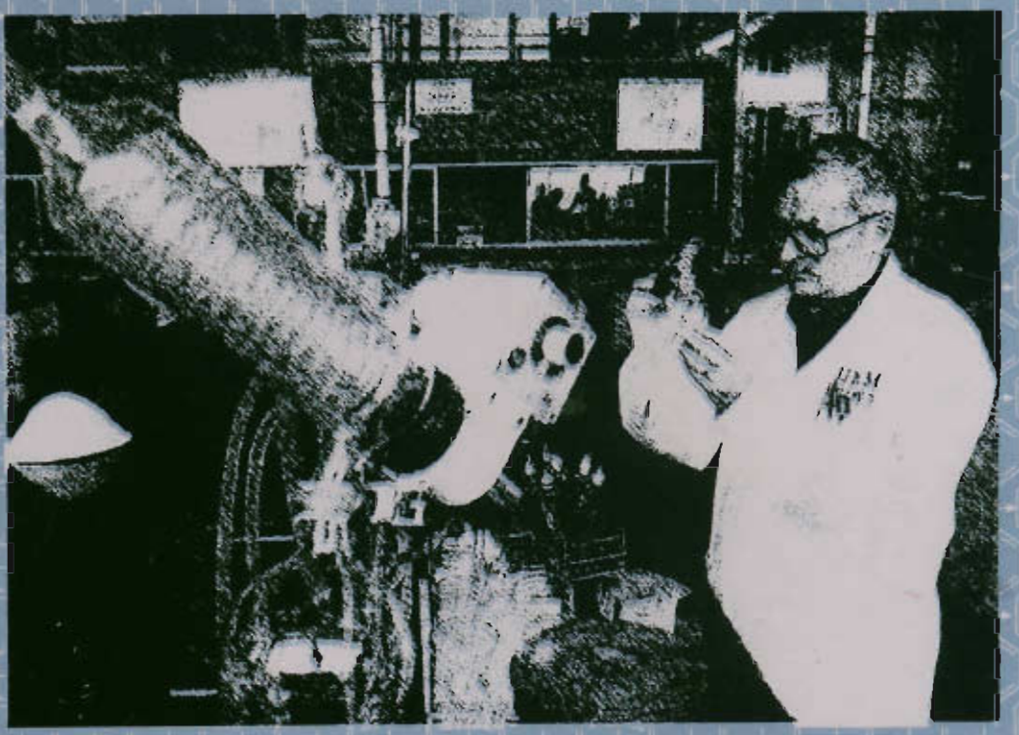
26

MANUAL DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ANALÍTICA

Erasmo Flores Valverde



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA
Casa abierta al tiempo Azcapotzalco

78

Fisicoquímica de los materiales Curso teórico programático Daniel Estrada Guerrero

FISICOQUIMICA DE LOS MATERIALES
ESTRADA GUERRERO DAN • SECCION DE IMPRESION
04452
R. 40 $ 38.00
40-ANTOLOGIAS CBI • 01-CBI

ISBN: 970-654-631-6
978-97065-46319

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA Azcapotzalco
Casa abierta al tiempo
División de Ciencias Básicas e Ingeniería
Departamento de Ciencias Básicas

Coordinación de Extensión Universitaria
Sección de Producción y Distribución Editoriales

Azcapotzalco

0134907

"MANUAL DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ANALÍTICA"

Erasmo Flores Valverde

AZCAPOTZALCO
COSEI BIBLIOTECA

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA
Casa abierta al tiempo Azcapotzalco

División de Ciencias Básicas e Ingeniería
Departamento de Ciencias Básicas
Área de Química

2893907

UAM-AZCAPOTZALCO

RECTOR
Dr. Adrián Gerardo de Garay Sánchez

SECRETARIA
Dra. Sylvie Jeanne Turpin Marion

COORDINADORA GENERAL DE DESARROLLO ACADÉMICO
Dra. Norma Rondero López

COORDINADOR DE EXTENSIÓN UNIVERSITARIA
DI Jorge Armando Morales Aceves

JEFE DE LA SECCIÓN DE PRODUCCIÓN Y DISTRIBUCIÓN EDITORIALES
Lic. Francisco Javier Ramírez Treviño

UAM
QD78
F5.6

ISBN:970-31-0195-X

© UAM-Azcapotzalco

Erasmo Flores Valverde

Corrección.
Marisela Juárez Capistrán
Ilustración de portada:
Consuelo Quiróz Reyes
Diseño de portada:
Modesto Serrano Ramírez

Sección de producción
y distribución editoriales
Tel. 5318-9222/9223
Fax. 5318-9222

Universidad Autónoma Metropolitana
Unidad Azcapotzalco
Av. San Pablo 180
Col. Reynosa Tamaulipas
Delegación Azcapotzalco
C.P. 02200
México, D.F.

Manual de prácticas
de química analítica
1a. edición, 1995
2a. edición, 2003
4a. reimpresión 2008
Impreso en México

ÍNDICE

NOMBRE Y NÚMERO DE PRÁCTICA

PRÁCTICA N° 1. BALANZA ANALÍTICA 7

PRÁCTICA N°2. PREPARACIÓN Y NORMALIZACIÓN DE SOLUCIONES DE HCl Y NaOH. 15

PRÁCTICA N°3. TITULACIONES ÁCIDO BASE (VALORACIÓN DE ACIDOS) 19

PRÁCTICA N°4. TITULACIONES ÁCIDO BASE (VALORACIÓN DE BASES) 23

PRÁCTICA N°5. DETERMINACIÓN GRAVIMÉTRICA DE NIQUEL EN UNA ALEACIÓN. 27

PRÁCTICA N°6. TITULACIÓN POR PRECIPITACIÓN. 31

PRÁCTICA N°7. DETERMINACIÓN ESPECTROFOTOMÉTRICA DE HIERRO. 35

PRÁCTICA N°8. CROMATOGRAFÍA DE INTERCAMBIO IÓNICO. 39

PRÁCTICA N°9 PREPARACIÓN Y VALORACIÓN DE UNA SOLUCIÓN DE TIOSULFATO DE SODIO. 43

PRÁCTICA N° 10. DETERMINACIÓN DE CLORO DISPONIBLE. 47

PRÓLOGO

El presente **manual** pretende ser un auxiliar del aprendizaje a nivel experimental de la Química Analítica.

Es importante hacerle ver al alumno, que una de las funciones que tiene el laboratorio es la obtención de datos a nivel experimental, los que posteriormente son sustituidos en una ecuación determinada y esto permite llegar a obtener algo tangible. De allí que **al entrar al laboratorio debe hacerlo con gusto y dispuesto a poner especial dedicación para obtener datos confiables . E**sto se puede lograr si se sigue la normatividad que todo laboratorio requiere, pero más un laboratorio de Química Analítica.

Los experimentos están diseñados para que el profesor aplique su experiencia e inventiva en las muestras a tratar, esto es, sin omitir ejemplos comunes que dan la mayoría de los libros, organizar la práctica para que el alumno trabaje con muestras naturales y/o comerciales que significan algo en la vida diaria y que pueden adquirirse fácilmente.

En la elaboración del presente **manual** se contó con la participación de María Rita Valladares Rodríguez en la puesta a pundo de cada una de las prácticas.

PRÁCTICA Nº 1
BALANZA ANALÍTICA

La medición del peso es una operación fundamental del análisis cuantitativo y es muy importante que el estudiante principiante entienda los principios de la balanza analítica que se utiliza para realizar esta operación. Hasta hace poco la mayoría de las balanzas que encontrábamos en un laboratorio introductorio eran las de **dos platos**, que también se conocen como balanzas de **brazos iguales** hoy en día la balanza de un **solo plato** o de **brazo desigual** (algunas veces también se le llama de **peso constante**) es muy común y la encontramos en muchos laboratorios.

Primero describiremos la determinación de la masa y el peso y después consideraremos con algo de detalle estos dos tipos de balanzas.

MASA Y PESO

El principio de la balanza analítica es una palanca de primer orden; esto es, el punto de apoyo (B en la Fig. 1) está entre los puntos donde se aplican las fuerzas A y C (Fig. 1). En una balanza de brazos iguales $/_1 = /_2$. Los platos se suspenden de A y B y el objeto que se va a pesar (masa M_1) se coloca en el plato del lado izquierdo, mientras que las pesas conocidas (masa M_2) se colocan en el plato del lado derecho. La gravedad de la tierra atrae a M_1 y a M_2 y, de acuerdo con la segunda ley de Newton, las fuerzas son:

$$F_1 = M_1 g$$
$$F_2 = M_2 g$$

Esto quiere decir, que una pesada es la comparación de dos masas, que se ven afectadas por la fuerza de gravedad g por lo que al efectuar una pesada, se estará comparando Mlg = M2g que son pesos y que al determinar la muestra pesada expresaremos la masa como peso.

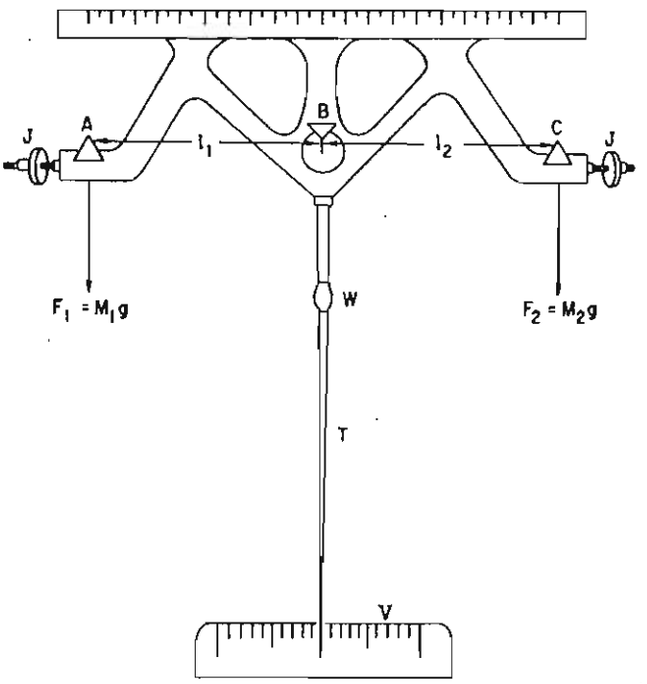


Fig. 1 **Brazo de una balanza analítica**

TIPOS DE BALANZAS ANALÍTICAS

Balanza Analítica de dos platos

Este tipo de balanza a perdido funcionalidad en los últimos años, dado que en su funcionamiento requiere un gran tiempo en la pesada.

Balanza Analítica Electrónica

Los principios electrónicos con que se construyen este tipo de balanzas las hacen poco accesibles desde el punto de vista económico, aunque presentan grandes ventajas en el manejo, además de ser exactas y rápidas.

Balanza Analítica de un solo plato

Por su facilidad de manejo, costo, exactitud y precisión, este tipo de balanzas se usan ampliamente en casi todos los laboratorios y presentan una buena opción para usarse con fines de docencia e investigación. La Fig.-2 muestra la principal diferencia entre balanzas de uno y dos platos.

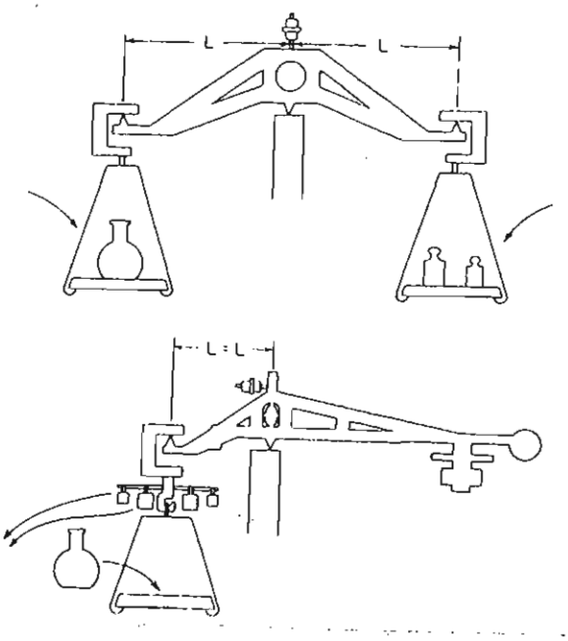


Fig. 2. **Comparación de una balanza de dos platos con una de un solo plato. (Cortesía de Mettler Instrument Corporation, Hightstown, New Jersey).**

REGLAS GENERALES PARA EL USO DE LAS BALANZAS

Se deben tener en mente los siguientes puntos al utilizar cualquier balanza analítica:

1. Mantenga la balanza limpia. Antes de comenzar a pesar se elimina el polvo del plato o los platos y del fondo de la balanza utilizando una brocha de pelo de camello.

2. Aprenda cuál es la capacidad de su balanza y nunca pese un objeto que sea más pesado de esa cantidad.

3. Asegúrese de que el objeto que va a pesar esté a la misma temperatura que la balanza. Es preferible no manejar el objeto con los dedos, y los de vidrio nunca se deben tallar con un trapo seco antes de pesarlos. Un frasco para pesar se puede manejar (pero no tallar) con un trapo limpio o con una tira de papel alrededor de él.

4. No coloque las substancias químicas directamente sobre el plato de la balanza; péselas dentro de frascos para pesar. Vacíe la cantidad deseada de muestra en el recipiente y vuelva a pesarlo. La diferencia entre las dos pesadas es el peso de la muestra.

5. Después de terminar de pesar, asegúrese de que (a) en su libreta de notas registró el peso, (b) la balanza está limpia, (c) no ha dejado objetos sobre los platos, (d) el brazo y los platos quedaron asegurados y (e) colocó de nuevo la cubierta de la balanza que la protege del polvo.

6. Si la balanza no funciona bien, indíquelo al instructor.

INSTRUMENTOS PARA LA LECTURA

Los instrumentos más comunes que utilizan las balanzas comerciales para leer hasta el 0.1 mg más cercano son el vernier y la "pantalla digital completa". La figura 3 muestra una escala para leer el peso; en ella aparecen los gramos y las décimas de gramo en el registro-digital y los miligramos están en la escala óptica. Al leer desde cero en el vernier nos da un valor de 54.4 mg o un peso total de 105.4544 g. En la figura 4 se

muestra una pantalla digital, en cuya escala óptica aparecen como dígitos los cuatro decimales. Un instrumento como éste elimina los errores subjetivos al pesar.

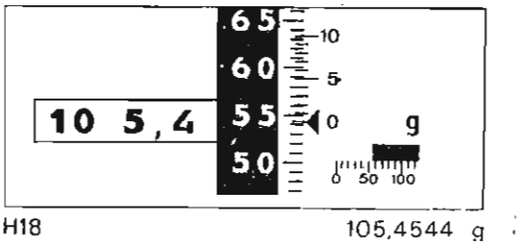


Fig. 3. **Escala de una balanza de un solo plato que utiliza un vernier. (Cortesía de Mettler Instrument Corporation, Hightstown, New Jersey).**

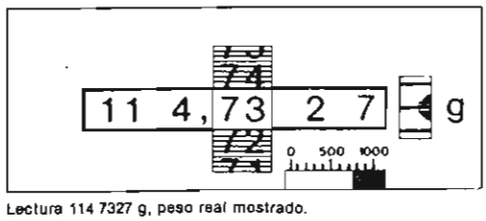


Fig. 4. **Pantalla digital. (Cortesía de Mettler Instrument Corporation, Hightstown, New Jersey).**

OBJETIVO

Que el alumno se capacite en el manejo de la balanza analítica practicando los tipos de pesada más comunes.

MATERIAL Y EQUIPO

- Balanza Analítica
- Espátula

REACTIVOS

- Substancias estables

DESARROLLO EXPERIMENTAL

MANEJO DE LA BALANZA ANALÍTICA

1. Nivelar la balanza, utilizando los soportes con cuerda corrida que posee la base de la balanza, centrando el nivel de burbuja.

2. Ajuste el cero de la balanza manteniéndola en posición de disparo completo o liberada.

3. Colocar el objeto a pesar en el platillo manteniendo la balanza frenada.

4. Efectuar la estimación aproximada en gramos del peso del objeto, con la balanza en posición de semidisparo.

5. Las décimas y centécimas de gramo se obtienen automáticamente al liberar la balanza.

6. Las milésimas y diezmilésimas de gramo, se obtienen haciendo coincidir el vernier con la línea inmediata inferior de la escala luminosa.

7. Se lee el peso del objeto.

8. Se frena la balanza para retirar el objeto del platillo y se regresan las pesas hasta que las escalas esten en cero.

TÉCNICAS DE PESADA

1. **Pesada por adición.** En esta técnica se pesa primeramente el objeto sobre el cual se va hacer la pesada a éste peso se le suma la cantidad de la sustancia por pesar, obteniéndose así el peso al cual vamos a referir nuestra pesada.

La adición de los sólidos se efectuará con espátula metálica y la de los líquidos con gotero o pipeta Pasteur.

NOTA: Cada alumno deberá efectuar por lo menos una pesada por adición con la sustancia y cantidad que le mencione el profesor.

2. **Pesada por diferencia.** Esta pesada se efectúa generalmente cuando se desea que la sustancia tenga el mínimo contacto con el medio ambiente. Por ejemplo una sustancia desecada o libre de humedad a la que se le deberá evitar el mínimo contacto con el medio ambiente por la posible hidratación se le podrá aplicar esta técnica.

   Secuencia;

   - Pesar el pesafiltro con la sustancia deseada, conteniendo mayor cantidad de ésta, que la requerida.

   - Vaciar sobre un vaso de precipitados la cantidad de sustancia que se crea, quede dentro del peso deseado.

   - Pesar nuevamente el pesafiltro con el resto de la sustancia.

   La diferencia de los dos pesos será la cantidad exacta de sustancia medida.

CUESTIONARIO

1. Defina el concepto de sensibilidad de una balanza analítica.

2. Establezca la diferencia entre masa y peso.

3. ¿Qué mide una balanza analítica masa o peso?. Explique.

4. En años anteriores se utilizaron rutinariamente balanzas de doble platillo en los laboratorios analíticos. Comente las limitaciones de es-

ta balanza.

5. Describa los métodos de pesada que hizo en esta práctica, informe resultados experimentales.

PRÁCTICA Nº 2
PREPARACIÓN Y NORMALIZACIÓN DE SOLUCIONES DE HCl Y NaOH

La preparación de una solución valorada, depende bastante del empleo del reactivo químico que se use como PATRON PRIMARIO. Por ejemplo, una solución valorada de hidróxido de sodio no puede prepararse solo pesando hidróxido de sodio en un matraz volumétrico debido a que la pureza del hidróxido de sodio varía con el tiempo, ya que, a temperatura ambiente reacciona con el vapor de agua y el CO_2 de la atmósfera. Las soluciones de concentración aproximada y posterior valoración son las que se preparan con substancias químicas cuya pureza es variable, debido a la volatilización ó descomposición parcial y por consecuencia, su pureza se conoce sólo en forma aproximada, otro ejemplo de las substancias mencionadas son las soluciones de HCl en agua destilada.

OBJETIVO:

Que el alumno prepare y normalice soluciones de HCl y de NaOH, las cualès requieren el empleo de una substancia patrón primario.

MATERIAL Y EQUIPO

3 vasos de precipitados de 250 ml
1 pesafiltro
1 matraz volumétrico de 1000 ml
4 matraces Erlenmeyer de 250 ml
2 pipetas
2 buretas

REACTIVOS

Ftalato ácido de potasio
Hidróxido de sódio
HCl concentrado
Fenolftaleina
Anaranjado de metilo
Carbonato de sodio

En una balanza granataria, pesar de 4 a 5 g de hidróxido sódico en lentajas; no debe colocarse el producto sólido en contacto directo con la balanza, sino que debe utilizarse un vidrio de reloj o un vaso pequeño previa-

mente pesado. Cualquier partícula de sólido que accidentalmente se vierta, debe desecharse inmediatamente. Asegurarse de que el frasco que contiene el hidróxido sódico sólido queda perfectamente tapado después de utilizado. Transferir el hidróxido sódico a un vaso de 250 ml limpio, añadirle unos 150 ml de agua destilada, en seguida agitar enérgicamente hasta que el sólido se disuelva del todo. Pasar la disolución a un frasco de 1 litro limpio. Enjuagar el vaso con agua destilada que se pasa al frasco y llenar éste con agua destilada y taparlo con un tapón de goma. Homogenizar la disolución por inversiones y agitaciones repetidas. ¿Cuál es la normalidad aproximada de esta disolución?.

Etiquetar los frascos haciendo constar su contenido, la fecha, el nombre del alumno y dejando espacio para reseñar la normalidad después de que se determine con exactitud.

NORMALIZACIÓN DEL HIDRÓXIDO DE SODIO

Pesar exactamente en una balanza analítica 2.0400 g de biftalato de potasio, previamente desecado a 105-110°C durante una hora, disolver en un vaso de precipitados con el mínimo de agua, transferir cuantitativamente a un matraz aforado de 100 ml y aforar con agua destilada. Esta solución tendrá una normalidad de 0.1.

También la solución de biftalato de potasio puede prepararse pesando exactamente una cantidad de alrededor de 2.0400 g disolviendo y diluyendo hasta el aforo del matraz de 100 ml. En este caso la normalidad de la solución se calcula de la siguiente manera:

$$N = \frac{\text{g biftalato}}{100\ \text{ml} \times \text{p meq biftalato}}$$

Valoración: Se miden tres alícuotas de 10 ml de la solución de biftalato, se coloca cada una en un matraz Erlenmeyer de 250 ml, a cada matraz se le agrega, agua destilada hasta un volumen aproximado de 50 ml, tres gotas de indicador fenolftaleína y se titulan con solución de NaOH, hasta que apa-

rezca un ligero color rosa persistente por 30 segundos por lo menos, anotar el volumen de hidróxido de sodio agregado y determinar la normalidad de la solución de NaOH. La desviación media de estos tres resultados no debe exceder de 2%.

PARTE 2, SOLUCIÓN DE HCl 0.1N

Medir 8.3 ml de HCl concentrado (precaución hacer esto en la campana) y aforar a 1 litro con agua destilada en un matraz volumétrico. ¿Cuál es la normalidad aproximada de esta disolución?.

Etiquetar los frascos haciendo constar su contenido, la fecha, el nombre del alumno y dejando espacio para reseñar la normalidad después de que se determine con exactitud.

NORMALIZACIÓN DEL HCl

Pesar exactamente en balanza analítica 0.5300 g de Na_2CO_3, previamente desecado a 200°C por 30 minutos, disolver en un vaso de precipitados con el mínimo de agua, transferir cuantitativamente a un matraz aforado de 100 ml y aforar con agua destilada, esta solución tendrá una normalidad de 0.1.

También la solución de carbonato de sodio puede prepararse pesando exactamente una cantidad alrededor de 0.5300 g disolviendo y diluyendo hasta el aforo del matraz de 100 ml. En este caso la normalidad de la solución se calcula de la siguiente manera:

$$N = \frac{\text{g carbonato}}{\text{100 ml x p meq carbonato}}$$

Valoración: Se miden tres alícuoltas de 10 ml de la solución de carbonato de sodio, se coloca cada una en un matraz Erlenmeyer de 250 ml, a cada matraz se le agrega, agua destilada hasta un volumen aproximado de 50 ml, tres gotas de indicador anaranjado de metilo y se titulan con solución de HCl gota a gota, hasta que el color amarillo vire al color canela, pero

sin pasar al rojo, en este punto se ha llegado al final de la titulación, anotar en cada caso el gasto del ácido agregado y determinar la normalidad de la sollución de HCl. La desviación media de estos tres resultados no debe exceder de 2%.

CUESTIONARIO

1. Defina el concepto de peso equivalente en sistemas ácido-base y ejemplifique el concepto en ácidos y bases de fórmula general HA, H_2A y base M(OH) y $M(OH)_2$.

2. Defina el concepto de solución normal. Muestre los cálculos para preparar un litro de solución:

   a) 0.5 N de HCl
   b) 0.5 N de $Ca(OH)_2$

3. Defina el concepto de solución molar. Muestre los cálculos que se requieren para preparar un litro de solución:

   a) 0.1 M de Na_2SO_4
   b) 0.1 M de NaOH

4. Investigar. ¿Qué es un patrón primario ó estandard primario?. Indique las características de este tipo de compuestos.

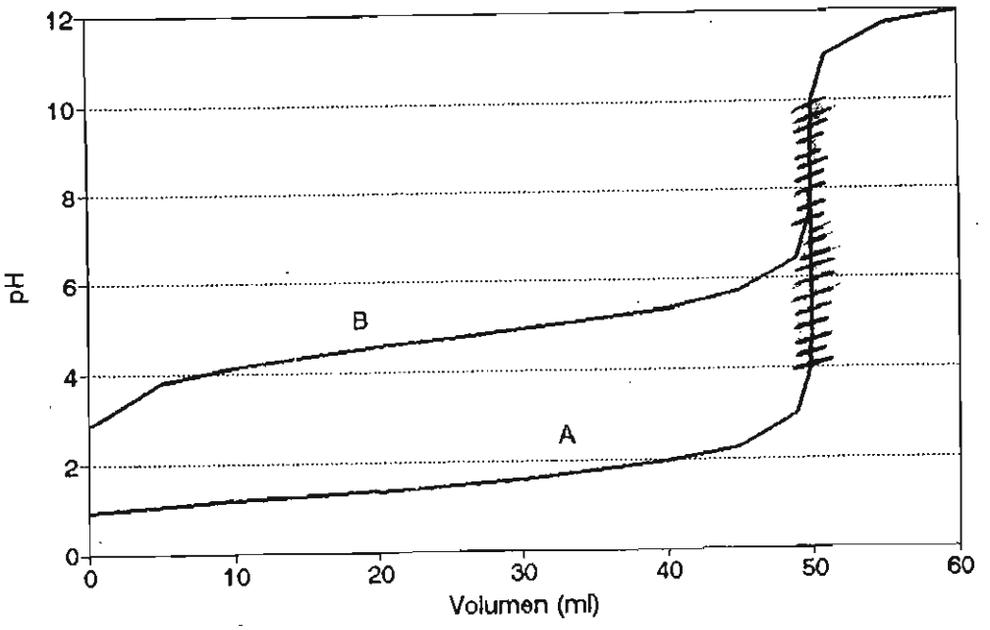
5. Reporte la normalidad y los cálculos que se hicieron para preparar las soluciones de HCl y NaOH.

6. Indicar las reacciones químicas que se efectúan en esta práctica.

PRÁCTICA Nº 3

TITULACIONES ÁCIDO BASE
(Valoración de ácidos)

Las gráficas que se indican enseguida, se obtienen, cuando se valora un ácido fuerte con una base fuerte curva A y cuando se valora un ácido débil con una base fuerte curva B.



VALORACIÓN DE 50 ml DE ÁCIDO 0.1N CON SOLUCIÓN DE NaOH 0.1N
(A HCl, B CH_3COOH)

Las partes sombreadas de las curvas estan comprendidas entre intervalo de pH que nos da el criterio para elegir el indicador adecuado, el cual tiene la función de avisar (cambiando de color) cuando la reacción ha llegado a su fin, esta etapa de la reacción se conoce como punto de equivalencia, punto estequiométrico ó punto final.

OBJETIVOS

Que el alumno cuantifique el contenido de ácido en una muestra determinada, eligiendo el indicador adecuado para tal fin.

MATERIAL Y EQUIPO

1 Bureta

4 Vasos de pptados 250 ml (2)
125 ml (2)

4 Matraces erlenmeyer de 250 ml

1 Matraz aforado de 100 ml

1 Probeta de 25 ml

1 Soporte universal

1 Pinzas para bureta

1 Pipeta volumétrica de 10 ml

REACTIVOS

- Solución valorada de NaOH
- Indicadores ácido base.
  Fenolftaleina (F)
  Anaranjado de metilo (A)

PARTE EXPERIMENTAL

El alumno recibirá una ó más soluciones ácidas de ácidos fuertes y débiles, por lo que para su análisis deberá proceder como sigue:

a) Transferir cuantitativamente el contenido del problema a un matraz de 100 ml, aforar con agua destilada, y homogenizar perfectamente.

b) Medir alicuotas de 10 ó 20 ml y pasarlas a un matraz erlenmeyer de 250 ml adicionar unos 50 ml de agua destilada y agregar 3 gotas del indicador seleccionado (A ó B).

c) Titular con solución valorada de NaOH gota a gota hasta que el indicador cambie de color y que este persista por lo menos 30 segundos, registrar el volumen del titulante agregado.

CÁLCULOS

m.e.q. (Nº de m.e.q.) = ml de NaOH x N de NaOH x dilución

g del ácido = m.e.q. x p m.e.q. del ácido

p m.e.q. = peso miliequivalente

CUESTIONARIO

1. Reporte el Nº de m.e.q. de ácido que contiene cada solución.

2. Reporte el porciento de ácido que contiene cada solución:

   Para ácidos fuertes como:

   a) % de ácido clorhídrico
   b) % de ácido nítrico

   Para ácidos débiles como:

   a) % de ácido acético
   d) % de ácido benzoico

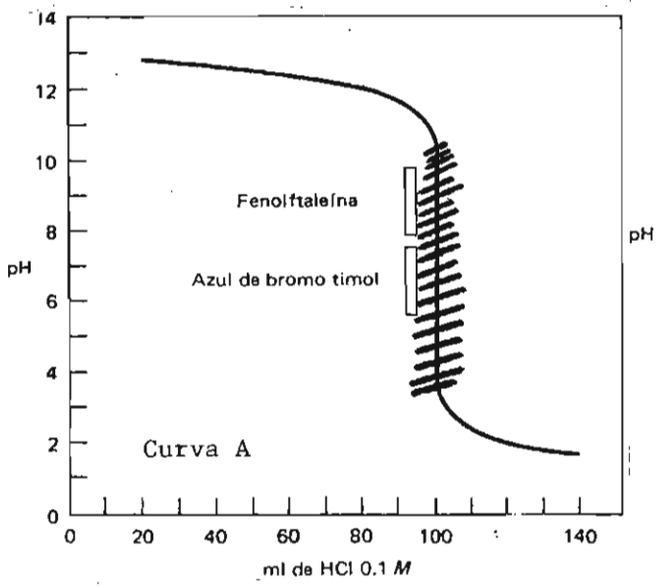
3. Investigue el intervalo de pH en que viran los indicadores utilizados en esta práctica.

4. Indique la fórmula de los ácidos determinados en cada caso y cómo se obtienen sus pesos equivalentes.

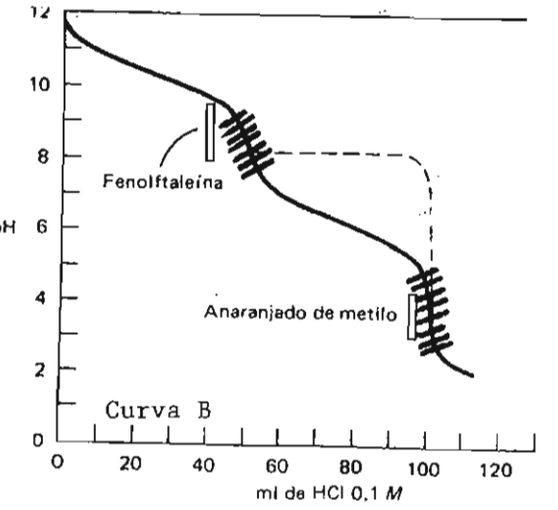
PRÁCTICA Nº 4

TITULACIONES ÁCIDO BASE
(determinación de alcalinidad)

Las gráficas que se indican enseguida, ilustran las curvas que se obtienen cuando se valora una base fuerte con un ácido fuerte curva A y cuando se valora una base débil con un ácido fuerte curva B.



Titulación de NaoH. con HCl 0.1 N



Titulación de Na_2CO_3 con HCl 0.1 N

Las partes sombreadas de las curvas comprenden el intervalo de pH que nos da el criterio para elegir el indicador adecuado, el cual tiene la función de avisar (cambiando de color) cuando la reacción a llegado a su fin, esta etapa de la reacción se conoce como punto de equivalencia, punto estequiométrico ó punto final.

OBJETIVOS

Que el alumno identifique y cuantifique la alcalinidad de una muestra determinada, utilizando los indicadores adecuados.

MATERIAL Y EQUIPO

1 Bureta
4 vasos de pptados 250 ml (2)
125 ml (2)
4 matraces Erlenmeyer de 250 ml
1 matraz aforado de 100 ml
1 probeta de 25 ml
1 soporte universal
1 pinzas para bureta
1 pipeta volumétrica de 10 ml

REACTIVOS

- Solución valorada de HCl
- Indicadores ácido base. Fenolftaleína (F) anaranjado de metilo (A).

PARTE EXPERIMENTAL

El alumno recibirá su muestra alcalina en solución y/o muestras sólidas - que pueden contener, ya sea OH^-, HCO_3^-, CO_3^{2-} ó mezclas de HCO_3^- CO_3^{2-}, OH^- CO_3^{2-} y para su análisis debe proceder como sigue:

SI ES UN SÓLIDO:

a) Pesar de 0.25 a 0.35 y de muestra en balanza analítica, colocar en un vaso de precipitados de 125 ml, disolver con agua destilada, pasar cuantitativamente el contenido a un matraz aforado de 100 ml. y aforar con agua destilada.

SI ES UNA SOLUCIÓN:

a) Transferir cuantitativamente el contenido del problema a un matraz de 100 ml, aforar con agua destilada y homogenizar perfectamente.

b) Medir alícuotas de 10 a 20 ml. y colocarlas en un matraz Erlenmeyer de 250 ml. adicionar unos 50 ml. de agua destilada, agregar 3 gotas de fenolftaleina (F).

c) Si hay color,
titular con solución valorada de HCl gota a gota hasta que el color desa-

paresca, anotar el volumen de ácido gastado, agregar (al mismo recipiente) tres gotas de anaranjado de metilo (A), si da coloración amarilla valorar con el mismo ácido hasta aparición del color canela, anotar el volumen de ácido gastado.

d) Su no da color al agregar fenolftaleina, agregar tres gotas de anaranjado de metilo (A) (al mismo recipiente), si da coloración amarilla valorar con solución de HCl hasta aparición del color canela, anotar el volumen de ácido gastado. Según los ml. gastados de ácido con fenolftaleína y anaranjado de metilo se pueden identificar los aniones presentes basándose en la tabla siguiente:

a) Si F = 0 existen HCO_3^-

b) Si F = A existen CO_3^{2-}

c) Si A = 0 existen OH^-

Forma de calcular la cantidad de anión.

a) meq. de HCO_3^- = ml (A) x N_{HCl} x dilución

g de HCO_3^- = meq de HCO_3^- x meq de HCO_3^-

b) meq de CO_3^{2-} = ml (A + F) x N_{HCl} x dilución

g de CO_3^{2-} = meq de CO_3^{2-} x p meq de CO_3^{2-}

c) meq de OH^- = ml (F) x N_{HCl} x dilución

g de OH^- = meq de OH^- x p meq de OH^-

CUESTIONARIO

1. Informe el o los aniones encontrados en cada muestra
2. Reporte: miliequivalentes, gramos y porciento de cada anión en las muestras trabajadas.
3. Reporte: Gramos de la sal sódica del anión correspondiente y porcentaje de la sal sódica del anión correspondiente.

PRÁCTICA # 5
DETERMINACIÓN GRAVIMÉTRICA DE NIQUEL EN UNA ALEACIÓN

Casi todos los iones metálicos pueden actuar como ácidos de Lewis aceptando pares electrónicos de las bases de Lewis para formar iones complejos. El número de enlaces que pueden incidir sobre un ion central se llama número de coordinación del ion y es una de sus propiedades características.

El níquel forma un quelato rojo con la dimetilglioxima (DMG), que es muy apropiado para análisis gravimétrico. La precipitación del quelato es total en una solución amortiguadora de ácido acético-acetato o en una solución amoniacal. El amortiguador de acetato generalmente se emplea cuando hay presencia de Zn, Fe o Mn en la aleación. La muestra que se proporciona es una aleación de Níquel, Cromo y Fierro como constituyentes principales. Las interferencias de Cr y Fe se remueven enmascarando los iones con iones tartrato o citrato. Después se efectúa la precipitación en solución amoniacal. El contenido de níquel se calcula como sigue:

$$g\ Ni = g\ Ni(DMG)_2 \times \frac{Ni}{Ni\ (DMG)_2}$$

OBJETIVOS

Que el alumno: sintetice un compuesto complejo y cuantifique el átomo central en función de la estequiometría.

MATERIAL Y EQUIPO

3 Vasos de precipitados de 600, 400 y 250 ml.
1 Vidrio de reloj
1 Probeta de 100 ml
1 Crisol
1 Embudo de Vidrio
1 Soporte con arillo
1 Parrilla eléctrica

REACTIVOS

HCl (1:1)
HNO_3 (1:1)
NH_4OH concentrado
DMG al 1% en etanol
ácido cítrico al 20%
Etanol al 30%
papel indicador de pH
papel filtro

PARTE EXPERIMENTAL

Pesar en balanza analítica aproximadamente 0.25 g de una muestra de acero. La muestra se deposita en un vaso de precipitados de 400 ml, para posteriormente llevar a cabo el ataque, lo cual se hace mediante la adición de 6 ml de HCl (1:1) y 2 ml de HNO_3 (1:1), además de la aplicación de una temperatura moderada con parrilla eléctrica. Cuando la muestra ha quedado completamente disuelta, se adicionan de 4 a 6 ml de ácido cítrico e inmediatamente después adicionar de 100 a 150 ml de agua destilada, agitar la solución para homogenizar ésta. Añadir NH_4OH gota a gota, agitando simultáneamente la solución hasta que el pH se encuentre ligeramente básico pH aproximadamente 8 (hacer uso de papel indicador). Añadir HCl (1:1) gota a gota, agitar en forma simultánea hasta que la solución esté levemente ácida pH aproximadamente de 5. Continuar con el calentamiento y adicionar 50 ml de dimetilgioxima (DMG). Agregar NH_4OH (1:1) gota a gota, seguido de agitación la adición continuará hasta que la solución despida un fuerte olor a amoniaco (pH cercano a 8.5). Se indicará la formación de un precipitado color rojo el cual se dejará reposar alrededor de 20 minutos. Después se procederá a filtrar la solución, requiriéndose para ello, un embudo de filtración, papel whatman Nº 41 previamente pesado en balanza analítica, soporte universal y arillo metalico y un vaso de precipitados de 400 ml. Es necesario lavar con agua destilada tibia el precipitado que se encuentra en el papel de 3 a 5 veces, hasta que el pH sea neutro. Lavar el precipitado de 2 a 3 veces con alcohol etílico. Colocar en la estufa durante 30 minutos aproximadamente, el papel filtro (la estufa deberá estar previamente a una temperatura de 110°C). Pesar la muestra obtenida y realizar los cálculos correspondientes.

CUESTIONARIO

1. Investigar la composición de un acero ordinario.

2. ¿Qué propiedad importante presentan los aceros que contienen Cromo y Níquel?.

3. Con ayuda de un diagrama, explicar la finalidad de cada uno de los pasos que se realizan en esta práctica. Donde sea necesario indique reacciones químicas.

4. Reportar la fórmula de la DMG y la fórmula semidesarrollada del complejo que esta forma con el Níquel. Indique la reacción que en este experimento se efectúa para formar el complejo.

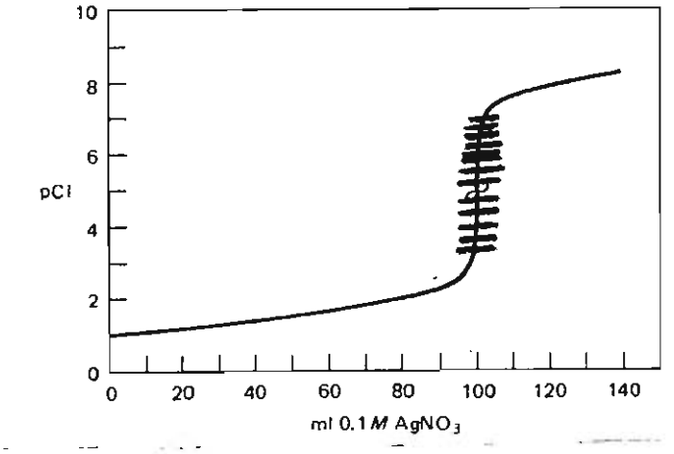
5. Reportar las g de Níquel en la muestra y el porcentaje correspondiente.

PRÁCTICA Nº 6

TITULACIÓN POR PRECIPITACIÓN

Muchos iones metálicos forman sales ligeramente solubles (precipitados).- La formación de estos precipitados sirve como base para efectuar titulaciones exactas y convenientes de los iones metálicos y/o de los aniones correspondientes.

Un sistema muy común es la titulación de cloruros con una solución estandard de $AgNO_3$. Puede hacerse una curva de titulación graficando pCl (-log de $|Cl^-|$ contra el volumen de $AgNO_3$ de manera semejante al caso de las titulaciones ácido base, la gráfica que se obtiene en estos casos se muestra a continuación.



Titulación de 100 ml. de KCl 0.1 N con solución de $AgNO_3$ 0.1 N.

La parte sombreada de la curva nos da idea del volumen del titulante que se requiere para llegar al punto de equivalencia ó punto estequiométrico de la reacción, por consiguiente puede elegirse el indicador adecuado.

OBJETIVOS

Que el alumno prepare una solución de cloruros de normalidad conocida a partir del reactivo patrón correspondiente.
Que el alumno prepare y valore una solución de $AgNO_3$.
Que el alumno titule y cuantifique la cantidad de cloruros en una muestra determinada, utilizando el indicador adecuado.

MATERIAL Y EQUIPO

1 pinzas para bureta
1 matraz aforado de 100 ml
3 vasos de precipitados de 250ml
1 probeta de 25 ml
4 matraces Erlenmeyer de 250 ml
1 bureta de 25 ó 50 ml
1 pipeta graduada de 10 ml
1 soporte universal.

REACTIVOS

$AgNO_3$ sólido
NaCl sólido
Sol. de K_2CrO_4 al 5%

PARTE EXPERIMENTAL

1. PREPARACIÓN DE SOLUCIÓN 0.1N DE NaCl. (Patrón primario)

Secar mas o menos 1 g de NaCl contenido en un pesafiltro a 100-110°C en la estufa durante 1 hora, dejar enfriar en el desecador unos 25 minutos, pesar 0.5850 g en balanza analítica colocar en un vaso de precipitados disolver con agua destilada, transvasar a un matraz aforado de 100 ml y aforar con agua destilada. Si se requiere una concentración menor de esta solución se puede diluir en el momento de usarse.

2. PREPARACIÓN DE SOLUCIÓN 0.01N DE $AgNO_3$

Pesar 0.1698g de $AgNO_3$ disolver con agua destilada, transvasar a un matraz aforado de 100 ml y aforar con agua destilada, vaciar y conservar esta solución en un recipiente oscuro.

3. NORMALIZACIÓN DE LA SOLUCIÓN DE $AgNO_3$

Colocar alicuotas de 10 ml de la solución de cloruro 0.01 N agregar 2 ml de solución de K_2CrO_4 al 5%, titular con solución de $AgNO_3$ gota a gota, cuando el indicador vire de amarillo a café rojizo se a llegado a punto de equivalencia, anotar el volumen de titulante gastado. Es conveniente correr un testigo con agua destilada. Calcular la normalidad verdadera de la solución de $AgNO_3$.

4. DETERMINACIÓN DE CLORUROS POR EL MÉTODO DE MOHR. ESTE MÉTODO SE APLICA A LAS DISOLUCIONES CON pH CERCANO A LA NEUTRALIDAD

a) Determinación de cloruros al agua del grifo

Medir exactamente y por triplicado 50 ml de agua de la llave, agregar 2 ml de indicador K_2CrO_4 al 5%, valorar con solución normalizada de $AgNO_3$ hasta la aparición café rojiza del indicador. Anotar el volumen gastado.

b) Determinación de cloruros a una muestra comercial

Pesar en balanza analítica unos 4 g de papas fritas colocar en un vaso de precipitados de 250 ml, agregar bien medidos 50 ml de agua destilada y triturar perfectamente con una agitador para disolver totalmente el NaCl, filtrar con papel filtro de poro grande, titular tres alícuotas del filtrado de 10 ml con solución valorada de $AgNO_3$ de la misma forma que se hizo para el agua del grifo.

CÁLCULOS

Para el agua de grifo.

m.e.q. de Cl^- = ml de $AgNO_3$ x N de $AgNO_3$
(en 50 ml).

2893907

g de Cl^- = m.e.q. de Cl^- x p m.e.q. de Cl^-
(en 50 ml)

g de NaCl = m.e.q. de Cl^- x p m.e.q. de NaCl
(en 50 ml)

Para la muestra comercial

m.e.q. de Cl^- = ml de $AgNO_3$ x N de $AgNO_3$ x dilución
(en la muestra)

g de Cl^- = m.e.q. de Cl^- x p m.e.q. de Cl^-
(en la muestra)

g de NaCl = m.e.q. de Cl^- x p m.e.q. de NaCl
(en la muestra)

CUESTIONARIO

1. Investigue los métodos de Fajans y Volhard para determinar cloruros.

2. Definir y ejemplificar el concepto de peso equivalente en volumetrías de precipitación.

3. De las muestras que trató en esta práctica reporte:

   a) m.e.q. de Cl^-
   b) g de Cl^-
   c) % de Cl^-
   d) g de NaCl
   e) % de NaCl
   f) ppm de Cl^-

PRÁCTICA # 7

DETERMINACIÓN ESPECTROFOTOMÉTRICA DE HIERRO

La espectrometría, especialmente en la región visible, se emplea con frecuencia como método de análisis para detectar y cuantificar diversas especies. Muchas substancias son coloridas ó pueden convertirse a derivados coloridos y por tanto pueden determinarse mediante espectrometría. Los instrumentos se manejan con facilidad y casi siempre se dispone de ellos, por esto las técnicas espectrométricas tienen gran aplicación.

En los métodos espectrométricos, la solución de la muestra absorbe radiación electromagnética de una fuente adecuada, y la cantidad absorbida se relaciona con la concentración de substancias que se desea analizar en la solución. Una solución de cobre es azul porque absorbe el color complementario, amarillo, de la luz blanca y transmite la luz azul remanente. Mientras más concentrada sea la solución de cobre más luz amarilla absorbe y se observa un color azul de tono más intenso. En el método espectrométrico se mide la cantidad de luz amarilla absorbida y se relaciona con la concentración. Al reemplazar el ojo humano con otros detectores de radiación podemos estudiar la absorción fuera de la región visible del espectro y con frecuencia podemos realizar los experimentos espectrofotométricos en forma automática.

Un campo de aplicación de la espectrototometría en el visible, es la determinación de especies metálicas mediante la formación de compuestos de coordinación o compuestos complejos. Tal es el caso de los iones Fe^{2+} con la 1,10-fenantrolina.

OBJETIVOS

Que el alumno prepare el complejo de Fe^{2+} - 1,10-fenantrolina, determine la longitud de onda máxima, desarrolle la curva de calibración de hierro y analice una muestra real.

MATERIAL Y EQUIPO

1 Espectrofotómetro con celdas
1 gradilla
2 Vasos de precipitados 250, 100 ml.
3 Pipetas de 10 ml
5 Matraces aforados de 100 ml.

REACTIVOS

sol. estandard de hierro (II)
sol. de 1,10 femantrolina
sol. de clorhidrato de hidroxilamina
sol. de acetato de sodio

PARTE EXPERIMENTAL

1. **Preparación de reactivos**

a) **Solución Estándar de Hierro (II).** Se pesan 0.0702 g de sulfato ferroso amoniacal $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2.6H_2O$. Transferir cuantitativamente la muestra pesada a un matraz volumétrico de un litro y añadir suficiente agua para disolver la sal, añadir 2.5 ml de ácido sulfúrico concentrado, aforar con agua destilada y mezclar perfectamente. Esta solución contiene 10 mg por litro (10 ppm) de hierro (II); si se pesa una cantidad distinta a la indicada, calcular la concentración.

b) **Solución de 1,10-fenantrolina.** Disolver 100 mg de monohidrato de 1,10-fenantrolina en 100 ml de agua.

c) **Solución de clorhidrato de hidroxilamina.** Disolver 10 g de clorhidrato de hidroxilamina en 100 ml de agua.

d) **Solución de acetato de sodio.** Disolver 10 g de acetato de sodio en 100 ml de agua.

2. **Procedimiento**

Añadir con pipeta a una serie de matraces volumétricos de 100 ml 1.00, 5.00, 10.00 y 25.00 ml de la solución estándar de hierro. Colocar 50 ml de agua destilada en otro matraz volumétrico de 100 ml para emplearla

como blanco. La muestra problema también debe colocarse en un matraz volumétrico de 100 ml.

A cada matraz (incluyendo al del problema) añadir 1.0 ml de solución de cloruro de hidroxilamonio y 5.0 ml de solución de 1,10-fenantrolina. Amortiguar cada solución añadiendo 9.0 ml de acetato de sodio hasta que se produzca el color rojizo de la 1,10-fenantrolina ferrosa, el complejo de hierro (II) y la fenantrolina se forma a pH de 2 a 9. El acetato de sodio neutraliza el ácido presente y ajusta el pH a un valor al que se puede efectuar la formación del complejo. Antes de efectuar las mediciones de absorbancia, deben transcurrir por lo menos 15 minutos después de haber añadido los reactivos, para que el color del complejo se desarrolle en su totalidad. Una vez desarrollado, el color es estable durante varios días. Diluir cada solución a 100 ml exactamente. Los estándares corresponden a 0.1, 0.5 y 1 y 2.5 ppm de hierro, respectivamente.

Obtener el espectro de absorción de la solución de 2.5 ppm midiendo la absorbancia de 400 a 700 nm aproximadamente (ó en el ámbito que abarque el instrumento). Tomar lecturas a intervalos de 25 nm hasta llegar cerca del máximo de absorción, en cuyo caso deben tomarse lecturas a intervalos de 5 ó 10 nm. Seguir las instrucciones del profesor para manejar el aparato. La solución de referencia será el blanco. Graficar la absorbancia contra longitud de onda y elegir la longitud de absorción máxima.

CUESTIONARIO

1. Indicar la reacción que se efectúa entre hierro (III) e hidroxilamina, hierro (II) y 1,10-fenantrolina.

2. Reportar el espectro obtenido al hacer la gráfica de absorbancia versus longitud de onda. Indicar la lamnda máxima.

3. Calcular la absortividad molar del complejo hierro (II) fenantrolina en el máximo de absorción.

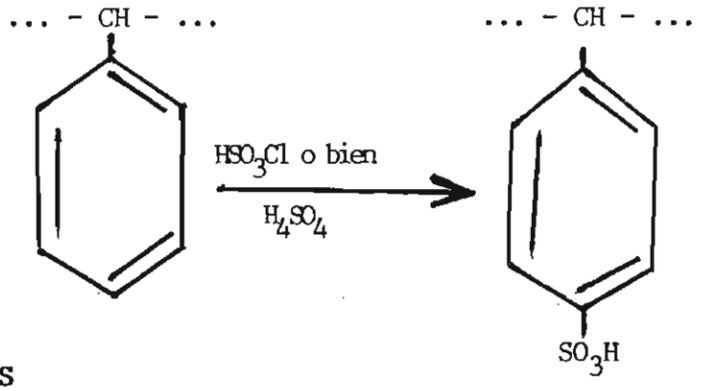
4. Reportar la curva tipo obtenida y procedimiento para determinar el porcentaje de hierro en la muestra.

5. Investigar otros métodos para determinar hierro.

PRÁCTICA # 8

CROMATOGRAFÍA DE INTERCAMBIO IÓNICO

Los primeros estudios sobre cambio ionico fueron realizados por Thompson y Way por el año de 1852 en muestras de suelos. Encontraron que los responsables de las reacciones de intercambio ionico eran los aluminosilicatos, y por el año de 1900 las zeolitas naturales y artificiales (silicatos de sodio y aluminio) se empezaron a utilizar para el ablandamiento de aguas. En 1935 Adams y Holmes encontraron que ciertas resinas sulfónicas sintéticas ácidas podían intercambiar cationes y que las resinas de poliamida podian intercambiar aniones. A través del tiempo se ha ido disponiendo de diferentes resinas sintéticas cambiadoras de iones y se han aplicado en investigación y la industria. La reacción siguiente muestra cómo se prepara una resina intercambiadora de iones. Se sulfona el polímero para introducir grupos $-SO_3H$ en los anillos aromáticos.



OBJETIVOS

Que el alumno, realice el intercambio catiónico de una muestra dada, aplique el concepto de equivalente químico y cuantifique la(s) especie(s) catiónicas mediante una titulación ácido base.

MATERIAL Y EQUIPO

1 Bureta de 50 ml
2 Vasos de precipitados de 250 ml
2 Matraces Erlenmeyer de 250 ml
1 Soporte
1 Pinzas para bureta

REACTIVOS

Resina cambiadora de cationes
HCl 6M
Indicador púrpura de metilo
Na OH 0.1N

PARTE EXPERIMENTAL

1. Preparación de una columna de cambio iónico

A una bureta de 50 ml colocar una porción de lana de vidrio en el fondo del tubo. Añadir 5 ml de agua destilada, llenar la punta de debajo de la llave con agua y dejar el tapón de lana de vidrio cubierto con una pequeña cantidad de agua.

Colocar en un vaso aproximadamente 4 g de resina cambiadora de cationes, cubrirla con HCl 6M y dejar reposar la mezcla durante varios minutos, con agitaciones intermitentes. Decantar la disolución y lavar la resina varias veces por decantación para eliminar el ácido. Sujetar la columna y, cuidadosamente, vertir en su interior la mezcla pastosa hasta que la resina que se va sedimentando alcance el nivel adecuado en la bureta, añadir agua necesaria, pero siempre dejando 2 ó 3 cm de agua por encima de la resina; cerciorarse de que no queden burbujas de aire en el lecho de la resina. Colocar un tapón de lana de vidrio en la parte superior de la resina.

2. Análisis de la Muestra

Con una pipeta, introducir un volumen medido de la muestra (indicación del profesor) al interior de la columna; debe tenerse en cuenta que las resinas tienen una capacidad de cambio aproximada de 2 miliequivalentes por ml de resina húmeda. Añadir lentamente 5 ml de agua destilada,

abrir la llave de la bureta y establecer un flujo de 3 ml por minuto, comprobar la acidez de la solución con indicador púrpura de metilo, si la solución no esta ácida deséchese. Continuar recogiendo el eluato, sin pérdidas, añadiendo agua destilada por la parte superior de la columna, dejar de recolectar hasta que el eluato no dé reacción ácida. A la solución colectada pasarla cuantitativamente a un matraz Erlenmeyer, y valorarla con solución de NaOH 0.1N o, anotar el volumen de base gastado.

3. Regeneración de la Resina

Las resinas cambiadoras de iones pueden utilizarse durante largos períodos de tiempo si se regeneran adecuadamente. NO DESECHAR LA RESINA. Cuando se ha terminado de utilizarla, pasar 25 ml de HCl 6M a través de la columna, y luego agua destilada hasta que el eluato no de reacción ácida con el púrpura de metilo. Quitar el tapón de lana de vidrio de la parte superior de la columna y transferir la mezcla pastosa de resina a un frasco etiquetado en donde se indique el tipo de resina y también que ha sido regenerada.

CUESTIONARIO

1. Indicar las reacciones generales de las resinas catiónicas y aniónicas.

2. Indicar las siguientes reacciones:

   a) Resina en forma ácida $+Al^{3+}$
   b) Resina en forma ácida Co^{2+}

3. Indicar todas las reacciones químicas que se efectúan en esta práctica.

4. Reportar el número de miliequivalentes químicos encontrados en la muestra.

5. Reportar el número de miliequivalentes del catión desplazado en la muestra, considerando que son iones:

   a) Sodio
   b) Calcio
   c) Aluminio

PRÁCTICA # 9

ÓXIDO REDUCCIÓN
(YODO-YODIMETRÍA)

PREPARACIÓN Y VALORACIÓN DE UNA SOLUCIÓN DE TIOSULFATO DE SODIO

Una amplia gama de aplicaciones en Química Analítica de las reacciones redox, es la que se refiere a los métodos con yodo.

El yodo es soluble en agua en la proporción de 0,0001 moles por litro a la temperatura ambiente. Sin embargo, en presencia de yoduros solubles, como el de potasio, aumenta su solubilidad por formación del complejo triyoduro

$$I_2 + I^- \longrightarrow I_3^-$$

El ion triyoduro constituye la especie principal que existe en las disoluciones de "yodo", tanto en las utilizadas como reactivo valorante en métodos directos, como en las formadas por oxidación del ion yoduro en métodos indirectos (Por conveniencia en la representación de las ecuaciones, se escribirá normalmente I_2 en lugar del complejo, I_3^-).

$$I_3^- + 2e \longrightarrow 3I^- \qquad E^o = + 0{,}536 \text{ Volts}$$

ó

$$I_2 + 2e \longrightarrow 2I^-$$

lo hace muy utilizable en volumetría. Los oxidantes fuertes oxidan el I^- a I_3^- y los reductores fuertes reducen el I_3^- a I^-. Por esta razón, los métodos se dividen en dos grupos:

1. **Métodos directos (yodimetría)**, en que se utiliza una disolución patrón de yodo para valorar reductores fuertes, normalmente en disolución neutra o débilmente ácida.

2. **Métodos indirectos (yodometría)**, en que los oxidantes se determinan haciéndolos reaccionar con un exceso de yoduro; el yodo liberado se valo

lora en disolución débilmente ácida con un reductor patrón, como tiosulfato o arsenito sódico : el primero de estos compuestos se utiliza con más frecuencia:

$$I_2 + 2S_2O_3^{--} \longrightarrow 2I^- + S_4O_6^{--}$$

OBJETIVOS:

Que el alumno conozca al principio de un método analítico de óxido reducción y que prepare la solución de un reductor utilizando la substancia patrón primario adecuada.

MATERIAL Y EQUIPO

Bureta
3 vasos de precipitados de 250 ml
3 matraces Erlenmeyer de 250 ml
2 pipetas volumétricas de 10 ml
2 pipetas graduadas de 10 ml
1 matraz aforado de 100 ml
soporte y pinzas para bureta

REACTIVOS

- Tiosulfato de sodio
- Dicromato de potasio
- Ioduro de potasio
- Solución de almidon al %
- Bicarbonato de sodio

PARTE EXPERIMENTAL

Preparación de 500 ml de solución 0.1N de tiosulfato de sodio 0.1N.

Pesar en la balanza analítica 12.4085 g de tiosulfato de sodio pentahidratado, colocar en un vaso de precipitados, disolver con el mínimo de agua destilada previamente hervida, agregar 0.1 g de Na_2CO_3 que sirve como conservador, transferir la solución a un matraz aforado de 500 ml y aforar con agua destilada previamente hervida, guardar la solución en un frasco limpio y etiquetado.

VALORACIÓN DE LA SOLUCIÓN DE TIOSULFATO DE SODIO

Para valorar la solución de tiosulfato de sodio se disponen de patrones primarios uno de ellos es el $K_2Cr_2O_7$ que es un agente oxidante y libera una cantidad equivalente de yodo cuando es tratado con un exceso de yoduro, el cual se titula con la solución de tiosulfato de sodio. Las reacciones que se efectuan son las siguientes:

$$K_2Cr_2O_7 + 6KI + 14HCl \longrightarrow 8KCl + 2CrCl_3 + 3I_2 + 7H_2O$$

$$2Na_2S_2O_3 + I_2 \longrightarrow Na_2S_4O_6 + 2NaI$$

PREPARACIÓN DE 100 ml DE SOLUCIÓN PATRÓN DE $K_2Cr_2O_7$

Pesar en la balanza analítica 0.4900 g de $K_2Cr_2O_7$ previamente desecado en pesafiltro a 100°C en estufa. Disolver con agua destilada y transferir la solución a un matraz aforado de 100 ml completar el volumen hasta la marca de aforo.

VALORACIÓN DE LA SOLUCIÓN DE TIOSULFATO DE SODIO

Medir con pipeta volumétrica, 3 alícuotas de 10 ó 25 ml de solución patrón de $K_2Cr_2O_7$, colocar en tres matraces Erlenmeyer de 250 ml y adicionar a cada matraz 1g de KI, 3 ml de HCl 6N y una pizca de $NaHCO_3$ diluir a 50 ml con agua destilada, agitar tapar el matraz con un vaso de precipitados ó con un vidrio de reloj, dejar en la oscuridad durante cinco minutos. Lavar las paredes del matraz con agua destilada y valorar con la solución de tiosulfato de sodio hasta que el color de la solución cambie de color pardo rojizo a amarillo, en este momento adicionar un ml de solución de almidón al 1%, continuar adicionando solución de $Na_2S_2O_3$ hasta que el color cambie de azul a verde claro. Para encontrar la normalidad del tiosulfato aplique la fórmula $N_1V_1 = N_2V_2$.

CUESTIONARIO

1. Indique las reacciones químicas que se llevan a cabo en esta práctica y, que sirven para llegar a encontrar la normalidad del tiosulfato de sodio.

2. Con ayuda de las reacciones químicas que se efectuan, deduzca los pesos equivalentes de: $K_2Cr_2O_7$, I_2, $Na_2S_2O_3$.

3. Con ayuda de cálculos teóricos y experimentales, demuestre cómo llegó a la normalidad final del tiosulfato de sodio.

PRÁCTICA No. 10

DETERMINACIÓN DE CLORO DISPONIBLE

El cloro reacciona con el agua para formar ácidos clorhídrico e hipocloroso. El ácido hipocloroso, en solución diluída, se disocia en iones hidrógeno e hipocorito.

$$Cl_2 + H_2O \longrightarrow HCl + HOCl$$

$$HOCl \longrightarrow H^+ + OCl^-$$

El $HOCl^-$ y el OCl^- presentan la mayor actividad bactericida, según el pH del agua. El pH de las aguas cloradas normalmente está dentro del ámbito en el cual el cloro se encuentra como ácido hipocloroso e iones hipolorito. El Cloro reacciona también con el amoniaco presente en el agua para formar cloraminas, que asimismo tienen propiedades desinfectantes. En la mayoría de los productos comerciales que se expenden con el calificativo de blanqueadores y desinfectantes el cloro y el hipoclorito son los compuestos responsables de los efectos mencionados.

El cloro disponible puede determinarse yodo-métricamente agregando yoduro de potasio en exceso y ácido a la muestra en solución en estudio, la cantidad de yodo liberado que es equivalente al cloro disponible, se valora con solución de tiosulfato normalizado y almidón como indicador.

Reacciones.

$$NaOCl + H^+ \longrightarrow Na^+ HClO$$

$$4HClO \longrightarrow 2H_2O + O_2 + 2Cl_2 \text{ (cloro liberado)}$$

$$Cl_2 + 2KI \longrightarrow I_2 + 2KCl$$

Reacción de Titulación.

$$I_2 + 2Na_2S_2O_3 \longrightarrow 2NaI + Na_2S_4O_6$$

$$Cl_2 + 2e \longrightarrow 2Cl^-$$

$$\text{Peq. del } Cl_2 = \frac{2(35.5)}{2} = 35.5$$

OBJETIVO

Que el alumno cuantifique el cloro disponible en diferentes muestras comerciales, mediante una titulación yodométrica.

MATERIAL Y EQUIPO

Bureta
3 vasos de precipitados de 250 ml.
3 matraces erlenmeyer de 250 ml.
2 pipetas volumétricas de 10 ml.
2 pipetas graduadas de 10 ml.
1 matraz aforado de 100 ml.
soporte y pinzas para bureta.

REACTIVOS

- sol. de tiosulfato valorada
- Ioduro de potasio
- Solución de almidón al 1%
- H_2SO_4 2M

PARTE EXPERIMENTAL

Recibir un volumen apropiado de la muestra problema en un matraz aforado de 100 ml aforar y por triplicado medir alicuotas de 10 ó 25 ml, verterlas a matraces de Erlenmeyer de 250 ml. agregar unos 25 ml. de agua destilada a cada matraz, agregar

0.5 g. de KI y 5 ml. de H_2SO_4 M, valorar el yodo liberado con solución de tiosulfato de sodio, cuando la solución presente un color amarillo tenue adicionar un ml de almidón, continuar la titulación hasta desaparición total del color azul.

CÁLCULOS

m.e.q. = ml(tios) x N(tios) x dilución.

mg de cloro = m.e.q. x p.m.e.q. del Cl_2

$$\% \text{ de cloro} = \frac{g cl_2}{\text{peso muestra}} x\ 100$$

$$ppm = \frac{mg}{l} \text{ de cloro} = \% cl_2 \times 1 \times 10^4$$

CUESTIONARIO

1. Investigue: qué otros métodos existen para la determinación de cloro disponible o residual. Indique en qué casos se aplican cada uno (mencione otros dos por lo menos).

2. Establezca la diferencia entre demanda de cloro y cloro residual.

3. Mediante razonamientos demuestre:

a) Conociendo las mg de cl_2 en la muestra ¿Cómo llega a la ecuación de % de cl_2?

b) Conociendo el % de cl_2 en la muestra ¿cómo llega a la ecuación de ppm = mg/l?

4. Sustituyendo datos experimentales en las fórmulas correspondientes. Reporte el % y los mg/1 de cl_2 en la muestra trabajada.

BIBLIOGRAFÍA

1. Análisis químico cuantitativo
D.C. Harris.
Ed. Grupo Editorial Iberoamérica 1992.

2. Química analítica cuantitativa.
R.A. Day y A.L. Underwood.
Ed. Prentice Hall 1989.

3. Química analítica
G. D. Christian.
Ed. Limusa 1981

4. Química analítica
D.J. Pietrzyk y C.W. Frank
Ed. Interamericana 1983.

5. Análisis químico cuantitativo.
G. H. Ayres
Ed. Harper 1970.

6. Química Analítica
M. Watty
Ed. Alhambra. 1982.

7. Guía de prácticas, Química Analítica Cuantitativa
Depto. de Química Inorgánica
E.N.C.B., I.P.N. (1993)

Manual de prácticas
de química analítica
Se terminó de imprimir
en el mes de octubre del año 2008
en los talleres de la Sección
de Impresión y Reproducción de la
Universidad Autónoma Metropolitana
Unidad Azcapotzalco

La edición estuvo
a cargo de la
Sección de Producción
y Distribución Editoriales

Se imprimieron
100 ejemplares
más sobrantes para reposición.

UNIVERSIDAD AUTONOMA METROPOLITANA
Casa abierta al tiempo Azcapotzalco

COSEI
COORDINACIÓN DE SERVICIOS DE INFORMACIÓN

Formato de Papeleta de Vencimiento

El usuario se obliga a devolver este libro en la fecha señalada en el sello mas reciente

Código de barras. 2893907

FECHA DE DEVOLUCION

- Ordenar las fechas de vencimiento de manera vertical.
- Cancelar con el sello de "DEVUELTO" la fecha de vencimiento a la entrega del libro

UAM
QD78
F5.6

2893907
Flores Valverde [illegible]
Manual de prácticas de Qu
9

2893907

Daniel Estrada Guerrero

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA
Casa abierta al tiempo Azcapotzalco

MANUAL DE PRACTICAS DE QUIMICA ANALITICA
FLORES VALVERDE ERAS • SECCION DE IMPRESION
11371
R. 40 $ 11.00
40-ANTOLOGIAS CBI • 01-CBI

ISBN: 970-31-0195-x
978-97031-01955

UNIVERSIDAD AUTONOMA METROPOLITANA
Casa abierta al tiempo Azcapotzalco

Division de Ciencias Básicas e Ingeniería
Departamento de Ciencias Básicas / Área de Química
Coordinación de Extensión Universitaria
Sección de Producción y Distribución Editoriales