más amplia capacidad de cualquier forma de purificación. (3)

- Filtración: se usa en los sistemas de purificación de agua para remover partículas; los filtros de membrana usualmente tienen poros del tamaño de un submicrón. Las partículas y bacterias no pueden pasar a través de la membrana y se depositan en la superficie.(3)

- Osmosis Inversa: esta se da cuando el agua es presionada a través de una membrana semipermeable usando presión externa. La mayoría de las impurezas del agua no pasan a través de la membrana y permanecen en la superficie de la membrana hasta que se desechan en el desagüe.

Esta técnica se usa para el lavado de artículos de vidrio y plástico de resinas sintéticas. Estas resinas tienen afinidad por las impurezas inorgánicas disueltas y estas se dividen en aniónicas y catiónicas.

- Oxidación ultravioleta: la oxidación fotoquímica con luz ultravioleta de longitud de onda dual entre 185 y 245 nm puede eliminar los rastros orgánicos y erradicar microbios del agua pura. La luz ultravioleta puede también reducir los rastros de sólidos orgánicos. (3)

- Ultrafiltración: esta se usa para remover pirógenos.

## **ANEXO 2.**

### **Envase. (4)**

Los tipos de envase que se utilizan en un laboratorio son:

- Vidrio
- Plásticos (Nalgene)

Para poder elegir entre el vidrio y el plástico depende de la naturaleza de la sustancia a utilizar la aplicación y el tipo de producto teniendo en cuenta las propiedades específicas de estos materiales y el aspecto económico.

### **Envase de Vidrio.**

Un material de envase, que cumpla todas las exigencias para el almacenamiento de Estándares en el laboratorio no existe.

### **Propiedades Generales.**

El vidrio se distingue por su muy buena resistencia química frente al agua, soluciones salinas, ácidos, bases y disolventes orgánicos, sobrepasando en este aspecto a la mayoría de plásticos. Únicamente es atacado por el Ácido Fluorhídrico y a elevadas temperaturas, por Bases Fuertes y Ácido Fosfórico concentrado. (4)

Otra ventaja del vidrio son las estabildades de la forma e incluso a elevadas temperaturas y su alta transparencia. (4)

### **Envase de Plástico.**

**Propiedades Generales:** Las ventajas de los plásticos son su resistencia a la rotura y su bajo peso. Sus propiedades físicas y químicas varían notablemente según su composición. Muchos factores deben ser considerados, tiempo de actuación y concentración de los productos químicos, carga térmica, esterilización por vapor, esfuerzo mecánico, radiación ultravioleta y envejecimiento por ejemplo el efecto del detergente, es por otras influencias del medio ambiente. (4)

Propiedades Químicas:

Los plásticos están clasificados según su resistencia química en los siguientes grupos:

- **Muy buena resistencia química:** Si el efecto continuo del medio no provoca ningún daño al plástico en treinta días, el plástico puede permanecer resistente durante años.
- **Buena resistencia química:** esta condicionada por el efecto continuo del medio, provocando daños en el periodo de tiempo entre siete y treinta días.
- **Baja resistencia química:** No adecuadas para soportar el efecto continuo del medio ambiente. Pueden presentarse daños inmediatamente como deformaciones, coloración, fisuras.

### **ANEXO 3.**

#### **SOLUCIONES AMORTIGUADORAS O BUFFER. (2)**

Una solución amortiguadora es una mezcla compleja que, al añadirse a la solución, ayuda a mantener un pH determinado. Una solución amortiguadora soporta los cambios de pH que se producirán, si se diluye la solución o si se añade un ácido fuerte o una base fuerte a la solución manteniendo el pH constante. Estas soluciones son de gran importancia en numerosos sistemas Químicos y Bioquímicos.

La solución amortiguadora esta conformada por un Ácido Débil y la Sal de dicho Ácido o de una Base Débil y la sal de dicha Base, o bien de una sal ácida, como ejemplo se tiene el Ftalato Ácido de Potasio. Cuando se titula un Ácido Débil con una Base Fuerte se forma una solución amortiguadora; como por ejemplo: cuando se titula Ácido Acético 0.1N con el Hidróxido de Sodio 0.1 N

## ANEXO 4.

### Curvas de Titulación. (2)

Las curvas de valoración muestran el cambio mínimo de pH en la región amortiguadora en el curso de la titulación. Cuando se añade una base como la del Hidróxido de Sodio, a la solución en el punto intermedio de la titulación, el pH también se disminuirá muy poco.

Se puede añadir mucho ácido o base, de forma que el pH rebase la región amortiguadora y se eleve o disminuya con más rapidez. La cantidad de ácido o de base que puede **soportar** una solución amortiguadora manteniendo el pH en un intervalo muy pequeño se denomina **Capacidad amortiguadora de la solución**. Desde el punto de vista cuantitativo la capacidad amortiguadora se define como: el número de moles de una base fuerte que se necesitan para elevar el pH de un litro de solución amortiguadora por unidad de pH

La capacidad amortiguadora será mayor si hay más cantidad de solución amortiguadora presente. Una cantidad determinada de solución amortiguadora tendrá más capacidad amortiguadora cuando las concentraciones del ácido conjugado y la base de dicha solución son equimolares.

Para el caso en el plano cartesiano, en el eje de las “y” se coloca el pH cuando son Valoraciones de Neutralización, pero cuando son Valoraciones Complejométricas se utiliza las soluciones  $P_{Ca}$  y  $P_{Mg}$ , en el caso de Valoraciones de Precipitación se coloca las soluciones de  $P_{Ag}$  o  $P_{Cl^-}$ , y cuando son Valoraciones Redox se usa los potenciales redox en el eje “y”; para todas estas valoraciones se coloca en el eje de las “X” los mililitros gastados.

## ANEXO 5.

En las siguientes tablas se describen los diferentes indicadores Ácido - Base con su intervalo de pH y su respectivo color en los diferentes medio.

**Tabla de Indicadores Ácido-Base en Medio Acuoso. (2)(13)**

INDICADOR	pH INTERVALO	COLOR	
		ACIDO	ALCALINO
Amarillo de metilo	2.8 - 4.0	rojo	Amarillo
Anaranjado de metilo	3.1 - 4.1	rojo	Amarillo
Azul de bromofenol	3.0 - 4.6	amarillo	Purpúreo
Azul de bromotimol	6.0 - 7.6	amarillo	Azul
Azul de timol	1.2 - 2.8	rojo	Amarillo
Azul de timol	8.0 - 9.6	amarillo	Azul
Fenolftaleína	8.0 - 9.6	inoloro	rojo-violeta
Rojo de cresol	0.2 - 1.8	rojo	Amarillo
Rojo de metilo	4.2 - 6.2	rojo	Amarillo
Verde de bromocresol	3.8 - 5.4	amarillo	Azul

**Tabla de Indicadores Ácido-Base en Medio No Acuoso. (11)**

INDICADOR	pH INTERVALO	COLOR	
		ACIDO	ALCALINO
Alizarina Sulfonato de Sodio	3.7 – 5.2	Amarillo	Verde
Bromocresol Púrpura	5.2 – 6.8	Amarillo	Púrpura
Heliantina	3.0 – 4.4	Rojo	Amarillo
Rojo de Fenol	6.8 – 8.6	Amarillo	Rojo
Tornasol	5.0 – 8.0	Rojo	Azul
Violeta de Metilo	0.0 – 2.2	Amarillo	Verde

## ANEXO 6.

### Reactivos Valorantes Y Patrones para el Método de Precipitación. (2)

Existen diferentes métodos de normalización se exponen de forma resumida en el siguiente cuadro:

REACTIVO VALORANTE	METODO DE NORMALIZACION	USOS
AgNO <sub>3</sub>	Pesada directa de AgNO <sub>3</sub> Directa de Ag + HNO <sub>3</sub> Contra KCl o NaCl	Valoraciones Cl <sup>-</sup> , Br <sup>-</sup> CN <sup>-</sup> , y algunas mezclas
KCNS	Contra AgNO <sub>3</sub> Contra Hg o HgO disuelto en HNO <sub>3</sub>	Valoraciones Ag <sup>+</sup> , Hg <sup>++</sup>
KSCN	Contra Cu disuelto en HNO <sub>3</sub> añadir NH <sub>3</sub>	Valoración Cu <sup>++</sup> , Ni <sup>++</sup>
Hg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> Hg(ClO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> KCl, NaCl	Contra KCl, NaCl o KSCN Directa Contra AgNO <sub>3</sub>	Valoración Cl <sup>-</sup> , Br <sup>-</sup> , CNS <sup>-</sup> Valoración Ag <sup>+</sup>
K <sub>4</sub> Fe(CN) <sub>6</sub>	Contra Zn o ZnO disuelto en H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Valoración de Zn <sup>+2</sup>
(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> MoO <sub>4</sub>	Contra PbSO <sub>4</sub> disuelto en NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> Ácido.	Valoración de Pb <sup>+2</sup>

(2)

NOTA: Los cianuros metálicos (KCN) y el gas HCN liberado en su reacción con los ácidos son venenos poderosos; utilídense en disolución alcalina y en lugares bien ventilados y con mucho cuidado (usar cámara)

Cuando la velocidad de precipitación es muy lenta o de muy lento alcance de equilibrio de solubilidad puede emplearse la técnica de retrovaloración.

En este método se agrega un exceso medido de precipitante el cuál reacciona a velocidad favorable para formar el precipitado deseado y a continuación se retrovalora el precipitante que no reaccionó con una solución estándar de otro reactivo.

## ANEXO 7.

**Tabla de Indicadores Redox.** (7) (11)

<b>Indicador</b>	<b>Color del Reductor</b>	<b>Color del Oxidante</b>	<b>Condiciones</b>
Fenosafranina	Incoloro	Rojo	Ácido 1M
Índigo Tetrasulfonato	Incoloro	Azul	Ácido 1M
Azul de Metileno	Incoloro	Azul	Ácido 1M
Difenilamina	Incoloro	Violeta	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 1M Ac. Diluido
Difenilbenzidina	Incoloro	Violeta	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 1M
Ac.difenilaminosulfónico	Incoloro	Rojo-violeta	Ac. Diluido
Erioglaucina A	Amarillo - Verdoso	Rojo- azul	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0.5M
Ferroína	Rojo	Azul tenue	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 1M
p- Etoxicrisoidina	Rojo	Amarillo	Ac. Diluido
Ac. 2,3- difenilaminodi- carboxílico	Incoloro	Azul-violeta	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 7-10 M

## ANEXO 8.

### Preparación de Reactivos Complementarios.

#### Preparación de Ácido Acético 6N. <sup>(25)</sup>

Pureza del Ácido = 99.8% P/ P

Densidad del Ácido = 1.05 g/mL.

Medir 34.5 mL de Ácido Acético al 99.8% P/P de pureza y  $d = 1.05$  g/mL, colocar en un beaker de 1000 mL aproximadamente 500 mL de agua destilada fría y agregar al ácido lentamente con agitación constante, transferir la solución a un balón volumétrico de un litro de capacidad completar a volumen y homogenizar, envasar.

#### Preparación de Ácido Clorhídrico 0.1N. <sup>(25)</sup>

Medir 8.25 mL de Ácido Clorhídrico al 37% P/P de pureza y  $d = 1.18$ g/mL, colocar en un beaker en baño de agua fría, aproximadamente 500 mL de agua destilada y agregar el ácido lentamente con agitación constante, transferir la solución a un balón volumétrico de un litro de capacidad y completar a volumen. Homogenizar, envasar.

#### Preparación de Ácido Clorhídrico 1N. <sup>(25)</sup>

Pureza = 37% P/ P.

Densidad = 1.18 g/mL

Medir 82.50 mL de Ácido Clorhídrico al 37% P/P de pureza y  $d = 1.18$  g/mL, colocar en un beaker en baño de agua fría, aproximadamente 500 mL de agua destilada y agregar al ácido lentamente con agitación constante, transferir la

solución a un balón volumétrico de un litro de capacidad y completar a volumen y homogenizar, envasar.

**Preparación de Ácido Nítrico 6N.** <sup>(25)</sup>

Pureza = 69% P/ P

Densidad = 1.41 g/mL.

Medir 388.62 mL de Ácido Nítrico al 69% P/P de pureza y  $d = 1.41\text{g/mL}$ , colocar en un beaker de 1000 mL aproximadamente 500 mL de agua destilada y verter el ácido lentamente con agitación constante, transferir la solución a un balón volumétrico de un litro de capacidad y completar volumen y homogenizar, envasar.

**Preparación de Ácido Sulfúrico 1:6.** <sup>(25)</sup>

Pureza = 98 % P/ P.

Densidad = 1.84 g/mL.

Medir 1 mL de Ácido Sulfúrico Concentrado y en un beaker colocar 6 mL de agua destilada y agregar al ácido sobre el agua; agitar y envasarlo en un frasco gotero.

**Preparación de Ácido Sulfúrico 1N.** <sup>(25)</sup>

Pureza = 98% P/ P.

Densidad = 1.84 g/mL.

Medir 27.0 mL de Ácido Sulfúrico al 98% P/P de pureza y  $d = 1.84\text{ g/mL}$ , colocar en un beaker de 1000 mL aproximadamente 500 mL de agua destilada fría y agregar al ácido lentamente con agitación constante, transferir a un balón

volumétrico de un litro de capacidad y completar a volumen y homogenizar, envasar.

**Preparación de Ácido Sulfúrico 2N.** <sup>(25)</sup>

Pureza = 98% P/P.

Densidad = 1.84 g/mL.

Medir 54.0 mL de Ácido Sulfúrico al 98% P/P de pureza y  $d = 1.84$  g/mL, colocar en un beaker de 1000 mL aproximadamente 500 mL de agua destilada fría y agregar al ácido lentamente con agitación constante, transferir a un balón volumétrico de un litro de capacidad y completar a volumen y homogenizar, envasar.

**Preparación del Almidón.** <sup>(25)</sup>

Hacer una pasta con 1 gramo de almidón soluble y una pequeña cantidad de agua destilada y agregar con agitación continua a 100 mL de agua en ebullición. Hervir durante 1 minuto y dejar enfriar, en el caso de no utilizar inmediatamente la solución agregar 2.3 gramos de Yoduro de Potasio, el cual sirve como preservante.

**Preparación de Solución Buffer de Cloruro de Amonio- Hidróxido de Amonio.** <sup>(25)</sup>

Disolver 67.5 gramos de Cloruro de Amonio en 570 mL de Amoniaco Concentrado. Homogenizar y aforar la solución buffer con agua destilada en un balón volumétrico de 1000.0 mL.

**Preparación de Cloruro de Mercurio 0.2N.** (25)

Pesar con cuidado 27.15 g de reactivo puro en un beaker adecuado, luego disolverla con agua destilada. En caso de que la sal no se disuelva, agregar ácido clorhídrico concentrado hasta completa disolución a un balón volumétrico de un litro, lavar el beaker para arrastrar residuos, llevar con agua destilada a volumen y homogenizar, envasar.

**Preparación de Cloruro Estannoso 2N.** (25)

Pesar con cuidado 189.6 g de reactivo puro en un beaker adecuado, luego disolverla con Ácido Clorhídrico Concentrado, transferir a un balón volumétrico de un litro, lavar el beaker para arrastrar residuos, aforar y homogenizar, envasar.

**Preparación de Cromato de Potasio 5%.** (25)

Pesar con cuidado 9.71 g de reactivo puro en un beaker adecuado, agregar suficiente cantidad de agua destilada hasta disolverla, transferir la solución a un balón volumétrico de un litro, lavar el beaker para arrastrar residuos, llevar a volumen de aforo y homogenizar, envasar.

**Preparación de Diclorofluoresceína 0.1 %.** (25)

Pesar con cuidado 0.1 g de Diclorofluoresceína en un beaker adecuado y disolverlo con 60 mL de etanol y transferir la solución a un balón volumétrico de 100.0 mL, lavar el beaker para arrastrar residuos, llevar a volumen con etanol y homogenizar, envasar.

**Preparación de Difenilamina Sulfonato de Sodio 1%. <sup>(9)</sup> <sup>(7)</sup>**

Pesar en una balanza analítica 1.0 g de Difenilamina y disolverlo en 60 mL de Ácido Sulfúrico Concentrado, transferirlo a un balón volumétrico de 100.0 mL, aforar y homogenizar con Ácido Sulfúrico Concentrado y homogenizar, envasar.

**Preparación de Fenolftaleína 1%. <sup>(25)</sup>**

Pesar con cuidado 1 g de Fenolftaleína en un beaker adecuado y disolverlo con 60 mL de alcohol y transferir la solución a un balón volumétrico de 100.0 mL, lavar el beaker para arrastrar residuos, llevar a volumen con alcohol y homogenizar, envasar.

**Preparación de Ferroína 1.5%. <sup>(6)</sup>**

Pesar 1.5 g de 1,10- Fenantrolina Monohidratada disolver y aforar en 100.0 mL de Sulfato de Hierro (II) 0.025 N y homogenizar, envasar.

**Preparación de Hidróxido de Sodio 1N. <sup>(25)</sup>**

Pesar cuidadosamente 40.0 g de Hidróxido de Sodio en lentejas (hacerlo rápidamente ya que es higroscópico) en un beaker plástico. Disolver las perlas en agua libre de CO<sub>2</sub> y luego transferir la solución a un balón volumétrico de un litro, llevar a volumen hasta al aforo y homogenizar, envasar en un frasco plástico.

**Preparación de Molibdato de Amonio 3%. <sup>(9)</sup>**

Pesar 65 g de Molibdato de Amonio y 225 g de Nitrato de Amonio, luego medir 15 mL de Hidróxido de Amonio Concentrado y 600 mL de agua destilada. Agitar

y calentar lentamente suavemente. Una vez disueltos los cristales, filtrar (no lavar) y aforar a un litro con agua y homogenizar, envasar.

**Preparación de Rojo de Metilo 2%. <sup>(25)</sup>**

Pesar cuidadosamente 0.2 g de Rojo de Metilo en un beaker de vidrio, disolverlo en agua destilada y luego transferirlo a un balón volumétrico de 100.0 mL, aforar y homogenizar, envasar.

**Preparación de Sulfato Ferríco Amónico 5%. <sup>(9)</sup>**

Pesar 40 g de Sulfato Ferríco Amónico en cristales y transferirlo a un beaker de 250 mL, adicionar con bureta 50.0 mL de Ácido Sulfúrico 6 N y luego transferir a un balón volumétrico de un litro, aforar y homogenizar con agua destilada y homogenizar, envasar.

**Preparación de Violeta de Metilo 2%. <sup>(8)</sup>**

Pesar 0.2 g de Violeta de Metilo y disolverlo en 60 mL de Ácido Acético Glacial y transferirlo a un balón volumétrico de 100.0 mL, aforar y homogenizar con Ácido Acético Glacial y homogenizar, envasar.

**Yoduro de Potasio 0.1N. <sup>(25)</sup>**

Pesar exactamente 16.6 g de la sal 100% pura en un beaker protegido de la luz y luego disolverla completamente con una pequeña cantidad de agua destilada. Transferir la solución a un balón volumétrico de un litro previamente protegido de un litro previamente protegido de la luz (forrado de papel carbón), lavar el beaker arrastrando residuos y aforar el balón con suficiente agua destilada y homogenizar, envasar.