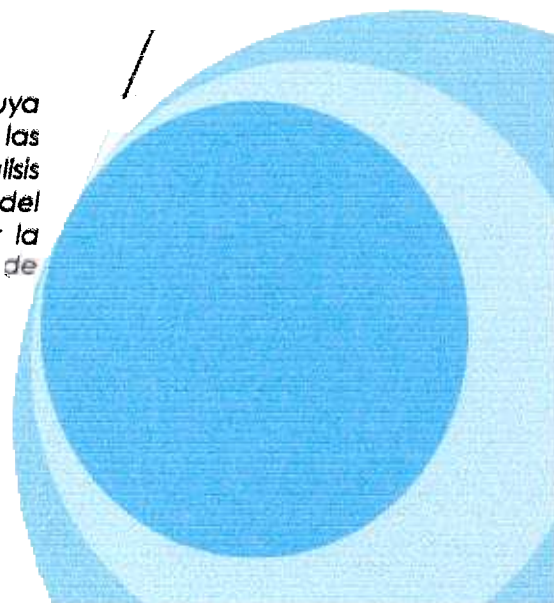


# MANUAL DE QUÍMICA ANALÍTICA EXPERIMENTAL I

*En este manual se presentan experiencias prácticas cuya finalidad es lograr que los alumnos conozcan y practiquen las operaciones y técnicas básicas que se utilizan para el análisis químico cuantitativo, propongan las diferentes etapas del proceso analítico y conozcan la importancia de asegurar la exactitud de los resultados a través de criterios de aseguramiento de calidad.*

**María Antonia Dosal Gómez, María Paz Adelina Pasos  
González, Rebeca Mariana Sandoval Márquez**

**2007**



## PRESENTACIÓN

Este manual de experiencias prácticas para la asignatura de Química Analítica Experimental I está dirigido a estudiantes de las carreras de Química (Q), Química Farmacéutica Biológica (QFB) y Química de Alimentos (QA) de la Facultad de Química. Esta asignatura se imparte en el sexto semestre para la carrera de Química y en el quinto para las del QFB Y QA. El valor en créditos para la asignatura es de cuatro créditos para la primera y tres para las segundas, razón por la que la profundidad de los temas a tratar varía entre una y las otras; sin embargo los objetivos fundamentales son comunes y consisten en lograr que: a) los alumnos conozcan y practiquen las operaciones básicas que se utilizan para el análisis químico cuantitativo, b) que propongan las diferentes etapas del proceso analítico tomando en consideración aspectos diversos y c) que conozcan la importancia de asegurar la exactitud de los resultados a través de criterios de aseguramiento de calidad.

Para alcanzar estos objetivos el buen trabajo en el laboratorio es fundamental y la calidad en el resultado analítico debe enseñarse a partir del primer curso básico de química analítica. En este curso básico se introducen principios básicos de Metrología Química graduando y aumentando paulatinamente las exigencias de calidad del resultado. Adicional a este manual se proporciona a los estudiantes documentos de información teórica relativa a estas experiencias y documentación de apoyo con ejemplos y resúmenes de conceptos previos vinculados a la adecuada comprensión de los resultados obtenidos en las experiencias realizadas.

Para lograr estas metas se han diseñado siete experiencias prácticas las cuales se presentan en este manual y proporcionan información general que puede ser adaptada a la resolución de problemas adecuados y diferentes para cada carrera; la primera de ella está propuesta para realizarse en una sesión y las demás en dos o tres sesiones de trabajo práctico. Adicional a las experiencias prácticas, el manual se inicia con una introducción al laboratorio de Química Analítica que incluye aspectos importantes relacionados con la seguridad en el laboratorio de Química Analítica, la protección al ambiente y la libreta o cuaderno de laboratorio.

La estructura de todas las experiencias prácticas tiene el mismo formato y está planteada de la forma que se indica a continuación.

### Objetivos

Se indican los conocimientos, habilidades y competencias que se pretende que el alumno adquiera con la actividad propuesta.

### Problema a resolver.

Se menciona el problema analítico que deberá ser resuelto haciendo especial énfasis en la metodología que deberá ser empleada para su resolución a fin de tener la opción de proponer problemas diferentes adecuados a cada una de las carreras

### **Información adicional.**

Se proporciona a los estudiantes las indicaciones generales necesarias para que puedan iniciar el trabajo experimental

### **Guía de experimentación.**

En este apartado se dan instrucciones precisas para que el alumno pueda seguir los procedimientos con la secuencia y cuidados necesarios; cabe señalar que esta guía no proporciona ninguna información (o receta) que implique decisiones que deben ser tomadas por los estudiantes a fin de que logren desarrollar el criterio analítico necesario para el buen trabajo en el laboratorio (cantidades, volúmenes, equipo o material a utilizar, etcétera). Los cálculos necesarios para las experiencias propuestas o cualquier otra información (valores de constantes termodinámicas, densidades, normas etcétera) deben ser realizados o consultados por los alumnos como actividad previa al laboratorio.

Adicionalmente, y a fin de agilizar el trabajo práctico, antes de iniciar el experimento deberán anotar en el cuaderno de laboratorio un diagrama resumido de las etapas a seguir

### **Resultados**

En este apartado se registran los datos que se obtienen como resultado del trabajo experimental (volúmenes, pesos, valores de señales obtenidos) y que son los necesarios para obtener los resultados que permiten resolver el problema

### **Cuestionario.**

Las preguntas del cuestionario se relacionan con resultado obtenido al tratar los datos con criterios de aseguramiento de la calidad y con los aspectos que constituyen el soporte teórico del procedimiento seguido

### **Equipo, material y reactivos.**

En este espacio se detalla el equipo, material y reactivos que se requieren en el procedimiento a seguir

Adicional a las experiencias prácticas, el manual se inicia con una introducción al laboratorio de Química Analítica que incluye aspectos importantes relacionados con . a) la seguridad en el laboratorio de Química Analítica, b) la protección al ambiente y c) la libreta o cuaderno de laboratorio II

María Antonia Dosal Gómez  
María Paz Adelina Pasos y González  
Rebeca Mariana Sandoval Márquez

INDICE

Página

PRESENTACIÓN

INDICE

1.- INTRODUCCIÓN AL LABORATORIO DE QUIMICA ANALÍTICA EXPERIMENTAL

La seguridad en el laboratorio -----	2
Protección del ambiente	5
Libreta o cuaderno de trabajo	7

2.- DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE HUMEDAD EN UNA MUESTRA COMERCIALo

Objetivos, problema a resolver , infomación y guía de experimentación	10
Resultados, cuestionario , material y equipo	11

3.- ANÁLISIS CUANTITATIVO DE ANALITOS PREVIA SEPARACIÓN POR PRECIPITACIÓN ( dos sesiones de trabajo experimental )

Objetivos, problema a resolver , Información y guía de experimentación	12
Resultados, cuestionario,material y equipo	13

4.- ANÁLISIS CUANTITATIVO DE ANALITOS CON BASE EN EQUILIBRIOS ACIDO BASE ( tres sesiones de trabajo experimental)

Objetivos, problema a resolver e infomación	15
Guía de experimentación, equipo, material y reactivos	16
Resultados y cuestionario de primera sesión	18
Resultados y cuestionario de segunda y tercera sesión	19

5.- ANÁLISIS CUANTITATIVO DE ANALITOS CON BASE EN EQUILIBRIOS REDOX ( tres sesiones de trabajo experimental)

Objetivos, problema a resolver e información	21
Guía de experimentación , equipo, material y reactivos	22
Resultados y cuestionario de las tres sesiones	24

## QUÍMICA ANALÍTICA EXPERIMENTAL

<b>6. ANÁLISIS CUANTITATIVO DE ANALITOS CON BASE EN EQUILIBRIOS DE FORMACIÓN DE COMPLEJOS ( dos sesiones de trabajo experimental)</b>	
Objetivos, problema a resolver, información y guía de experimentación	<b>28</b>
Equipo, material y reactivos	<b>29</b>
Resultados y cuestionario	<b>30</b>
<b>7.- ANÁLISIS CUANTITATIVO DE ANALITOS MEDIANTE EL USO DE CURVAS DE CALIBRACIÓN</b>	
Objetivo e información general	<b>32</b>
<b>8.- CURVA DE CALIBRACIÓN CONDUCTIMÉTRICA</b>	
Guía de experimentación , equipo, material y reactivos	<b>33</b>
Resultados	<b>34</b>
Cuestionario	<b>35</b>
<b>9.-CURVA DE CALIBRACIÓN FOTOMÉTRICA.</b>	
Procedimiento	<b>36</b>
Resultados	<b>38</b>
Cuestionario	<b>40</b>
<b>9. APENDICE</b>	
Instructivo de procedimiento de calibración de material volumétricos	<b>42</b>

## INTRODUCCIÒN AL LABORATORIO DE QUÌMICA ANALÌTICA EXPERIMENTAL

### 1. LA SEGURIDAD EN EL LABORATORIO DE QUÍMICA ANALÍTICA

La seguridad debe ser la primera preocupación del experimentador en el laboratorio.

**El laboratorio es un área de aprendizaje del trabajo práctico profesional donde no deben subestimarse los riesgos que existen cuando se manipulan materiales, equipos, reactivos y sustancias químicas aunque parezcan sencillos, inocuos y hasta familiares. Por lo tanto, en el laboratorio, no es aceptable una conducta irresponsable.**

Para reducir riesgos a la salud o a la integridad corporal, deben observarse reglas de seguridad, a menudo sencillas, en cualquier actividad que desarrollemos y, en particular, cuando realizamos trabajo práctico en el laboratorio. A menudo se dice que **los accidentes no ocurren por sí solos, ¡son provocados!** Las causas son generalmente por ignorancia, por cansancio, por descuidos, por uso de equipos defectuosos, por voluntad propia de tomar riesgos o aún por realizar bromas sin evaluar las consecuencias de las mismas.

Para minimizar riesgos, y prevenir accidentes es preciso conocer sus causas y estar siempre alertas para reconocer situaciones de riesgo susceptibles de desencadenar accidentes que pueden no sólo afectarnos sino también a los demás con los que trabajamos. La observación de *Buenas Prácticas de Laboratorio* reduce la incidencia de riesgos o de prácticas riesgosas en el trabajo experimental.

Existen tres causas fundamentales de accidentes en los laboratorios:

- Fuego.
- Contacto de sustancias químicas con la ropa o el cuerpo.
- Cortadas.

El riesgo por fuego se incrementa cuando se manipulan sustancias inflamables en la cercanía de llamas o chispas.

Deben evitarse posibles intoxicaciones por ingestión, inhalación o contacto de la epidermis o de las mucosas (especialmente la de los ojos) con cualquier sustancia química por inocua que parezca.

No deben subestimarse los riesgos de sufrir cortaduras cuando se manipula material de vidrio. El material de vidrio en general y sobre todo el sometido a frecuentes calentamientos como los vasos de precipitado y los vasos erlenmeyer, pueden romperse con sorprendente facilidad cuando se someten a esfuerzos de presión, de torsión o a pequeños golpes. En el caso de ser necesario ejercer esfuerzos sobre material de vidrio, éste debe envolverse previamente en un trapo grueso. El material de vidrio rayado o que presenta desportilladuras debe descartarse

antes de que se quiebre. Los pedazos de vidrio roto, particularmente los de pequeño tamaño, nunca deben recogerse con las manos: debe usarse cepillo y recogedor y una aspiradora.

No debe recibirse material de trabajo visiblemente defectuoso. Debe informarse al profesor responsable del grupo de las roturas de material o desperfectos detectados durante la operación de materiales y equipos.

Para prevenir los accidentes o minimizar los efectos de situaciones peligrosas, es preciso observar las reglas mínimas de conducta en el laboratorio que se mencionan a continuación:

### **Equipo de protección obligatorio:**

En el laboratorio de química analítica es necesario llevar una bata de algodón de talla apropiada, con mangas largas y correctamente abotonada, durante todo el tiempo que se trabaje en el laboratorio. Deberá utilizarse calzado cerrado.

### **La protección de los ojos debe ser una preocupación constante de los alumnos.**

Para evitar el contacto accidental de sustancias químicas o de cualquier tipo de partícula, es necesario llevar lentes de seguridad que proporcionen una protección de los ojos no sólo de frente sino también lateralmente. El uso de lentes correctivos no exenta de la necesidad de llevar lentes de protección a menos de que el armazón de aquellos esté provisto de protecciones laterales.

Un buen principio para reducir riesgos y aún limitar causas de error en el trabajo es ***mantener siempre el área de trabajo limpia y ordenada***; ubicar los frascos y recipientes alejados de los bordes de la mesa de trabajo. Evitar los movimientos bruscos durante las manipulaciones. Mantener los pasillos entre mesas de trabajo despejados y trasladarse de un punto a otro sin correr.

Otro buen principio es ***llegar al laboratorio sabiendo lo que se tiene que hacer*** y conocer de antemano las principales propiedades físicas, químicas y toxicológicas de los reactivos químicos con los que se debe trabajar. En particular: su punto de fusión, de ebullición y la solubilidad. Esta información suele encontrarse en los manuales de química como el *Handbook of Physics and Chemistry* editado por la Chemical Rubber Company o el *Lange's Handbook of Chemistry* editado por MacGraw-Hill.

Para reducir el riesgo de ingestión o inhalación accidental de sustancias químicas, nunca deben tomarse alimentos ni tampoco se debe fumar en el laboratorio. Si se sale a tomar alimentos, no debe conservarse la bata puesta. No deben probarse sustancias químicas o disoluciones ni tampoco inhalarse vapores, sobre todo si no se tiene información sobre la sustancia considerada.

Es necesario limpiar inmediatamente cualquier sustancia tirada o líquido derramado. Los ácidos o álcalis concentrados derramados deben neutralizarse (con bicarbonato de sodio) antes de limpiar el área afectada. Para efectuar la limpieza, las manos deben protegerse con guantes de hule para uso rudo.

Las transferencias de líquidos que emiten vapores tóxicos o corrosivos como las disoluciones concentradas de ácido clorhídrico o nítrico, o las de amoniaco, deben efectuarse bajo la campana después de asegurarse de que el tiro de la misma es satisfactorio.

Las reacciones que desprenden vapores o que involucran disolventes volátiles, inflamables o tóxicos deben también realizarse bajo campana con tiro satisfactorio.

La transferencia de volúmenes precisos de disoluciones debe efectuarse con pipetas volumétricas provistas de una pera de succión o de una "propipeta". Nunca debe pipetearse por aspiración directa con la boca.

Las diluciones de los ácidos concentrados siempre deben efectuarse añadiendo la disolución concentrada al agua, nunca a la inversa.

Las disoluciones que se preparan, siempre deben etiquetarse correctamente, en el momento de su preparación.

Antes de utilizar disolventes inflamables, es preciso verificar que no se encuentran mecheros encendidos en la cercanía.

Debe tenerse conocimiento de la ubicación de las llaves maestras de los suministros de gas, electricidad y agua del laboratorio. También debe tenerse conocimiento de la ubicación de los extinguidores y demás equipos de seguridad así como de su correcta utilización. En el caso de que alguna sustancia química entre en contacto con la piel (manos, cara, y sobre todo con los ojos), debe lavarse la zona afectada con abundante agua durante 15 minutos por lo menos. **Cualquier incidente o accidente, por menor que parezca, debe informarse inmediatamente al profesor encargado del grupo. Es responsabilidad del profesor controlar que se observen las reglas de seguridad. Los alumnos que no desean respetar las reglas no podrán seguir el programa de prácticas.** Antes de retirarse del laboratorio, debe dejarse el área de trabajo limpia y lavarse las manos.

## BIBLIOGRAFÍA

G.J. Shugar, R.A. Shugar, L. Bauman and R. Shugar Bauman, "Chemical Technicians Ready Reference Handbook". MacGraw-Hill, 1981.

M.D. Hawkins, "Technician Safety and Laboratory Practice". Cassell London, 1980.



## PROTECCIÓN AL AMBIENTE

Las actividades desarrolladas en el laboratorio producen generalmente desechos y residuos que se presentan a menudo en la forma de sólidos, de suspensiones o de disoluciones.

Antes de deshacerse de los residuos, se requiere informarse sobre la forma apropiada de realizar su eliminación dependiendo del grado de peligro que éstos representan para el ambiente.

La Norma Oficial Mexicana NOM-CRP-001-ECOL/1993, establece las características de los residuos peligrosos y los límites que hacen a un residuo peligroso por su toxicidad al ambiente.

La norma define un residuo peligroso cuando presenta cualquiera de las siguientes características:

1.- Corrosividad	3.- Explosividad	5.- Inflamabilidad
2.- Reactividad	4.- Toxicidad al ambiente	6.- Biológico infecciosa

Sin entrar en el detalle de la norma mencionada y limitándonos en forma resumida al caso de los residuos generados en el Laboratorio de Analítica I, un residuo se considera peligroso por corrosividad cuando en estado líquido o en solución acuosa presenta un pH menor o igual a 2 o mayor o igual a 12.5.

Un residuo se considera peligroso por su reactividad cuando, bajo condiciones normales de temperatura y presión, reacciona violentamente formando gases, vapores o humos al ponerse en contacto con HCl 1.0 N o con NaOH 1.0 N, cuando la relación residuo-solución es igual a 5:1, 5:3, o 5:5.

Un residuo se considera peligroso por su toxicidad al ambiente cuando presenta niveles excesivos de diversos constituyentes tóxicos entre los que se puede mencionar los siguientes:

Arsénico	Cadmio	Mercurio	Plomo
Bario	Cromo hexavalente	Níquel	Selenio
Benceno	Clorobencenos	Cloroformo	Etilmetilcetona
Fenol	Nitrobenceno	Tetracloruro de carbon	Tolueno

Un residuo se considera tóxico por su inflamabilidad cuando contiene más de 24% de alcohol en volumen o cuando en estado líquido tiene un punto de inflamación inferior a 60°C.

***Una eliminación inapropiada de residuos en el laboratorio puede exponer a todos a situaciones peligrosas.***

Las disoluciones acuosas ácidas o alcalinas, de pH comprendido entre 2 y 12, pueden verterse lentamente al drenaje mientras fluya abundantemente el agua de la llave para efecto de dilución. Al terminar la operación, se deja fluir el agua de la llave un tiempo adicional para arrastrar los restos de disolución presentes en las cañerías con el fin de diluir los ácidos o álcalis y reducir su efecto corrosivo.

Las disoluciones de ácidos o de bases de concentración tal que su pH resulte menor que 2 o mayor que 12, deben neutralizarse previamente con cualquiera de los siguientes reactivos aplicables, de grado técnico: cal, lejía, bicarbonato de sodio.

Los residuos que contienen metales pesados deben reunirse en un recipiente dispuesto en el laboratorio para tal efecto y debidamente identificado.

Los disolventes orgánicos insolubles con el agua que pueden ser inflamables o tóxicos no deben tirarse al drenaje: los vapores inflamables pueden acumularse en las cañerías y presentar un serio peligro de explosividad. Éstos deben colectarse en recipientes debidamente identificados y previstos para tal efecto, siguiendo las instrucciones de su profesor.

Los residuos que contienen plata deben recolectarse en otro recipiente para su reciclaje.

## **BIBLIOGRAFÍA**

NOM-CRP-001-ECOL/1993, Diario Oficial de la Federación, 22 de octubre de 1993.

G.J. Shugar, R.A. Shugar, L. Bauman and R. Shugar Bauman, "Chemical Technicians Ready Reference Handbook". MacGraw-Hill, 1981.

## LIBRETA O CUADERNO DE LABORATORIO

Las actividades que se desarrollan en laboratorios de química analítica se enfocan generalmente hacia objetivos que consisten en la resolución de problemas que requieren de la caracterización de una o varias propiedades de sustancias o materiales existentes o nuevos, o hacia la caracterización y/o cuantificación parcial o completa de los constituyentes de muestras muy diversas.

Para alcanzar estos objetivos, es necesario tener perfectamente delimitados los problemas que se requiere resolver. Las etapas en la resolución de dichos problemas involucran generalmente la realización de trabajos experimentales, los cuales implican operaciones elementales como observar cuidadosamente los materiales o muestras que constituyen los problemas, efectuar pruebas físicas y químicas preliminares sobre los materiales y muestras por caracterizarse, realizar pesadas, preparar disoluciones de muestras para el análisis y de reactivos químicos auxiliares de composición conocida, efectuar calibraciones de equipos, observar cuidadosamente el comportamiento de los materiales sometidos a pruebas, realizar mediciones, efectuar cálculos e interpretar los resultados obtenidos de los mismos y finalmente elaborar y entregar informes a los interesados.

La complejidad de las operaciones involucradas en la resolución de problemas analíticos implica *que el personal profesional mantenga un registro ordenado, preciso, objetivo y fidedigno* de la naturaleza de los problemas por resolver, de la planeación del trabajo por realizarse, de las operaciones experimentales realizadas, de las observaciones, de las mediciones y de los cálculos necesarios para la elaboración del informe final.

*La falta en el cumplimiento del registro correcto de la totalidad del trabajo de planeación y ejecución experimental realizado no puede conducir a un informe final creíble. La gran diversidad y complejidad de las actividades profesionales realizadas a diario no pueden reposar solamente sobre la memoria de los que las realizan.*

Cuanto mejor esté el registro *directo* del trabajo *en el momento de su realización*, tanto más fácil será la elaboración del informe final y el mismo registro constituirá la prueba de lo realizado en el caso de que se requiera efectuar revisiones o cuando surjan controversias después de la entrega del informe final.

En el ejercicio profesional, los trabajos que impliquen un gran nivel de responsabilidad y de los que dependen costosas inversiones, pueden suscitar controversias que llevan a las partes en desacuerdo delante de los tribunales. En estos casos, la bitácora de registro del trabajo realizado por el profesional constituirá el elemento decisivo a su favor si su trabajo fue realizado y registrado correctamente, o en su contra si se detectan deficiencias en sus registros.

Por lo anterior, la preparación de profesionales de las áreas científicas y técnicas incluye el aprendizaje del registro satisfactorio del trabajo experimental.

En el laboratorio de química analítica, el registro del trabajo experimental debe realizarse en cuadernos o libretas encuadernadas y foliadas (el foliado puede efectuarse manualmente). El tamaño del cuaderno debe ser mediano (formato francés o italiano de 100 páginas) para ser de manejo fácil y ser transportable en los lugares mismos donde se efectúan los registros (mesa de laboratorio, cuarto de balanzas, etc.). No es aceptable efectuar registros de pesadas por ejemplo, sobre tiras de papel, sobre cajetillas de cigarrillos o, peor aún, sobre las manos.

La primera página del cuaderno debe llevar los datos relativos al estudiante (nombre dirección y teléfono), los datos relativos al laboratorio cursado (Facultad de Química UNAM, Departamento de Química Analítica, ubicación del laboratorio, nº de grupo, horario y nombre del profesor etc.).

Cada experimento debe empezar en una nueva página con la fecha y el título del experimento. Es recomendable preparar el cuaderno con el objetivo del trabajo y las tablas para el registro de los datos experimentales siguiendo el modelo que se presenta generalmente en los protocolos de cada experimento por realizar.

En el ejercicio profesional, se exige que los registros en bitácoras y libretas se hagan con tinta indeleble de forma que no se pierda legibilidad o que no exista la posibilidad de realizar alteraciones de los datos asentados. Cuando se comete un error en el registro de un dato, no se permite usar corrector ni tampoco borrarlo. Es preciso cancelar el dato con una sola línea atravesada que no impida la legibilidad original del mismo y volver a escribir al lado el dato correcto.

Debe separarse claramente cada sección del experimento con los encabezados apropiados:

- Introducción,
- Objetivo,
- Equipos y materiales,
- Precauciones y medidas de seguridad,
- Principio resumido del método,
- Lecturas de las mediciones,
- Observaciones personales durante el desarrollo del experimento,
- Cálculos y resultados,

- Acciones realizadas para la protección al ambiente.

Debe tenerse cuidado en el registro correcto de los valores numéricos de las mediciones. Cuando se efectúan lecturas con aparatos o instrumentos, debe tenerse conciencia de la precisión de lectura que depende, en su caso, de la más pequeña división de la escala de medición. De la precisión de lectura de la escala de medición depende el número de cifras significativas de una lectura.

Siempre debe tenerse conciencia de los errores que pueden afectar las mediciones para evaluar la incertidumbre sobre un resultado de medición. Cuando se observa que cierto factor influye sobre una medición, ello debe anotarse en la libreta de trabajo.

Cuando el experimento involucra la observación de un fenómeno físico o químico, éste debe describirse en el momento mismo en que se produce, de manera objetiva, precisa completa y concisa en la misma libreta de trabajo. Las condiciones en las que se realiza la observación también deben anotarse, con ello puede limitarse la interferencia, *a posteriori*, de ideas subjetivas o preconcebidas en torno a la observación realizada y pueden tenerse elementos apropiados para discutir posteriormente resultados inesperados en las observaciones efectuadas.

El registro objetivo y *honesto* de las observaciones y de los resultados de las mediciones es un elemento esencial del trabajo de un *científico responsable y con ética profesional*. Poca credibilidad puede otorgarse a un "profesional" que no tiene escrúpulos para "cucharearse" resultados, bien sea para ceder a presiones, o bien para lograr ventajas personales.

El alumno deberá presentar su libreta o cuaderno de trabajo al profesor quien revisará los registros realizados en la fecha señalada y firmará en el espacio adecuado. Ello dará fe de los resultados experimentales que el alumno utilizará para preparar su informe final el cual incluirá el análisis y la discusión de los mismos resultados experimentales.

Alain Quéré,  
Noviembre de 1995

## **DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE HUMEDAD EN UNA MUESTRA COMERCIAL**

### **Objetivos.**

Aprender la importancia de la estufa y la balanza analítica en operaciones básicas de análisis químico cuantitativo.

Aprender la importancia de la determinación de humedad en diferentes muestras.

### **Problema a resolver.**

Comprobar si el contenido de humedad en una harina de maíz coincide con los requerimientos de las normas oficiales.

### **Información.**

- 1.- Para determinar el contenido de humedad en muestras será necesario conocer el peso de la muestra antes y después de haberla secado en la estufa, a temperatura controlada (100-110°C), hasta tener la seguridad de que la muestra está completamente seca. Para lograrlo será necesario que se efectúen operaciones consecutivas de secado y pesado.
2. Para conocer y utilizar correctamente la balanza analítica es indispensable leer el manual correspondiente (disponible en el laboratorio).
3. En caso de disponer de un marco de pesas de referencia, la balanza deberá haber sido verificada previamente según instrucciones oficiales.
4. La estufa debe estar regulada térmicamente.

### **Guía de experimentación.**

1. Ajustar y nivelar la balanza analítica.
2. Verificar la balanza analítica con dos pesas de referencia (en caso de disponer de ellas).
3. Tomar una muestra homogénea colocada en un pesafiltros previamente pesado, procedente de un muestreo correcto.
- 4.- Pesar el pesafiltros con la muestra, anotar el peso. Una vez pesado no debe tocarse con las manos. Utilizar las pinzas de crisol o una abrazadera de papel. (1)
- 5- Meter a la estufa el pesafiltros con la muestra y dejarlo durante 30 minutos.

---

<sup>1</sup> Recordar dejar el tapón ligeramente inclinado para permitir la salida de la humedad

6.- Sacar el pesafiltros de la estufa y dejarlo enfriar en el desecador el tiempo necesario (aproximadamente 20 minutos) para equilibrarse con el ambiente.

7.- Pesar el pesafiltros con la muestra fría y anotar el peso.

8.- Repetir los pasos 5 a 7 (al menos una vez) hasta que el peso permanezca constante.

**Resultados:**

Peso del pesafiltro vacío	
Peso del pesafiltro con muestra húmeda.	
<b>Peso de la muestra húmeda</b>	_____g
<b>Operaciones para lograr el peso constante</b>	
Primera pesada	
Segunda pesada	
Tercera pesada opcional	
<b>Peso de la muestra seca</b>	_____g

**Cuestionario**

1.-Indicar la forma en que se tomó la muestra de harina de maíz.

2. ¿Cuál es el porcentaje de humedad de la muestra? Indicar los cálculos efectuados.

3.- Preguntar a los compañeros los resultados obtenidos e informar de la reproducibilidad de los mismos.

4.-Consultar la norma correspondiente e indicar si la humedad de la maizena se encuentra dentro de los valores permitidos

**Equipo, material y reactivos.** Balanza analítica, estufa, desecador, pesafiltros, espátula, pinzas para crisol, maizena y cloruro de calcio.

## ANÁLISIS CUANTITATIVO DE ANALITOS PREVIA

### SEPARACIÓN POR PRECIPITACIÓN

#### Objetivos.

Conocer las operaciones básicas requeridas para la separación cuantitativa de analitos por: precipitación y filtración.

#### Problema a resolver.

¿Cuál es la pureza de una muestra comercial de cloruro de aluminio?

#### Información.

- 1.- La pureza de la muestra se determina mediante su disolución en agua y en ácido clorhídrico, seguida de la precipitación del  $\text{Al}^{3+}$  en forma de  $\text{Al}(\text{OH})_3$  y posterior calcinación del hidróxido para formar el correspondiente óxido ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ).
- 2.- En hojas adjuntas se encuentra la información general requerida para el proceso de precipitación y calcinación.
- 3.- Para realizar operaciones de pesado, el recipiente que contiene la muestra debe estar frío.

#### Guía de experimentación.

1. Pesar la muestra de cloruro de aluminio comercial (entre 100 y 200 mg) y colocarla en un vaso de precipitado de 250 mL<sup>(1)</sup>
2. Añadir 1 mL de una disolución de HCl (1:1), adicionar agua destilada hasta 100 o 150 mL y agregar dos gotas de indicador rojo de metilo.
3. Calentar la disolución anterior y precipitar el  $\text{Al}^{3+}$  con amoníaco concentrado, lentamente y agitando hasta que el indicador cambie de color.
4. Digerir el precipitado 10 minutos.
5. Filtrar por decantación y transferir el precipitado cuantitativamente al papel filtro con ayuda del gendarme y de pequeñas porciones de una disolución caliente de nitrato de amonio al 1 %.
6. Para evitar la "peptización" continuar el lavado del precipitado con pequeñas porciones de la disolución de nitrato de amonio caliente, hasta eliminación de los cloruros.

---

<sup>(1)</sup> Esta operación puede ser realizada por diferencia de peso o directamente en una navecilla



7. Doblar el papel filtro por los bordes y ponerlo en el crisol, previamente pesado hasta peso constante. Colocar el crisol sobre una tela de asbesto y calentar suavemente con el mechero hasta secar el papel filtro.
8. Continuar el calentamiento del crisol sobre un triángulo de porcelana para que se carbonice el papel filtro.
9. Meter a la mufla el crisol con precipitado seco, durante 30 minutos y a una temperatura de 1000°C, para calcinar el precipitado y se transforme en óxido de aluminio.
10. Sacar el crisol y colocarlo sobre una placa de asbesto hasta que desaparezca el rojo antes de meterlo a enfriar al desecador.
11. Pesar el crisol con el precipitado.
12. Repetir los pasos 10 y 11 hasta obtener peso constante
13. Calcular el porcentaje de cloruro de aluminio en la muestra comercial

**Resultados.**

Peso del crisol vacío a peso constante.	
1er. peso del crisol con precipitado después de meter a la mufla.	
2º. peso del crisol con precipitado	
3er. Peso (opcional)	
Masa de $Al_2O_3$	

**Cuestionario.**

1. ¿Por qué se usa rojo de metilo como indicador en la precipitación del método?
2. ¿Qué significa peptización?
3. ¿Porqué el método no recomienda la precipitación del hidróxido de aluminio con sosa o potasa?
4. ¿En qué intervalo de pH es posible asegurar que una disolución de concentración aproximada 0.001 mol/ L de  $Al^{3+}$  precipita cuantitativamente (al 1%) y no se disuelve el hidróxido precipitado?
5. ¿Cuál es la pureza de la muestra de cloruro de aluminio comercial?

6. Pregunta a tus compañeros los resultados obtenidos e informa de la **reproducibilidad** de los mismos.

**Equipo, material y reactivos.**

Balanza analítica, mufla, espátula, vasos de precipitado de 250 mL, vasos de precipitado de 100 mL, vidrio de reloj, embudo de vidrio de tallo largo con estrías, tripie, triángulo de porcelana, dos agitadores de vidrio (uno sólo y otro con gendarme), mechero de Bunsen, pizeta, papel filtro de poro adecuado y sin cenizas, crisol con camisa, pinzas para crisol, desecador con desecante adecuado , HCl concentrado, agua destilada, rojo de metilo al 1%, amoniaco concentrado, nitrato de amonio.

## **ANÁLISIS CUANTITATIVO DE ANALITOS CON BASE EN EQUILIBRIOS ÁCIDO- BASE**

### **Objetivo<sup>2</sup>**

Conocer la importancia de verificar el material volumétrico antes de realizar cualquier análisis químico cuantitativo.

Aplicar los criterios de calidad analítica a resultados de análisis.

Preparar y normalizar disoluciones de NaOH y HCl de concentración conocida.

Conocer la importancia de la selección adecuada de indicadores ácido – base.

Determinar la pureza de ácidos o bases en muestras comerciales usando disoluciones normalizadas

### **Problema a resolver.**

Identificar que fosfato de amonio contiene la muestra comercial proporcionada y cuál es su pureza.

### **Información.**

- 1.- Para poder determinar la concentración de una disolución patrón, se deberá distinguir cuáles son las características de los patrones primarios y secundarios.
- 2.- Se deberá determinar la precisión que es posible alcanzar con el material volumétrico que será utilizado (bureta y pipeta). Información adicional acerca de este tema se indica como documento adicional.<sup>3</sup>
- 3.- Para preparar la disolución de NaOH se usará agua destilada libre de bióxido de carbono.
- 4.- Para preparar la disolución de HCl se requiere conocer la densidad y el porcentaje de pureza del ácido utilizado.
- 5.- Para la normalización de las disoluciones de HCl y NaOH se requiere elegir el patrón primario o secundario adecuado.

---

<sup>2</sup> Para lograr estos objetivos se utilizarán 3 sesiones de laboratorio

<sup>3</sup> Ver apéndice

6.- Antes de pesar los patrones sólidos elegidos se requiere que el reactivo esté seco y que la balanza funcione correctamente.

7.- Es necesario elegir el indicador adecuado para la titulación de cada una de las disoluciones de NaOH y HCl.

### **Guía de experimentación.**

1.- Colocar en el pesafiltros el biftalato de potasio (patrón primario para titular la NaOH), poner la tapa ligeramente ladeada y secar en la estufa entre 100° y 110°C durante una hora. Enfriar en desecador.

2.- Hervir el agua destilada en un recipiente de boca angosta manteniendo la ebullición durante 10 minutos. Para evitar que el bióxido de carbono vuelva a entrar al recipiente, tapar con un trozo de plástico del utilizado para envolver alimentos y dejar enfriar. Utilizar el tiempo de espera para verificar la bureta y la pipeta de 10 mL

3.- Verificar la bureta y la pipeta volumétrica siguiendo el procedimiento indicado en el instructivo adjunto.

4.- Pesar la cantidad aproximada de NaOH, para preparar 200 mL de la disolución  $\approx 0.1$  mol/L.

5.- Medir el volumen de HCl necesario para preparar 200 mL de la disolución  $\approx 0.1$  mol/L.

6.- Transferir las disoluciones de NaOH y HCl en sendos recipientes indicados por el profesor.

7.- De los recipientes tomar en un vaso de 50 o de 100 mL limpio y seco un volumen de la disolución de NaOH y llenar la bureta<sup>4</sup> con esta disolución. Normalizarla con el patrón primario adecuado. Para esto pesar por diferencia la cantidad aproximada necesaria para requerir un volumen aproximado de NaOH de 18 mL.

### **Repetir esta operación tres veces.**

8.- De los recipientes generales tomar en un vaso de 50 o de 100 mL limpio y seco un volumen de la disolución de HCl preparada. De esta disolución tomar alícuotas con la pipeta<sup>5</sup> volumétrica (10.0ml) previamente verificada y valorarlas con la disolución de NaOH previamente normalizada. Repetir esta operación tres veces.

---

<sup>4</sup> Recuerda que la bureta y la pipeta deben ser enjuagadas con pequeños volúmenes de las correspondientes disoluciones

<sup>5</sup> Recuerda que la bureta y la pipeta deben ser enjuagadas con pequeños volúmenes de las correspondientes disoluciones

**9.-** Realizar los cálculos necesarios para determinar las concentraciones de las disoluciones de NaOH y HCl preparadas (tomar en consideración las correcciones de volúmenes asociados a la verificación de la bureta y a la temperatura de trabajo).

**10.-** Pesar por diferencia y con exactitud una cantidad aproximada (entre 150 y 250 mg) de la muestra. Colocarla en un matraz erlenmeyer de 250 mL, disolverla en un volumen aproximado de 50 mL de agua destilada. Utilizar la disolución de de NaOH para valorar la muestra, usando **fenolftaleína** como indicador.

**Repetir esta operación tres veces.**

**11.-** Pesar por diferencia y con exactitud una cantidad aproximada (entre 150 y 250 mg) de la muestra. Colocarla en un matraz erlenmeyer de 250 mL, disolverla en un volumen aproximado de 50 mL de agua destilada. Utilizar la disolución de de HCl para valorar la muestra, usando **verde de bromocresol** como indicador.

**Repetir esta operación tres veces.**

**12.-** Realizar los cálculos necesarios para identificar y cuantificar la muestra de fosfato de amonio proporcionado.

**Equipo, material y reactivos.**

Balanza analítica, estufa, espátula, vasos de precipitado, pesafiltros con tapón, placa de calentamiento, agitador de vidrio, mechero de Bunsen, peseta, desecador, bureta, pipeta, matraz aforado con tapón, termómetro, pera de succión, NaOH en lentejas, HCl concentrado (densidad =1.18 g/mL y pureza =36%), agua destilada, indicadores ácido-base y biftalato de potasio.

**ANÁLISIS CUANTITATIVO DE ANALITOS CON BASE EN EQUILIBRIOS ÁCIDO- BASE**

**Resultados 1ª sesión**

**Calibración de material volumétrico.**

**Bureta.**

Temperatura del agua: \_\_\_\_\_°C

Lectura bureta entre	0 y 10	10 y 20	20-30
Volumen de agua medido	10 mL	10 mL	10 mL
Masa del agua .	_____g	_____g	_____g
Volumen de agua corregido a temperatura del agua	_____mL	_____mL	_____mL

**Pipeta.**

Temperatura del agua: \_\_\_\_\_°C

Volumen de agua	10 mL	10 mL	10 mL
<b>volumen nominal</b>			
Masa del agua del			
<b>volumen nominal.</b>	_____g	_____g	_____g
Volumen de agua corregido a temperatura del agua.			
<b>Volumen verdadero</b>	_____mL	_____mL	_____mL

**Cuestionario.**

- 1.- ¿Cuál es la corrección que se debe aplicar al **volumen nominal** para obtener el **volumen verdadero** ?. Utilizar la tabla del material adjunto para calcular el **volumen verdadero** a la temperatura experimental del agua.
2. Como ejercicio repetir el cálculo para otras cinco temperaturas comprendidas entre 20 y 25° C

**Resultados 2ª. Sesión**

***Preparación y normalización de la disolución de NaOH.***

Masa de NaOH, utilizada para preparar disolución $\approx 0.1M$ .	_____g
---	--------

Patrón primario utilizado \_\_\_\_\_.

Masa molar del patrón primario: \_\_\_\_\_ g/mol

Determinación	1	2	3
Masa de patrón primario.	— _____g	_____g	_____g
Volumen de NaOH en el punto final de la valoración.	_____mL	_____mL	_____mL

Indicador utilizado \_\_\_\_\_

***Preparación y normalización de la disolución de HCl***

*Volumen de HCl concentrado utilizado para preparar la disolución  $\approx 0.1M$ .*

El patrón secundario utilizado es \_\_\_\_\_.

Determinación	1	2	3
Volumen de alícuota			
Volumen de HCl en el punto final de la valoración.	_____mL	_____mL	_____mL

Indicador utilizado \_\_\_\_\_

**3.-Calcular la concentración de NaOH**

**4. Calcular la concentración de HCl**

**Cuestionario.**

- 1.- ¿Por qué se debe hervir el agua destilada que se usa para preparar la disolución de NaOH?
- 2.- ¿Cuál es la concentración de la disolución de NaOH?
- 3.- ¿Cuál es la concentración de la disolución de HCl?
- 4.- ¿Qué indicadores seleccionaste y por qué
- 5.- En la titulación del HCl ¿cuál es el error cometido debido al indicador que utilizaste?
- 6.- Pregunta a tus compañeros los resultados obtenidos en la determinación de la concentración de las disoluciones de HCl y NaOH e informa de la repetibilidad y reproducibilidad de los resultados

**Resultados 3ª sesión**

**Desarrolla un pequeño informe simple, conciso y claro del procedimiento que seguiste para deducir la composición de la muestra problema y de su pureza Indica en el informe todas las medidas y cálculos efectuados para obtener los resultados con la repetibilidad indicada.**



## ANÁLISIS CUANTITATIVO DE ANALITOS

### CON BASE EN EQUILIBRIOS REDOX

#### Objetivos<sup>(6)</sup>

Preparar y normalizar disoluciones de permanganato de potasio, tiosulfato de sodio y yodo de concentración conocida, utilizando el material calibrado.

Aprender a utilizar indicadores de uso común en titulaciones redox

Determinar la pureza de muestras comerciales usando las disoluciones normalizadas.

Aplicar los criterios de calidad analítica a resultados de análisis.

#### Problema a resolver.

Determinar la pureza de muestras comerciales.

#### Información.

1. Se requiere que, una vez preparada la disolución de  $\text{KMnO}_4$ , se hierva, se enfríe y filtre (a través de fibra de vidrio) antes de guardarla en un frasco de color ámbar.
2. Debido a la escasa solubilidad del yodo, sus disoluciones deben ser preparadas en presencia de yoduro de potasio para formar el complejo triyoduro  $\text{I}_3^-$ .
3. La disolución de tiosulfato de sodio se preparará con agua recién hervida y libre de  $\text{CO}_2$  para evitar que éste provoque la dismutación del tiosulfato (dando bisulfito y azufre coloidal) .
4. La descomposición del tiosulfato puede ser también causada por efecto de bacterias; ésta se minimiza en pH ligeramente alcalino para lo cual se adiciona carbonato de sodio (100 mg/L).
5. Debido a la cinética lenta de algunas reacciones redox, se recomienda realizarlas en caliente para acelerar la velocidad. En el caso particular de la titulación del permanganato con oxalato, la temperatura deber ser controlada para evitar la descomposición del oxalato (entre 60° y 70°C)
6. En las titulaciones con yodo se utiliza almidón<sup>7</sup> como indicador; éste se agrega cuando la disolución que se titula toma un color amarillo paja.

---

<sup>6</sup> Para lograr estos objetivos se utilizarán 3 sesiones de laboratorio

<sup>7</sup> Preparación de la disolución de almidón Se hace una pasta con 1 g del polvo de almidón soluble y un poco de agua destilada; se vierte ésta con constante agitación sobre un vaso que contenga 100 mL de agua destilada en ebullición. Después de hervir por un minuto, se deja enfriar y se guarda en un frasco tapado

7. En las valoraciones del permanganato con oxalato de sodio y tiosulfato con permanganato se requiere un medio ácido (se utiliza ácido sulfúrico 1:4 ó 9 N.)

8. El patrón primario para titular el permanganato es oxalato de sodio secado entre 100-110°C durante una hora

### Guía de experimentación.

#### 1.- Preparación y normalización de la disolución de $\text{KMnO}_4$

- Pesar la cantidad de  $\text{KMnO}_4$  necesaria para preparar 200 mL de una disolución de concentración aproximada 0.02 mol/L
- Transferir esta disolución al recipiente general etiquetado para este fin.
- Para valorar la disolución de permanganato de potasio se toma en un vaso de 50 o de 100 mL, limpio y seco, un volumen adecuado del recipiente etiquetado con el cual se llenará la bureta.
- Pesar el oxalato de sodio necesario, disolverlo en agua destilada y 20 mL de ácido sulfúrico. Calentar la disolución entre 60° y 70° (esta temperatura se hace evidente cuando aparecen ligeros vapores) para realizar la titulación del permanganato.

#### 2.- Preparación y normalización de la disolución de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

- Pesar la cantidad de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  necesaria para preparar 200 mL de una disolución de concentración aproximada 0.1 mol/L . Añadir la punta de una espátula de carbonato de sodio para mantener un pH ligeramente básico.
- Colocar esta disolución en el recipiente general etiquetado para este fin.
- Para valorar la disolución de tiosulfato de sodio se toma en un vaso de 50 o de 100 mL, limpio y seco, un volumen adecuado del recipiente etiquetado con el cual se llenará la bureta.
- Titular la disolución utilizando, como patrón secundario, la disolución de permanganato de potasio previamente valorada. La valoración se efectúa en forma indirecta siguiendo el procedimiento descrito a continuación:
- Colocar, en un matraz erlenmeyer , 1 g de yoduro de potasio y 20 mL de HCl (1:6). Adicionar una alícuota de 10.00 mL de la disolución de permanganato de potasio valorada , tapar el matraz y mantenerlo al abrigo de la luz, para evitar pérdida del yodo producido por la oxidación del yoduro con el permanganato. Después de 5 minutos valorar el yodo con la disolución de tiosulfato preparada.

### 3.- Preparación y normalización de la disolución de yodo

- Pesar la cantidad de yodo necesaria para preparar 200 mL de una disolución de concentración aproximada 0.05 mol/L
- Añadir este yodo en un vaso que contenga una disolución concentrada de yoduros (5 g de yoduro de potasio en 10 mL de agua) y agitar hasta completa disolución del yodo.
- Pasar esta disolución al matraz aforado de 200.0 mL y completar con agua destilada hasta el aforo.
- Transferir esta disolución al recipiente general etiquetado para este fin.
- Para valorar la disolución de yodo se toma en un vaso de 50 o de 100 mL, limpio y seco, un volumen adecuado del recipiente etiquetado.

#### Equipo, material y reactivos.

Balanza analítica, estufa, espátula, vasos de precipitado, pesafiltros , placa de calentamiento, agitador de vidrio, mechero de Bunsen, peseta, desecador, bureta, pipeta, matraz aforado, termómetro, embudo de filtración, fibra de vidrio , tapón de goma para matraz erlenmeyer y pera de succión.

Reactivos R.A.  $\text{KMnO}_4$ ,  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , KI, yodo, HCl en agua ( proporción 1:6 ) y almidón.

**Resultados**

***I. Preparación y normalización de la disolución de Permanganato de potasio***

Masa de $KMnO_4$ utilizada para preparar disolución $\approx 0.02 \text{ mol/L}$ .	_____g
--	--------

Patrón primario utilizado: \_\_\_\_\_.

Masa molar del patrón primario: \_\_\_\_\_ g/mol

Determinación	1	2	3
Masa de patrón primario.	_____g	_____g	_____g
Volumen de $KMnO_4$ medido en punto final.	_____mL	_____mL	_____mL

Indicador \_\_\_\_\_

***II. Preparación y normalización de la disolución de  $Na_2S_2O_3$***

Masa de  $Na_2S_2O_3$  utilizada para preparar la disolución .

El patrón secundario utilizado es : \_\_\_\_\_.

Determinación	1	2	3
Volumen de alícuota de disolución de $KMnO_4$			
Volumen de disolución de tiosulfato utilizada en el punto final.	_____mL	_____ml	_____mL

Indicador \_\_\_\_\_

**III. Preparación y normalización de la disolución de yodo**

Masa de yodo utilizada para preparar la disolución: \_\_\_\_\_ .

El patrón secundario utilizado es: \_\_\_\_\_.

Determinación	1	2	3
Volumen de alícuota de disolución de <b>yodo</b>			
Volumen de disolución titulante en el punto final.	_____ mL	_____ mL	_____ mL

Indicador utilizado \_\_\_\_\_

**IV Reacciones balanceadas involucradas en las tres valoraciones efectuadas.**

**Valoración de la disolución de  $\text{KMnO}_4$**

**Valoración de la disolución  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$**

**Valoración de la disolución de yodo**

**V. Cálculos necesarios para determinar la concentración (en moles/litro) de la disolución de permanganato de potasio**

Cálculos:

**VI Cálculos necesarios para determinar la concentración ( en moles/litro) de la disolución de tiosulfato de sodio**

Cálculos:

**VII Cálculos necesarios para determinar la concentración (en moles/litro) de la disolución de yodo**

Cálculos:

### **Cuestionario.**

- 1.- ¿Cuál es la concentración de la disolución de  $\text{KMnO}_4$  en mol/L y en eq/L?
- 2.- ¿Cuál es la concentración de la disolución de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  en mol/L y en eq/L?
- 3.¿Cuál es la concentración de la disolución de yodo en en mol/L y en eq/L?
- 4.- Indica la reacción balanceada que ocurre cuando el tiosulfato dismuta
5. Indica la causa por la cual el permanganato debe guardarse en frasco oscuro
6. ¿Porqué la valoración debe hacerse en medio ácido y cuál es la reacción que ocurriría si el pH fuera menos ácido?
- 7.- En la titulación del  $\text{KMnO}_4$  ¿cuál es el error cometido debido al autoindicador utilizado ?.  
Considera que la concentración de  $\text{KMnO}_4$  que es perceptible por el ojo es del orden de  $10^{-5}$  mol/L
- 8.-Pregunta a tus compañeros los resultados obtenidos en la determinación de la concentración de las disoluciones valoradas e informa de la repetibilidad y reproducibilidad de los resultados

### **Resultados 3ª sesión**

**Desarrolla un pequeño informe simple, conciso y claro del procedimiento que seguiste para deducir la pureza de tus muestras problema. Indica en el informe todos las medidas y cálculos efectuados para obtener los resultados con la repetibilidad indicada.**

## **ANÁLISIS CUANTITATIVO DE ANALITOS CON BASE EN EQUILIBRIOS DE FORMACIÓN DE COMPLEJOS**

### **Objetivo<sup>8</sup>**

Preparar y normalizar una disolución de EDTA de concentración conocida, utilizando el material calibrado.

Aprender a utilizar indicadores de uso común en titulaciones con formación de complejos.

Determinar la composición de muestras comerciales usando las disoluciones normalizadas.

Aplicar los criterios de calidad analítica a resultados de análisis.

### **Problema a resolver.**

Determinar la composición de muestras comerciales

### **Información.**

1. Se requiere preparar una disolución de Zn(II) para ser utilizada como patrón primario en la normalización de disoluciones de EDTA.
2. En algunas de las titulaciones con EDTA se utiliza negro de Eriocromo T como indicador; este indicador tiene un color azul en su forma libre y rojo cuando se encuentra formando complejos con algunos cationes metálicos.
3. En las valoraciones con EDTA se utiliza frecuentemente un medio de pH amortiguado a fin de que lograr la mayor estabilidad de los complejos

### **Guía de experimentación .**

#### **I Preparación de la disolución patrón primario de Zn<sup>2+</sup>**

- Pesar la cantidad de Zn ( o de ZnO seco) necesaria para preparar 250 mL de una disolución de concentración aproximada 0.01 mol/L.
- Disolver alguno de los dos patrones primarios mencionados anteriormente para obtener una disolución de concentración 0.01mol/L. Disolverlo en HCl 1:1 y neutralizar el exceso de HCl con una disolución de NH<sub>3</sub> ( usando como indicador rojo de metilo). Completar el

---

<sup>8</sup> Para lograr estos objetivos se utilizarán 2 sesiones de laboratorio



volumen al aforo con agua destilada. Guardar esta disolución en el recipiente general etiquetado para este fin.

## II. Preparación y normalización de la disolución de EDTA.

- Pesarse la cantidad necesaria de la sal disódica del ácido etilén diamino tetracético ( $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , que denotaremos como EDTA) necesaria para preparar 250 mL de una disolución de concentración aproximada 0.01 mol/L.
- Colocar esta disolución en el recipiente general etiquetado para este fin.
- Para valorar la disolución de EDTA se toma en el vaso de 100 mL un volumen adecuado del recipiente general.
- Titular esta disolución utilizando, como patrón primario, la disolución de Zn(II) previamente preparada. La valoración se efectúa en forma directa siguiendo el procedimiento descrito a continuación
- Colocar en un matraz erlenmeyer, 2 mL de una disolución amortiguadora de amonio/amoniaco (pH = 10 y concentración total 6 mol/L) y 10 mL de agua destilada. Adicionar una alícuota de 10.00 mL de la disolución de zinc y la punta de una espátula de una mezcla del indicador sólido o una gota de la disolución negro de eriocromo T<sup>9</sup>. Titular con la disolución de EDTA hasta observar el vire del indicador

## III. Preparación de la disolución amortiguadora 6 mol/L de pH 10

- Calcular el volumen de amoniaco (concentración  $\cong 13$  mol/l) y la masa de cloruro de amonio requeridas para preparar 100 mL de la disolución amortiguadora y colocar esta disolución en el frasco de uso común destinada para este fin.

### Equipo, material y reactivos.

Balanza analítica, espátula de cromo – níquel, vasos de precipitado, agitador de vidrio, bureta, pipeta, matraces aforados con tapón, matraces erlenmeyer, pera de succión.

Reactivos: R. A. Patrón de zinc, HCl, NaOH, EDTA,  $\text{NH}_3$  concentrado,  $\text{NH}_4\text{Cl}$  e indicador de negro de eriocromo T sólido

**NOTA IMPORTANTE. Recordar que, antes de llegar al laboratorio, deberán haber realizado los cálculos necesarios para la preparación de las disoluciones de Zn(II+), EDTA y amortiguadora del pH**

---

<sup>9</sup> El indicador sólido se prepara al 2% en masa pulverizando eriocromo negro T con NaCl. El indicador líquido se prepara al 1% en una mezcla 3: 1 de trietanol amina y etanol absoluto

**RESULTADOS**

***I. Preparación de la disolución de Zn(II).***

Masa del patrón primario de zinc utilizada para preparar la disolución $\approx 0.01$ mol/L.	_____g
--	--------

***II. Preparación y normalización de la disolución de EDTA***

Masa de **EDTA** utilizada para preparar la disolución.

El patrón primario utilizado es: \_\_\_\_\_

Determinación	1	2	3
Volumen de alícuota de disolución de zinc			
Volumen de disolución de EDTA utilizado en el punto final.	_____ mL	_____ mL	_____ mL

Indicador \_\_\_\_\_

**III. Reacciones balanceadas involucradas en la valoración efectuada.**

Valoración de la disolución de EDTA
-------------------------------------

**IV. Cálculos necesarios para determinar la concentración (en moles/litro) de la disolución de EDTA.**

Cálculos:
-----------

**Cuestionario.**

- 1.- ¿Cuál es la concentración de la disolución de EDTA en mol/L?
- 2.- Indicar la reacción balanceada de la valoración de EDTA
- 3.- Indicar la reacción que ocurre cuando cambia de color el indicador
- 4.-Calcula el valor de la constante condicional del complejo de zinc con EDTA ( $ZnY^{2-}$ ) a pH=10
- 5.- A partir de los reactivos disponibles, indicar otras alternativas para preparar 100 mL de una disolución amortiguadora de pH= 10
- 6.-Pregunta a tus compañeros los resultados obtenidos en la determinación de la concentración de la disolución valorada e informa de la repetibilidad y reproducibilidad de los resultados.

**Resultados 2ª sesión**

**Desarrolla un pequeño informe simple, conciso y claro del procedimiento que seguiste para deducir la composición de tus muestras problema. Indica en el informe todas las medidas y cálculos efectuados para obtener los resultados con la repetibilidad indicada.**

## ANÁLISIS CUANTITATIVO DE ANALITOS MEDIANTE EL USO DE CURVAS DE CALIBRACIÓN

### Objetivo<sup>10</sup>

Preparar estándares de concentraciones diferentes a partir de una disolución concentrada.

Medir los estándares preparados y trazar la curva de calibración correspondiente.

Determinar la composición de muestras comerciales usando la curva de calibración.

Aplicar los criterios de calidad analítica a resultados de análisis.

### Problema a resolver.

Determinar la composición de muestras comerciales.

### Información.

1. Se requiere preparar estándares de concentración conocida a partir de disoluciones previamente valoradas (permanganato de potasio, yodo y ácido clorhídrico).
2. Las disoluciones estándar se preparan en matraces volumétricos previamente verificados.
3. Las mediciones de las disoluciones de ácido clorhídrico se realizarán utilizando un equipo denominado conductímetro. Este equipo mide la conductancia,  $L$ , que es la inversa de la resistencia al paso de la corriente, la conductancia se mide en Siemens y aumenta cuando se incrementa la concentración de los iones ( $L = kC$ ).
4. En las mediciones realizadas con cualquier equipo es necesario conocer el valor registrado para la disolución llamada "blanco". Con el conductímetro este "blanco" es el agua utilizada para preparar las disoluciones estándar; por tanto, se requiere medir la conductancia del agua destilada y este valor se debe restar a las medidas realizadas a los estándares de ácido clorhídrico.
5. Las mediciones de las disoluciones de permanganato y de yodo se realizarán utilizando un fotómetro. Este equipo mide una magnitud denominada absorbancia<sup>11</sup> que se relaciona linealmente con la concentración de una especie absorbente cuando la medida se realiza a

---

<sup>10</sup> Para lograr estos objetivos se utilizarán 3 sesiones de laboratorio.

<sup>11</sup> La absorbancia es igual a  $\log I_0 / I$  en donde  $I_0$  es la potencia de la radiación el espectro electromagnético que incide en un material absorbente e  $I$  la que emerge disminuida por la absorción del material.

una longitud de onda determinada. El  $\text{KMnO}_4$  absorbe en una longitud de onda de 545nm y el yodo de 350 nm.

6. Hay que ajustar el fotómetro a “cero” de absorbancia con la disolución que se denomina “blanco”. en todo caso el blanco debe contener todas las especies químicas presentes en la muestra con excepción de la especie causante de la absorción de radiación.

## PRIMERA SESIÓN. CURVA DE CALIBRACIÓN CONDUCTIMÉTRICA

### Guía de experimentación

#### I. Preparación de la disolución madre (“stock”) a partir de la cual serán preparadas los estándares

- Calcular la dilución que es necesario hacer a la disolución de ácido clorhídrico (preparada en anteriores sesiones) para obtener una disolución de concentración del orden de  $10^{-3}$  mol/L

#### II:- Preparación de las disoluciones estándar de ácido clorhídrico o sosa para trazar la curva de calibración conductimétrica

- Colocar la disolución madre de ácido clorhídrico en la bureta y transferir, a un matraz volumétrico de 20.00 mL, el volumen que sea necesario para preparar una disolución de concentración 0.0001 mol/L. Completar el volumen con agua destilada hasta el aforo. Pasar esta disolución a un recipiente adecuado y medir el valor de la conductancia de la disolución.
- Repetir el procedimiento anterior para preparar y medir cinco o seis disoluciones en el intervalo de concentraciones comprendido entre 0.0001M a 0.001M. Se recomienda efectuar estas operaciones en orden ( de la disolución menos concentrada a la más concentrada) , enjuagar el matraz aforado con agua destilada antes de transferir un nuevo volumen de la disolución madre y el vaso de precipitado con un pequeño volumen de la disolución preparada en el matraz de 25.00 mL
- Medir el pH de al menos dos de las disoluciones estándar preparadas

### Equipo, material y reactivos.

Equipo: un conductímetro con celda; un pHmetro.

Material: Bureta, pipeta volumétrica de 2.00 mL, matraces aforados de 200.00 y 25.00 mL ( con tapón) vasos de precipitado y pera de succión.

Reactivos: disoluciones de ácido clorhídrico y sosa de concentración conocida y agua destilada.

## Resultados

### I. Preparación de la disolución “madre”.

Volumen de ácido clorhídrico utilizado para preparar disolución de concentración $\approx 0.001\text{mol/L}$ .	_____ mL
Volumen total al que fue diluido el ácido clorhídrico o sosa utilizado	_____ mL
Concentración de la disolución “madre”	_____

### II. Preparación y medida de las disoluciones estándar para la curva de calibración de ácido clorhídrico o de sosa.

Volumen de HCl (mL)	Concentración de la disolución estándar mol/l	Valor de conductancia (Siemens)	Valor del pH

Valor de conductancia del agua destilada

3.- Representación gráfica de los valores de L vs C de HCl

4. Representación gráfica de los valores de pH vs C de HCl (al menos 2 puntos)

## CUESTIONARIO

1.- Indica los cálculos efectuados para preparar la disolución madre de HCl

2.- Indica los cálculos efectuados para preparar las disoluciones de la curva de calibración.

3.- A partir de la gráfica L vs C indica:

- a) Intervalo de linealidad
- b) Coeficiente de correlación en el intervalo lineal
- c) Ecuación de la curva en el intervalo lineal
- d) Sensibilidad del método
- e) Valor promedio y desviación estándar en la medida del blanco utilizado
- f) Límite de detección. Indica el valor y la forma de calcularlo
- g) Límite de cuantificación. Valor y forma de calcularlo

4.- Calcular los valores de la desviación estándar de los datos de la curva de calibración

5- Calcular la concentración de la muestra problema indicando la forma de calcularlo y la incertidumbre en el resultado

## ANÁLISIS CUANTITATIVO DE ANALITOS MEDIANTE EL USO DE CURVAS DE CALIBRACIÓN

### SEGUNDA SESIÓN. CURVA DE CALIBRACIÓN FOTOMÉTRICA

#### Procedimiento .

#### I. Preparación de las disoluciones madre (“stock”) de permanganato de potasio y de yodo a partir de las cuales serán preparadas los estándares

- Calcular la dilución que es necesario hacer a las disoluciones de permanganato de potasio y de yodo (preparadas en anteriores sesiones) para obtener una disolución de concentración del orden de  $10^{-3}$  mol/L para el permanganato y de  $10^{-4}$  para el yodo

#### II Preparación de las disoluciones estándar de permanganato para la curva de calibración fotométrica

- Colocar la disolución madre de permanganato en la bureta y transferir, a un matraz volumétrico de 25.00 mL, el volumen que sea necesario para preparar una disolución de concentración 0.0001 mol/L. Completar el volumen con agua destilada hasta el aforo.
- Medir, en la longitud de onda de 545 nm, el valor de absorbancia de esta disolución después de haber ajustado, en esa misma longitud de onda, el cero de absorbancia (00 % de transmisión) con un blanco apropiado ( en este caso el agua destilada con la que fue preparado el estándar) <sup>12</sup>
- Repetir el procedimiento anterior para preparar y medir cinco o seis disoluciones en el intervalo de concentraciones comprendido entre 0.0001M a 0.001M. Se recomienda efectuar estas operaciones en orden ( de la disolución menos concentrada a la más concentrada) , enjuagar el matraz aforado con agua destilada antes de transferir un nuevo volumen de la disolución madre y el vaso de precipitado con un pequeño volumen de la disolución preparada en el matraz de 25.00 mL

---

<sup>12</sup> Cuando se utiliza un equipo de doble haz , se coloca el mismo blanco en los dos recipientes ( celdas o tubos, según el caso) y se ajusta la absorbancia a cero. Después se vacía una de ellas y es en esa que se coloca el estándar



### **III Preparación de las disoluciones estándar de yodo para la curva de calibración fotométrica**

- Colocar la disolución madre de yodo en la bureta y transferir, a un matraz volumétrico de 25.00 mL, el volumen que sea necesario para preparar una disolución de concentración 0.00001 mol/L. Completar el volumen con agua destilada hasta el aforo.
- Medir, en la longitud de onda de 350 nm, el valor de absorbancia de esta disolución después de haber ajustado el cero de absorbancia ( 100 % de transmisión ) con un blanco apropiado ( en este caso el agua destilada con la que fue preparado el estándar.
- Repetir el procedimiento anterior para preparar y medir cinco o seis disoluciones en el intervalo de concentraciones comprendido entre 0.00001M a 0.0001M. Se recomienda efectuar estas operaciones en orden ( de la disolución menos concentrada a la más concentrada) , enjuagar el matraz aforado con agua destilada antes de transferir un nuevo volumen de la disolución madre y el vaso de precipitado con un pequeño volumen de la disolución preparada en el matraz de 25.00 mL

#### **Equipo, material y reactivos.**

Equipo: fotómetro o espectrofotómetro de doble o de un solo haz equipados con celdas o tubos adecuado.

Material: Bureta, pipetas y matraces volumétricos de capacidad diferente( con tapón) vasos de precipitado y pera de succión.

Reactivos: disoluciones de ácido permanganato de potasio y yodo de concentración conocida y agua destilada.

**RESULTADOS.**

**I. Preparación de la disolución “madre” de permanganato de potasio**

Volumen de permanganato de potasio utilizado para preparar la disolución de concentración $\approx 0.001 \text{ mol/L}$ .	_____ mL
Volumen total al que fue diluido permanganato de potasio	_____
Concentración de la disolución “madre”	_____

**II. Preparación y medida de las disoluciones estándar para la curva de calibración de permanganato de potasio**

Volumen de permanganato de potasio	Concentración de la disolución estándar mol/L	Valor de absorbancia en 545 nm

Blanco utilizado para ajustar el cero \_\_\_\_\_

**III. Representación gráfica de los valores de A leídos vs C de las disoluciones de permanganato de potasio**

**I. Preparación de la disolución “madre ”de yodo**

Volumen de la disolución de yodo utilizada para preparar la disolución de concentración $\approx 0.0001$ mol/L.	_____ mL
Volumen total al que fue diluido este volumen	_____ mL
Concentración de la disolución “madre” de yodo	_____ ml

**II. Preparación y medida de las disoluciones estándar para la curva de calibración de yodo**

Volumen de la disolución de yodo	Concentración de la disolución estándar mol/L	Valor de absorbancia en 350 nm

Blanco utilizado para ajustar el cero en 350 nm. \_\_\_\_\_

**III.- Representación gráfica de los valores de A leídos vs la concentración de las disoluciones de yodo**

**CUESTIONARIO.**

1.- Indica los cálculos efectuados para preparar la disolución madre de permanganato

2.- Indica los cálculos efectuados para preparar la disolución madre de yodo

3.- Indica los cálculos efectuados para preparar las disoluciones de la curva de calibración de permanganato de potasio

4.- Indica los cálculos efectuados para preparar las disoluciones de la curva de calibración de yodo

5. A partir de cada una de la gráficas A vs C de permanganato y de yodo indica para cada caso:

- a) Intervalo de linealidad
- b) Coeficiente de correlación en el intervalo lineal
- c) Ecuación de la curva en el intervalo lineal
- d) Sensibilidad del método
- e) Valor promedio y desviación estándar en la medida del blanco utilizado
- f) Límite de detección. Indica el valor y la forma de calcularlo
- g) Límite de cuantificación. Valor y forma de calcularlo

6.- Calcular la desviación estándar de los datos de las correspondientes curvas de calibración

7.- Calcular la concentración de las muestras problemas de yodo y permanganato proporcionadas indicando la incertidumbre en el resultado

**APENDICE****INSTRUCTIVO DE PROCEDIMIENTO DE CALIBRACIÓN DE MATERIAL VOLUMÉTRICO****PIPETA**

- *Llenar la pipeta de 5 mL con agua destilada a temperatura ambiente, aspirando el agua (con la propipeta o pera de succión) hasta que el menisco se encuentre por encima de la marca de calibrado de fábrica. Colocar el dedo índice sobre el extremo superior de la pipeta para mantener el agua en su lugar; eliminar cuidadosamente las gotas de agua que estén adheridas al exterior de la pipeta secándolas con un papel suave. Sostener verticalmente la pipeta sobre un recipiente y enrasar el nivel del menisco moviendo el dedo índice hasta que coincida con la marca de calibrado.*
- *Transferir el agua a un matraz aforado de 20 mL, limpio y previamente pesado, procurando que la punta de la pipeta esté dentro del matraz para evitar pérdidas por salpicaduras; para ello aflojar el dedo índice y dejar que el agua de la pipeta escurra libremente por 10 segundos. No debe soplar para que salga la pequeña porción de agua que queda en la punta de la pipeta, pues ésta ha sido tomada en cuenta en el calibrado original de la misma.*
- *Tapar el matraz rápidamente para evitar pérdidas por evaporación y pesar su contenido. Calcular la masa de agua transferida mediante la diferencia entre este valor y el del matraz vacío.*
- *Calcular el valor del verdadero volumen transferido con ayuda de la tabla proporcionada en la documentación complementaria y comparar este volumen con el volumen nominal leído. Repetir este procedimiento tres veces.*
- *Calcular la diferencia entre el volumen medido y el corregido y la desviación estándar de los valores obtenidos en la repeticiones efectuadas.*

**BURETA**

*Para la calibración de la bureta se requiere seguir un procedimiento similar al de la pipeta pero, en este caso, deberán extraerse volúmenes diferentes de acuerdo al siguiente procedimiento.*

- *Llenar la bureta con agua destilada a temperatura ambiente evitando que queden atrapadas burbujas de aire en la punta; para eliminarlas se deja que el agua escurra por la bureta con la llave abierta. Además, comprobar que no escape agua por la llave para lo cual debe observarse que no varíe el menisco el cual deberá quedar en la marca de 0.00mL.*
- *Transferir lentamente 10 mL de agua al matraz aforado de 50 mL, previamente pesado, y tapar rápidamente para evitar pérdidas por evaporación. Pesar el matraz y su contenido; la*

*diferencia entre esta masa y el valor del matraz vacío proporciona la masa del agua transferida. Se repite el procedimiento extrayendo otros dos volúmenes de agua (hasta un volumen total de 20 y 30 mL)<sup>13</sup> y se corrige el peso medido. Para cada juego de datos se corrige el peso observado utilizando la tabla. Para fines prácticos la corrección de volumen que ha de aplicarse a cada lectura de la bureta es la diferencia entre el volumen real (obtenido después de la corrección) y el volumen leído en las marcas de la bureta. La calibración por duplicado debe concordar dentro de  $\pm 0.02\text{mL}$*

*Procedimiento de calibración del matraz volumétrico*

*Para la calibración del matraz volumétrico se requiere conocer la masa del agua contenida en el mismo ( diferencia entre el matraz lleno y el vacío y seco). El tratamiento de los volúmenes y masas medidas es igual al de la pipeta y bureta*

---

<sup>13</sup> Este procedimiento ha sido simplificado por razones de tiempo ya que la calibración de la bureta requiere hacer extracciones de un número mayor de volúmenes