



FACULTADE DE QUÍMICA

**GRADO EN QUÍMICA POR LA UNIVERSIDAD DE
SANTIAGO DE COMPOSTELA**

PRÁCTICAS DE QUÍMICA ANALÍTICA

**MANUAL DE LABORATORIO
DE QUÍMICA ANALÍTICA I**

ÍNDICE

MANUAL DE LABORATORIO DE QUÍMICA ANALÍTICA I	1
ÍNDICE	2
1. NORMAS DE TRABAJO Y SEGURIDAD EN EL LABORATORIO.	3
1.1. Normas generales	3
1.2. Normas generales de seguridad.	4
1.3. Pictogramas de seguridad	5
1.4. Eliminación de residuos.	5
1.5. Qué hay que hacer en caso de accidente: Primeros auxilios.	6
2. MATERIAL DE LABORATORIO Y SU USO	8
2.1. Limpieza del material	9
3. OPERACIONES BÁSICAS	10
3.1. Medición de líquidos.	10
3.2. Pesadas. Medida de masa.	12
3.3. Transferencia de sólidos.	12
3.4. Trasvase de líquidos.	12
3.5. Preparación de disoluciones.	12
3.6. Filtración	13
3.7. Secado y Calcinación	14
4. DIARIO DE LABORATORIO	15
QUIMICA ANALITICA I Guiones de Prácticas	16
DETERMINACIÓN GRAVIMÉTRICA DE HIERRO	19
DETERMINACIÓN DE NÍQUEL EN UN ACERO	21
DETERMINACIÓN DE CLORURO EN AGUAS MEDIANTE EL MÉTODO DE MOHR	23
DETERMINACIÓN DE CARBONATO Y BICARBONATO EN UNA MUESTRA DE AGUA. MÉTODO INDIRECTO	25
DETERMINACIÓN DE CARBONATO Y BICARBONATO EN UNA MUESTRA DE AGUA. MÉTODO DIRECTO	27
DETERMINACIÓN DE Ca(II), Mg(II) Y DUREZA DE UN AGUA	29
DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO EN HIPOCLORITO Y CLORO ACTIVO EN UNA MUESTRA DE LEJÍA	31
DETERMINACIÓN DE LA MATERIA ORGÁNICA EN UN AGUA DULCE	33
APÉNDICES	35

1. NORMAS DE TRABAJO Y SEGURIDAD EN EL LABORATORIO¹.

1.1. Normas generales

- La asistencia a las clases interactivas: seminarios, tutorías y laboratorio es obligatoria para todos los alumnos.
- Los alumnos deberán presentarse en la fecha, hora y lugar que se les cite, con el material que se les solicite y con el guión de la práctica que corresponda leído.
- El alumno encontrará su puesto de trabajo limpio y ordenado, en caso contrario deberá comunicarlo al profesor. Además, se asegurará que dispone de todo el material indicado en la relación que se encontrará en su taquilla, y que dicho material se encuentra en perfectas condiciones.
- Desde el inicio hasta el final de la práctica el alumno se responsabilizará de su puesto de trabajo así como del material allí presente.
- El alumno antes de acudir al laboratorio leerá atentamente el guión de cada práctica a realizar. Con carácter general, antes de empezar una práctica el alumno tendrá que contestar a una serie de cuestiones sobre la misma, que el profesor corregirá y tendrá en cuenta a la hora de calificar. En las prácticas además será necesario traer hechos al laboratorio los cálculos previos, planteados en los guiones de las prácticas que aparecen en este manual.
- Los materiales, reactivos y disoluciones que sean de uso compartido y tengan una ubicación determinada sólo deberán ser retirados en el momento de su uso y deberán ser devuelto a su lugar original **inmediatamente**. Esto se aplicará a los reactivos sólidos colocados cerca de las balanzas, papel indicador, indicadores para valoración, disoluciones patrón, disoluciones preparadas para el alumno, etc., y especialmente a aquellas sustancias que requieren unas condiciones especiales para su conservación (sales anhidras en desecadores) y que a la intemperie cambian sus propiedades.
- Antes de usar un instrumento general de uso compartido (balanzas, bomba de vacío, desecadores, espectrómetros, etc.) se asegurará que no esté siendo utilizado por un compañero. En caso de estar libre de uso, deberá asegurarse de que funciona correctamente. Suele ser frecuente la formación de colas entorno a estos sitios. Esto debe evitarse porque contraviene las normas de seguridad, por lo tanto, el alumno permanecerá en su mesa hasta que los sitios queden libres.
- En ningún momento se harán bromas ni actividades ajenas al trabajo de laboratorio, sobre todo si producen distracción o falta de atención a los compañeros.
- Nunca se deberá correr en el laboratorio, trabajar sólo, ni llevar a cabo experimentos de otras prácticas ni realizados por cuenta propia.
- En caso de querer salir, se lo solicitará al profesor y sólo lo hará en un tiempo lo más breve posible. Aprovechará los momentos en los que en la marcha de la práctica pueda darse un tiempo de inactividad por parte del alumno, y siempre que abandone el laboratorio deberá lavarse las manos incluso si llevó guantes puestos.

¹ Unas normas de seguridad en los laboratorios de prácticas más completas las puede encontrar en el capítulo 1 del libro de Martínez Grau (referencia 2) o en el documento de la página web del *Servicio de Prevención de Riscos* de la USC: (<http://www.usc.es/estaticos/servizos/sprl/normalumlalab.pdf>)

- Se deberá salir siempre y cuando lo solicite el profesor o lo determine alguna de las normas de seguridad.
- Antes de dar por terminada la práctica el alumno deberá consultar al profesor la calidad de los resultados obtenidos.
- Al terminar de forma normal la actividad en el laboratorio, todo el material de práctica usado deberá lavarse y dejarse limpio, y el puesto ocupado deberá dejarse ordenado. El material de vidrio se colocará sobre una hoja de papel de filtro limpio.

IMPORTANTE: Recordar la obligación de dejar el material de laboratorio de su puesto de trabajo perfectamente limpio y en orden. **Notificar al profesor cualquier rotura o deterioro que sufra el material de su puesto u otro de uso compartido** para que éste lo pueda reponer.

Es obligatorio presentarse al profesor y solicitar su autorización antes de abandonar el laboratorio.

1.2. Normas generales de seguridad.








Está absolutamente prohibido trabajar en el laboratorio sin bata ni gafas de seguridad

- No se admiten lentes de contacto en el laboratorio.
- En el laboratorio está totalmente prohibido comer, beber y fumar.
- Es necesario recogerse el pelo largo, llevar las uñas cortas y no usar anillos en las manos. El calzado, sin tacones altos, tendrá que cubrir totalmente los pies.
- El alumno se informará de donde están los elementos de seguridad del laboratorio (extintores, alarmas, salidas, lavaojos, etc.)
- Está prohibido sacar material o productos fuera del laboratorio.
- En ningún caso se tirarán productos químicos o disoluciones, salvo que sean inertes, a los desagües del laboratorio sino en los recipientes adecuados de recogida de residuos.
- Cuando se esté utilizando algún producto o realizando alguna reacción que genere algún gas tóxico o irritante, deberá trabajarse siempre en vitrina de gases con el aspirador en funcionamiento. La atmósfera del laboratorio debe mantenerse lo más limpia posible.
- No retornar nunca el exceso de reactivo al recipiente de origen.
- En caso de accidente avisar inmediatamente al profesor.
- El alumno no debe olvidar leer siempre la etiqueta de cualquier reactivo antes de usarlo. Comprobar que retrata realmente el reactivo indicado y observar los símbolos y frases de seguridad que señalan los riesgos más importantes derivados de su uso y las precauciones que hay que adoptar para su utilización.

Importante: Evitar usar material de vidrio con roturas o grietas, disoluciones contaminadas o sospechosas, etc.

1.3. Pictogramas de seguridad²

Símbolos de peligrosidad.

E Explosivo	Sustancias que pueden deflagrar y explotar espontáneamente. Debe evitarse el calor, fuego, chispas, percusión o fricción.	
O Comburente	Sustancias que, en contacto con materiales combustibles, originan una reacción fuertemente exotérmica aumentando el peligro de incendio y su violencia. Debe evitarse el contacto con sustancias combustibles.	
F Fácilmente inflamable	Sustancias que, por acción de una fuente de ignición, pueden arder y continuar quemando. Deben mantenerse lejos de llamas, chispas y fuentes de calor.	
F+ Extremadamente inflamable	Líquidos con puntos de inflamación y ebullición bajos, y gases que a presión y temperatura ambiente son muy inflamables en el aire. Deben mantenerse lejos de llamas, chispas y fuentes de calor.	
T Tóxico	La absorción de estas sustancias puede tener efectos muy graves e irreversibles para la salud. Deben tomarse medidas especiales para su manejo.	
T+ Muy tóxico	La absorción de estas sustancias en cantidades muy pequeñas puede tener efectos muy graves e irreversibles para la salud, pudiendo llegar a tener consecuencias mortales. Deben tomarse medidas especiales para su manejo, evitando cualquier contacto con el cuerpo.	
C Corrosivo	Sustancias que destruyen los tejidos. Deben tomarse medidas protectoras especiales.	
Xn Nocivo	Su absorción puede dar lugar a daños agudos o crónicos para la salud. Deben tomarse medidas especiales para su manejo.	
Xi Irritante	Sin llegar a ser corrosivos, pueden provocar inflamaciones de la piel o las mucosas. Debe evitarse el contacto con la piel y los ojos y no inhalar sus vapores.	
N Peligroso para el medio ambiente	Pueden provocar daños en los ecosistemas por cambio de los equilibrios naturales. No deben alcanzar la canalización, el suelo o el medio ambiente.	

1.4. Eliminación de residuos.

La Facultad, conjuntamente con la Unidad de Gestión de Residuos Peligrosos de la USC, tiene un plan de recogida de los residuos que no deben ser vertidos al alcantarillado o depositarse en las papeleras.

El material de cristal roto se tirará en los recipientes destinados especialmente a este fin. Los papeles y otros desperdicios se tirarán en la papelería.

Los productos químicos tóxicos se tirarán en contenedores especiales para este fin, suministrados por la unidad de recogida de residuos de la Universidad.

En ningún caso se tirarán productos químicos o disoluciones, salvo que sean inertes, a los desagües del laboratorio. Especialmente prohibido está tirar por el desagüe materiales sólidos insolubles, que puedan atascarlos, productos que reaccionen con el agua, o que sean inflamables, o que sean lacrimógenos, o productos que sean difícilmente biodegradables.

² Martínez Grau, M^a Á. y Csáky, A. G., Técnicas experimentales en síntesis orgánica, Ed. Síntesis, Madrid, 2001-2008.

Las sustancias líquidas o las disoluciones que puedan verterse al fregadero, se diluirán previamente, sobretodo si se trata de ácidos y de bases.

1.5. Qué hay que hacer en caso de accidente: Primeros auxilios.

Importante: En caso de accidente, avisar inmediatamente al profesor.

En caso de gravedad llamar al 061, y de ser necesario al teléfono de información toxicológica 915 620 420. En cualquier caso comunicar por escrito los hechos al Servicio de Prevención de Riesgos Laborales de la Universidad (extensión 33333).

Fuego en el laboratorio. Evacuar el laboratorio, de acuerdo con las indicaciones del profesor y la señalización existente. Si el fuego es pequeño y localizado, apagarlo utilizando un extintor adecuado, arena, o cubriendo el fuego con un recipiente de tamaño adecuado que lo sofoque. Retirar los productos químicos inflamables que estén cerca del fuego. No utilizar nunca agua para extinguir un fuego provocado por la inflamación de un disolvente sino nieve carbónica.

Fuego en el cuerpo. Si a un alumno se le incendia la ropa, debe gritar inmediatamente para pedir ayuda. Debe tenderse en el suelo y rodar sobre si mismo para apagar las llamas. No correr ni intentar llegar a la ducha de seguridad si no está muy cerca. ¡¡¡Es tu responsabilidad ayudar a alguien que se esté quemando!!! Si un compañero se está quemando, cúbrele con una manta ignífuga, condúcele hasta la ducha de seguridad, si está cerca, o hazle rodar por el suelo. No utilizar nunca un extintor sobre una persona. Una vez apagado el fuego, hay que mantener a la persona tendida, procurando que no coja frío y proporcionarle asistencia médica.

Quemaduras. Las pequeñas quemaduras producidas por material caliente, baños, placas o mantas calefactoras, etc., se trataran lavando la zona afectada con agua fría durante 10-15 minutos. Las quemaduras más graves requieren atención médica inmediata.

Cortes. Los cortes producidos por la rotura de material de cristal son un riesgo común en el laboratorio. Estos cortes se tienen que lavar bien, con abundante agua corriente, durante 10 minutos como mínimo. Si son pequeños y dejan de sangrar en poco tiempo, lavarlos con agua y jabón, aplicar un antiséptico y taparlos con una venda o apósito adecuados. Si son grandes y no paran de sangrar, requiere asistencia médica inmediata.

Derrame de productos químicos sobre la piel. Los productos químicos que se hayan vertido sobre la piel deben lavarse inmediatamente con agua corriente abundante, como mínimo durante 15 minutos. Los productos corrosivos son especialmente peligrosos, ha de actuarse rápidamente y con energía, lavando inmediatamente ésta con grandes cantidades de agua fría. Las duchas de seguridad instaladas en los laboratorios se utilizarán en aquellos casos en que la zona afectada del cuerpo sea grande y no sea suficiente el lavado en un fregadero. Es necesario sacar toda la ropa contaminada a la persona afectada lo antes posible mientras esté bajo la ducha. Es necesario recordar que la rapidez en el lavado es muy importante para reducir la gravedad y la extensión de la herida. Es necesario proporcionar asistencia médica a la persona afectada.

Actuación en caso de producirse corrosiones en los ojos. En este caso el tiempo es esencial (menos de 10 segundos). Cuanto antes se lave el ojo, menos grave será el daño producido. Lavar los dos ojos con agua corriente abundante durante 15 minutos como mínimo en una ducha de ojos, y, si no hay, con un frasco para lavar los ojos. Es necesario mantener los ojos abiertos con la ayuda de los dedos para facilitar el lavado

debajo de los párpados. Es necesario recibir asistencia médica, por pequeña que parezca la lesión.

Actuación en caso de ingestión de productos químicos. Antes de cualquier actuación concreta pedir asistencia médica. Si el paciente está inconsciente, ponerlo tumbado, con la cabeza de lado. Tapanlo con una manta para que no tenga frío. No dejarlo sólo. No permitirle que ingiera líquidos, ni provocar el vómito.

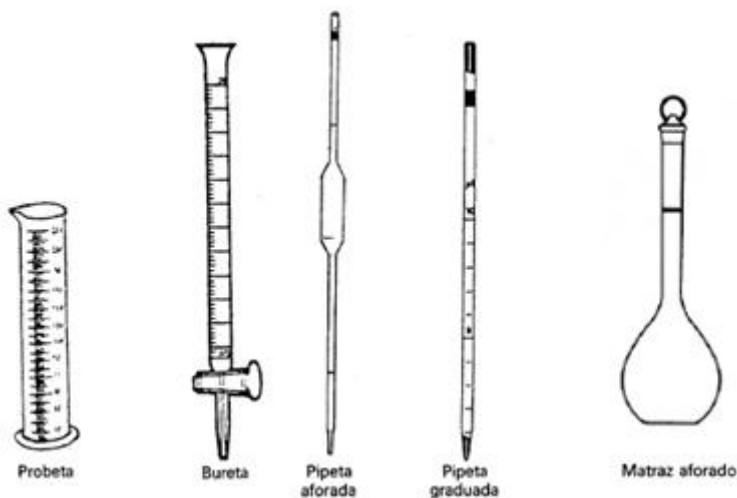
Actuación en caso de inhalación de productos químicos. Conduce inmediatamente a la persona afectada a un sitio con aire fresco. Requiere asistencia médica lo antes posible.

2. MATERIAL DE LABORATORIO Y SU USO

La mayor parte del material empleado en un laboratorio de Química es de vidrio; esto es debido a sus características ventajosas, como son fácil limpieza, transparencia, inercia química, capacidad para soportar elevadas temperaturas. El inconveniente de este tipo de material es su fragilidad, lo que exige un esmero cuidado en su manejo.

El conjunto del material de laboratorio puede clasificarse en los siguientes grupos:

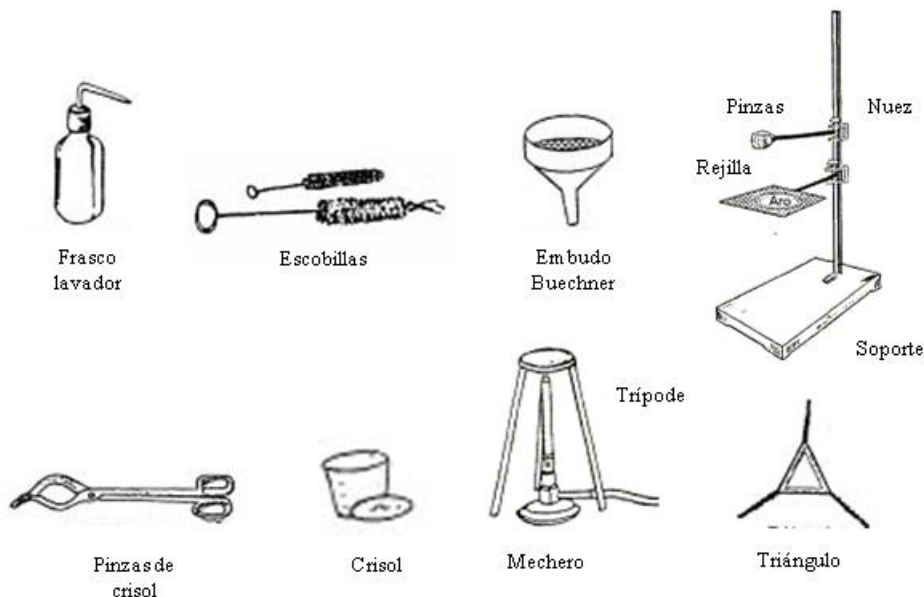
a) **Material de laboratorio para medida de volúmenes.** Este tipo de material volumétrico está calibrado y no debe ser calentado.



b) **Otro material de vidrio.** Para la realización de operaciones básicas tales como filtración, desecación, etc., se utiliza una gran variedad de material de vidrio.



c) **Otro material de laboratorio.** Además del vidrio, en el laboratorio se emplean utensilios fabricados con materiales tales como porcelana, madera, hierro y plástico.



2.1. Limpieza del material

Para la mayoría de las manipulaciones del laboratorio es de la mayor importancia que el material a usar esté LIMPIO.

La limpieza del material se debe realizar inmediatamente después de cada operación ya que es mucho más fácil y además se conoce la naturaleza de los residuos que contiene.

Para limpiar un objeto, en primer lugar se quitan los residuos (que se tiran en el recipiente adecuado). El lavado con agua y jabón de toda la pieza es uno de los mejores métodos de limpieza. Tras lo cual es necesario enjuagar con agua abundante para eliminar el jabón y la suciedad. La última operación de lavado consiste en enjuagar todo el material con agua desionizada o destilada.

En el caso de manchas difíciles de eliminar con agua y jabón, habría que recurrir a la utilización de otros disolventes (disolventes orgánicos, ácidos o bases,...). Si la suciedad es muy rebelde, se pueden preparar disoluciones, como la mezcla crómica (una disolución saturada de dicromato potásico en ácido sulfúrico o nítrico) que dan excelentes resultados, aunque son algo peligrosas de manejar por ser muy corrosivas y cancerígenas.

Finalmente, si el material ha de estar seco, se deja escurrir boca abajo en el fregadero. Para un mejor secado, la pieza se puede meter en una estufa (¡OJO, no meter nunca material de vidrio graduado, con piezas de plástico o teflón, o con las dos piezas del esmerilado unidas).

Importante: Antes de proceder a la limpieza de material de vidrio esmerilado, y si éste estuviese engrasado, hay que eliminar totalmente la grasa de los esmerilados con la ayuda de un papel (envuelto en unas pinzas) impregnado de hexano o acetona.

Nunca se debe introducir material volumétrico ni de plástico en la estufa

Al finalizar la práctica, el material se guarda limpio

3. OPERACIONES BÁSICAS

3.1. Medición de líquidos.

Los líquidos pueden medirse determinando su volumen. Se utilizan cuatro instrumentos para la medida de volúmenes de líquidos: **Probeta, Pipeta, Bureta y Matraz aforado**.

La probeta, la pipeta y la bureta miden el volumen por vertido, mientras que el matraz aforado lo miden por contenido. Estos instrumentos tienen marcas grabadas en su superficie que indican volúmenes de líquidos. Para medir el volumen, el nivel del líquido se compara con las marcas de graduación señaladas sobre la pared del instrumento de medida. Dicho nivel se lee en el fondo del menisco que se forma en el líquido.

Para realizar una lectura correcta de un volumen utilizando una probeta, bureta o pipeta, es necesario que los ojos del observador estén a la misma altura que el menisco del líquido. En caso contrario la lectura será incorrecta.

Para tomar una cantidad aproximada de un líquido o una disolución, se utiliza un vaso de precipitados o una probeta del volumen más próximo a la cantidad necesitada. En caso de necesitar un volumen exacto, se utilizará una pipeta graduada, una bureta o material de vidrio aforado. La diferencia entre un instrumento y otro no es el volumen que mide sino la precisión y la finalidad.

Nunca se introduce ningún material (tampoco pipetas) en un frasco de reactivos para evitar la contaminación de todo el producto. Para tomar un volumen determinado de un reactivo con una pipeta debe añadirse en un recipiente (un vaso de precipitados por ejemplo) un volumen de líquido algo superior a la cantidad que se desea medir. Una vez tomada la cantidad necesaria de este recipiente, el exceso se desecha.

Bureta: Se emplea exclusivamente para medir el volumen vertido con exactitud. Las buretas, en general, tienen las marcas principales señaladas con números que indican mililitros, y subdivisiones no numeradas que indican 0,1 ml. Están provistas de una llave para controlar el caudal del líquido.

Antes de usar una bureta se debe asegurar que está limpia y que la válvula o llave no deja escapar líquido cuando está cerrada.

Para llenar la bureta, asegurarse de que la llave está cerrada. Añadir de 5 a 10 mL de valorante y girar con cuidado la bureta para que moje por completo su interior. A continuación llenar la bureta por encima de la marca del cero. Quitar las burbujas de aire de la punta, abriendo rápidamente la llave y permitiendo que pasen pequeñas cantidades de valorante. Finalmente, enrasar a cero.

Durante la valoración, la llave o la pinza de la bureta se debe manejar con la mano izquierda mientras con la derecha se agita el matraz de la reacción³. Debe asegurarse de que la punta de la bureta está dentro del matraz de valoración. Introducir el valorante lentamente agitando constantemente para asegurar que se mezclan bien los reactivos.

Es un instrumento muy preciso por lo que nunca deberá contener y por tanto adicionar líquidos calientes.



Modo recomendado para el manejo de la llave de una bureta³

³ Fuente: D.A. Skoog, D.M. West, F.J. Holler, "Fundamentos de Química Analítica", Editorial Síntesis, Madrid, 2003.

Matraz aforado: Mide volúmenes por contenido con gran precisión. Sólo mide un volumen dado por un aforo. Al ser un instrumento muy preciso, debe de tenerse en cuenta que no se puede calentar ni adicionar en él líquidos calientes.

Para preparar una disolución en un matraz aforado, primero se disuelve la masa deseada del reactivo en un vaso de precipitados con algo menos de disolvente que el volumen final, mediante una suave agitación. A continuación se transfiere la disolución al matraz aforado, y se lava tres veces con pequeños volúmenes de disolvente adicionando las aguas de lavado también al matraz aforado. Finalmente, se enrasa.

Pipetas: Las pipetas se utilizan para transferir volúmenes de líquido cuya medida requiere exactitud. Hay de varias clases, las que se van a utilizar en mayor medida son las siguientes: pipeta aforada, pipeta graduada y micropipeta.

La pipeta aforada está calibrada para verter un volumen fijo. Se fabrican en diferentes tamaños y pueden tener una o dos marcas de enrase (pipetas de doble enrase. Si se llena la pipeta hasta la línea de enrase (anillo grabado en la parte superior) y se descarga totalmente o hasta la siguiente marca de enrase (pipetas de doble enrase) se vierte el volumen que indique la pipeta.

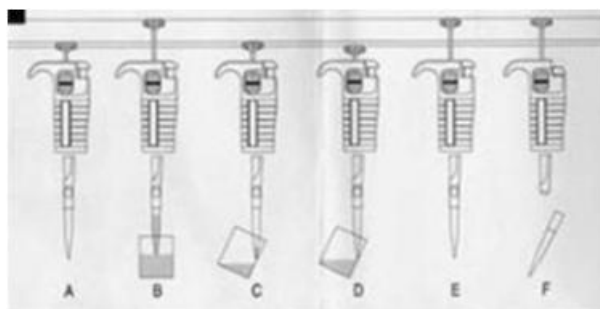


Diferentes tipos de propipetas

La pipeta graduada está calibrada, por lo que se puede utilizar para verter volúmenes variables.

Tanto en la utilización de las pipetas aforadas como graduadas se utilizan propipetas (pipeteadores o émbolos) para succionar y verter los líquidos.

La micropipeta transfiere volúmenes variables de unos pocos mililitros o microlitros de líquido. Utiliza puntas desechables de plástico. Para transferir un volumen, se aprieta el émbolo hasta el primer tope (A) y se introduce la punta y se aspira el contenido previamente ajustado en la micropipeta. Con cuidado de no generar burbujas (B). A la hora de verter el volumen aspirado, se aprieta hasta el primer tope (C) y se aprieta hasta el segundo tope para soltar el volumen completamente (D). Por último, se desecha la punta en el recipiente correspondiente después de terminar (F).



Técnica para el uso de las micropipetas

NUNCA introduzca una pipeta o similar en una botella de reactivo pues puede impurificarlo. Trasvase la cantidad aproximadamente necesaria a un vaso de precipitados o similar y tome de éste la disolución.

Probeta: Los volúmenes transferidos con una probeta son menos exactos que los transferidos con una pipeta. Se añade líquido hasta que el menisco coincide con un cierto nivel, el número de la correspondiente línea indica el volumen de líquido que contiene la probeta. La precisión de las medidas obtenidas con las probetas disminuye a medida que aumenta su capacidad.

Se usan sólo para medir. No se deben preparar nunca en ella disoluciones ni mezclas.

3.2. Pesadas. Medida de masa.

Para pesar sustancias se utilizan normalmente balanzas. Existen diversos tipos de balanzas que se caracterizan por su *exactitud*, por su *sensibilidad* y su capacidad máxima. Las más utilizadas serán: balanza analítica (macrobalanza) y la balanza granataria o granatario.

La balanza analítica (macrobalanza) tiene una carga máxima de 160 a 200 g, y una precisión de 0,1 mg.

La balanza granataria tiene una sensibilidad de entre 0.1 y 0.01g, lo que no es muy exacto, pero tiene mayor, capacidad, de alrededor de 2500 g.

La pesada no se debe realizar nunca directamente sobre el platillo, sino sobre un vidrio de reloj o sobre algún recipiente de vidrio limpio y seco.

Para realizar la pesada, en primer lugar se pesa el recipiente que ha de contener el reactivo en la balanza, se contrarresta el peso del pesasubstancias, este procedimiento se denomina tarar. En las balanzas que se usan actualmente para realizar esta operación se pulsa la tecla de tara, y se espera hasta que el visor está en 0. A continuación, se añade la sustancia que se quiere pesar con una espátula, si es un sólido, o se adiciona con una pipeta, si es un líquido. Finalmente, se efectúa la lectura de pesada. Hay que anotar el peso exacto, indicando todas las cifras decimales que dé la balanza utilizada.

Si se ha adicionado más producto del necesario, retirar un poco de producto y volver a pesar. Si todavía hay producto en exceso volver a retirar más. **El producto después de sacado del frasco no se debe devolver al mismo.**

Después de pesar se ha de descargar la balanza, es decir ponerla a cero. La cámara de pesada y el plato de la balanza se deben dejar perfectamente limpios.

3.3. Transferencia de sólidos.

Las cantidades pequeñas de un reactivo sólido granulado o en polvo se transfieren desde un frasco a un recipiente con una espátula limpia y seca.

Para introducir un sólido en un recipiente de boca estrecha se puede utilizar un embudo de sólidos limpio y seco.

3.4. Traslado de líquidos.

Para evitar salpicaduras al verter un líquido de un recipiente a otro se apoya en una varilla de vidrio sobre el pico del recipiente en forma que el líquido fluya por la varilla y se recoja en el otro recipiente. Si el recipiente tiene una boca pequeña, debe utilizarse un embudo de vidrio seco y limpio en el que caiga el líquido procedente de la varilla.



3.5. Preparación de disoluciones.

En el laboratorio químico se preparan dos tipos de disoluciones, en función de la precisión del material empleado: disoluciones de concentración aproximadas y disoluciones de concentración exacta. En ambos casos se puede preparar la disolución a partir de un reactivo sólido o a partir de un reactivo líquido o una disolución.

El paso previo a la preparación de toda disolución es la realización de unos **cálculos previos**, que son diferentes en función de la naturaleza del compuesto de partida.

En el caso de disoluciones de concentración aproximada, la disolución se puede preparar en un vaso de precipitados o en un matraz erlenmeyer. Para la pesada se utiliza una balanza granataria y para la medida de volúmenes una probeta.

Las disoluciones de concentración exacta se preparan en matraces aforados. Para la medida de los solutos si son sólidos se utiliza una balanza analítica (anotando todas las cifras decimales) y si son líquidos una pipeta.

3.6. Filtración

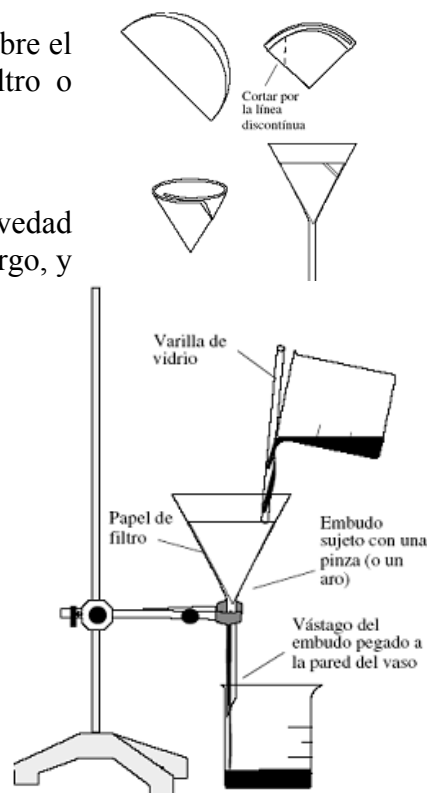
Un problema normal en el laboratorio es separar un líquido de un sólido. En la filtración se realiza el paso de un líquido a través de un material poroso que retenga las partículas sólidas.

La filtración de un precipitado analítico tiene lugar en tres etapas:

- **Decantación**, que consiste en el vertido de tanto líquido sobrenadante como sea posible sobre el papel de filtro o placa porosa, manteniendo el sólido precipitado en el vaso donde se formó. Para dirigir el flujo de líquido decantado se usa una varilla de agitación.
- **Trasvase**, que consiste en arrastrar el sólido al papel de filtro o placa porosa, ayudándose con una varilla policia (que es una varilla de agitación con un trozo de tubo de goma adaptado en un extremo).
- **Lavado**, que consiste en añadir el líquido de lavado sobre el precipitado y dejarlo pasar a través del papel de filtro o placa porosa para eliminar posibles interferencia.

La filtración puede realizarse **por gravedad** o **a vacío**.

Presión normal o por gravedad, para la filtración por gravedad se utiliza un embudo de vidrio, normalmente de vástago largo, y papel de filtro, de la porosidad adecuada en consonancia con el tamaño de partícula del precipitado. El papel de filtro se pliega como se muestra en la figura. Una vez colocado en el interior del embudo, se humedecerá el papel con el líquido de lavado, con el fin de que la superficie externa del papel se adhiera perfectamente a la pared interna del embudo. El embudo con el papel de filtro se situará sobre un soporte, de forma que el vástago se halle en contacto con la pared del recipiente de recogida del líquido de filtrado, y a continuación se irá vertiendo el líquido hasta el embudo, deslizándolo por la varilla, procediendo como se ha indicado anteriormente. Debe cuidarse mucho que en las adiciones de producto al filtro, la disolución no rebase nunca el borde del papel pues en ese caso pasaría líquido sin atravesar el papel de filtro y arrastraría, al filtrado, partículas de precipitado.

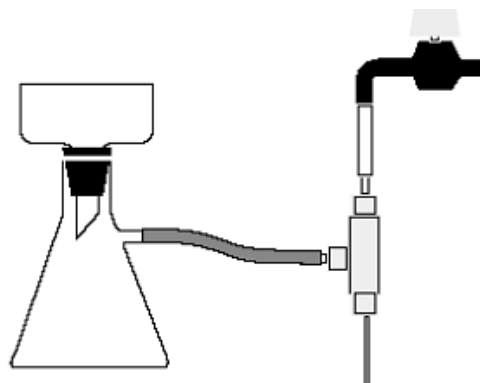


Este tipo de filtración suele usarse en aquellos casos en que el precipitado es casi coloidal, o cuando interesa eliminar una pequeña impureza insoluble garantizando que la disolución pasa completamente transparente.

A **vacío**, para filtrar a vacío se utiliza un embudo Buechner con un papel de filtro circular de igual diámetro que el embudo o una placa filtrante, un matraz kitasato y un producto de vacío.

Si se utiliza embudo Buechner, el papel de filtro se sitúa en la placa interior del embudo Buechner, humedeciéndolo luego con líquido de lavado para que la adherencia sea total.

El embudo Buechner o la placa filtrante se adosa a un Kitasato utilizando con interfase un cono de goma y se conecta la tubuladura lateral con el aparato productor de vacío (generalmente una trompa de agua).



Debe procurarse desconectar el kitasato del generador de vacío antes de cerrar éste, sobre todo cuando se trata de una trompa de agua, pues la diferencia de presiones, en caso contrario, hará que el agua pase al kitasato impurificando o en el mejor de los casos diluyendo el líquido filtrado.

La filtración a vacío es mucho más rápida que por gravedad y se utiliza normalmente para separar los precipitados de las disoluciones que los contienen (aguas madres).

3.7. Secado y Calcinación

En un laboratorio analítico normalmente se utilizan dos sistemas de calentamiento: estufas y muflas. La principal diferencia reside en las temperaturas de trabajo y por lo tanto en sus aplicaciones.

Estufas: La temperatura de trabajo máxima de una estufa alcanza los 150 °C. Se utilizan para secar reactivos, precipitados y material de vidrio a 110 °C aproximadamente. Todo lo que se introduce en la estufa debe estar marcado. Se deben usar un vidrio de reloj o un vaso de precipitados para introducir los reactivos o precipitados en la estufa.

Muflas: Las temperaturas de trabajo son mucho mayores, desde los 200 °C hasta alcanzar 1500 °C. Se utilizan para calcinar muestras, reactivos y precipitados. Debido a las altas temperaturas que se alcanzan en la mufla sólo pueden usarse materiales de laboratorio refractarios.

Para trabajar con los sistemas de calentamiento es necesario tomar precauciones a la hora de introducir y sacar el material. Utilizar guantes y pinzas largas en caso necesario.

Al sacar los reactivos o precipitados de la estufa o mufla, se suelen introducir en un **deseCADOR** para evitar que absorban humedad de la atmósfera. Un desecador es un recipiente de vidrio cerrado, con una tapa de bordes esmerilados, que se engrasan con silicona, de forma que el cierre sea hermético. En su interior suele ponerse un agente desecante (gel de sílice, alúmina,...) para que la atmósfera interna se mantenga libre de humedad. Se utiliza para guardar objetos y sustancias en atmósfera seca. Después de poner un objeto caliente en el desecador, se deja la tapa algo abierta durante unos minutos hasta que el objeto se haya enfriado un poco. Esta operación evita que la tapa salte cuando el aire del interior del desecador se calienta. Para abrir un desecador, deslizar la tapa horizontalmente, en vez de intentar abrirla tirando de la tapa hacia arriba.

4. DIARIO DE LABORATORIO

Se necesita un cuaderno de laboratorio para anotar las medidas y observaciones relacionadas con el análisis. El cuaderno de laboratorio resume el trabajo que se ha hecho y los resultados obtenidos. El cuaderno debe ser tal que no se puedan perder las hojas. La mayoría de los cuadernos tienen suficiente cabida, no hay pues necesidad de apurar el espacio amontonando las notas.

Normas para el mantenimiento de un cuaderno de laboratorio:

1.- El cuaderno de laboratorio sirve para tomar nota de forma *inmediata* de todas las observaciones experimentales, de forma *breve pero concisa y clara*. *No deben* utilizarse hojas sueltas que puedan perderse, sino un cuaderno. Las anotaciones deben hacerse directamente en el cuaderno, no en sucio para luego pasarlas a limpio. No se deben omitir ni los datos cuantitativos ni los cualitativos.

2.- Fechar cada página del cuaderno a medida que se va usando.

3.- Dar a cada dato o serie de datos un título o encabezamiento y unas unidades. El significado de un dato puede ser obvio cuando se anota, pero puede dejar de serlo con el paso del tiempo.

4.- No borrar o cambiar un dato incorrecto; en vez de eso, tacharlo y colocar el valor correcto lo más cerca posible.

5.- En el cuaderno de laboratorio cada experimento debe contener las siguientes entradas:

- El título del experimento
- Un breve enunciado de los principios en los que se basa el análisis (2-5 líneas)
- Las ecuaciones químicas de las principales reacciones del análisis
- Los cálculos necesarios para la preparación de las disoluciones
- Todos los datos de pesada, de volumen y/o medidas instrumentales necesarias para calcular los resultados
- Un resumen de las observaciones intentando interpretar las mismas
- Las ecuaciones utilizadas para calcular los resultados
- El resultado final y las conclusiones que se pueden sacar del mismo
- Las contestaciones a las cuestiones planteadas en el guión.



FACULTADE DE QUÍMICA

Grado en Química

2º Curso

QUIMICA ANALITICA I

Guiones de Prácticas

QUIMICA ANALITICA I

Grado en Química

2º Curso

UTILES A TRAER POR EL ALUMNO

Bata

Gafas de Seguridad

Cuaderno de Laboratorio

NORMAS DE TRABAJO

Antes de las sesiones de prácticas

El alumno deberá haberse leído y comprendido los guiones de prácticas y realizado los cálculos indicados.

También se le sugiere al alumno que busca información sobre la práctica que va a realizar e intente responder a las cuestiones planteadas.

Al empezar cada sesión de prácticas

Antes de empezar cada práctica, el profesor comprobará que el alumno ha leído y comprendido el guión correspondiente y realizado los cálculos previos.

Durante las sesiones

Las prácticas son en grupos de dos alumnos, salvo que se indique lo contrario.

Cada grupo tendrá asignado una mesa y una taquilla con el equipamiento necesario..

Trabajar siempre en la mesa, salvo que se necesite la campana de gases.

Mantener siempre limpia la mesa de trabajo.

Al acabar

Limpiar la mesa y el material utilizado.

Antes de abandonar el laboratorio, el profesor comprobará que el alumno ha aprovechado la sesión de prácticas y comprendido el trabajo desarrollado.

Avisar al profesor antes de abandonar el laboratorio.

GUIONES DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ANALÍTICA I

PRÁCTICA 1: Determinación gravimétrica de hierro

PRÁCTICA 2: Determinación de níquel en un acero

PRÁCTICA 3: Determinación de cloruro en agua mediante el método de Mohr

PRÁCTICA 4: Determinación de carbonato y bicarbonato en una muestra de agua. Método indirecto

PRÁCTICA 5: Determinación de carbonato y bicarbonato en una muestra de agua. Método directo

PRÁCTICA 6: Determinación de calcio, magnesio y dureza de un agua

PRÁCTICA 7: Determinación del contenido de hipoclorito y cloro activo en una muestra de lejía

PRÁCTICA 8: Determinación de la materia orgánica en un agua dulce

Práctica nº1

DETERMINACIÓN GRAVIMÉTRICA DE HIERRO

OBJETIVOS

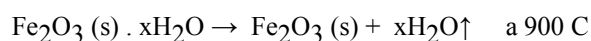
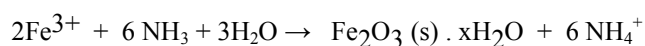
El objetivo de esta práctica es calcular el porcentaje de hierro en una muestra acuosa mediante un análisis gravimétrico y poner en práctica los procedimientos experimentales más relevantes empleados en los métodos gravimétricos.

INTRODUCCIÓN

El hierro contenido en una muestra puede analizarse precipitándolo como óxido hidratado (color pardo-rojizo; $K_{ps} = 4 \cdot 10^{-38}$), a partir de una disolución básica. El precipitado formado se calcina después para producir Fe_2O_3 .

La precipitación comienza alrededor de $pH=2$. El óxido hidratado es gelatinoso, posee carácter básico débil y puede tener impurezas ocluidas, por la gran superficie que presenta. Cuando se sospecha la presencia de impurezas, el precipitado inicial se disuelve en ácido y se vuelve a precipitar. Así, la contaminación por oclusión disminuye.

El empleo de Fe_2O_3 (s) como forma pesable requiere que todo el hierro esté en estado de oxidación +3.



PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Preparar los crisoles

Marcar 2 crisoles de porcelana. Llevarlos a peso constante, calentándolos al rojo durante 30 minutos (utilizar pinzas y guantes protectores). Dejarlos enfriar en un desecador durante 30 minutos y pesar cada uno. Repetir el procedimiento hasta que pesadas sucesivas no difieran en más de 0.5 mg

Preparación de la muestra

Tomar dos alícuotas de 5 mL y transferir a vasos de precipitados de 250 mL. Añadir 15 mL de agua, 1 mL de ácido nítrico concentrado y calentar sin que rompa a hervir. Diluir entonces la muestra a 200 mL con agua destilada.

Precipitación

Añadir a la disolución caliente, poco a poco y agitando, amoníaco (1:1) hasta que huela débilmente a amoníaco. Tapar el vaso con un vidrio de reloj (dejar la varilla dentro del vaso) y calentar hasta ebullición, dejando hervir 5 minutos (digestión del precipitado) y comprobando que en los vapores se desprende amoníaco. Retirar el vaso del hornillo, lavar el reverso del vidrio de reloj con un chorro de agua caliente, recoger los lavados en el vaso; dejar enfriar reposando el tiempo suficiente (30 minutos).

Filtrado y lavado del precipitado

Decantar el líquido sobrenadante sobre un papel de filtro sin cenizas de poro grueso (Albet 1238 o similar), procurando que quede todo el precipitado en el vaso, en donde se lava por decantación con porciones de 50 mL de disolución caliente de NH_4NO_3 . (No añadir líquido hasta el borde superior del embudo). Lavar repetidamente el precipitado con nitrato amónico caliente hasta no detectar Cl^- en el sobrenadante filtrado (el Cl^- se detecta acidificando unos pocos mililitros del filtrado con una gota de ácido nítrico concentrado y agregando unas gotas de la disolución de nitrato de plata). Finalmente, transferir el sólido valiéndose de la varilla policia y una cantidad extra de nitrato amónico caliente. Dejar escurrir el papel de filtro, con el precipitado, durante un tiempo y protegiéndolo del polvo mediante un vidrio de reloj. Retirar cuidadosamente del embudo, doblar el filtro con el precipitado y transferir al crisol de porcelana que previamente se ha llevado a peso constante.

Calcinación y pesada de los precipitados

Con el cuidado debido, secar el contenido del crisol con una llama pequeña. La llama debe orientarse hacia la parte superior del recipiente. Es necesario evitar las salpicaduras. Después de secado, incinerar el papel de filtro incrementando la temperatura de la llama. El aire debe llegar libremente hasta el crisol, para evitar la reducción del hierro por el carbón del papel de filtro y de los gases de la llama. Cualquier huella de carbono que se observe en el crisol debe eliminarse dirigiendo hacia ella la llama del mechero. Finalmente calcinar el producto durante 15 minutos con un calentamiento más intenso (deben emplearse guantes y pinzas para manipular el crisol). Enfriar el crisol durante un corto tiempo al aire y guardar en un desecador (el desecador debe llevarse hasta el horno donde se encuentran los crisoles). Introducir de nuevo los crisoles en los hornos de mufla para ponerlos a peso constante (variaciones no mayores de 0.5 mg) mediante calentamientos repetitivos

CÁLCULOS

- 1.- ¿Cuales son las reacciones en las que está implicado el Fe(III) hasta la obtención de Fe₂O₃ anhidro?
- 2.- Explicar como se prepararía una disolución al 2% (p/v) de nitrato amónico (100 mL)

MATERIAL

2 crisoles de porcelana, 2 vasos de precipitados de 250 mL, 2 vidrios de reloj, varilla policia, embudos, papel de filtro sin cenizas, hornillo, bombona de gas butano, desecador, horno de mufla, pinzas, guantes, balanza analítica

REACTIVOS

1.-Suministrados:

- HNO₃ (c).
- NH₃ (c).
- AgNO₃ (0.1 M).
- NH₄NO₃(Sólido).
- HCl (c).
- Disolución problema de hierro.

2.-Preparar:

- NH₄NO₃(2%, p/v), 300 mL
- Amoníaco diluido (1:1), 100 mL

MANUAL DE REFERENCIA

J. Guiteras, R. Rubio, G. Fonrodona.- “Curso Experimental en Química Analítica”, Editorial Síntesis, Madrid, 2003.

D.C. Harris, “Análisis Químico Cuantitativo”, Ed. Reverté, 2ªed, Barcelona, 2001

CUESTIONES

- 1.- Calcular, para cada muestra, el porcentaje de hierro (p/v) en la disolución problema e indicar también el porcentaje medio de hierro en la disolución problema.
- 2.- ¿Qué se entiende por forma de precipitación y forma de pesada de un precipitado?. Indicar, en este procedimiento cuál es la forma de precipitación y la forma de pesada.
- 3.- En la etapa de preparación de la muestra se añade ácido nítrico ¿Que proceso se produce? Escribir la reacción que tiene lugar.
- 4.- ¿Por qué se diluye la muestra hasta 200 mL antes de proceder a la precipitación?
- 5.- ¿Que reacción tiene lugar entre el ión cloruro y el nitrato de plata?
- 6.- ¿Por qué se tienen que eliminar los cloruros del precipitado?
- 7.- El precipitado se lava con nitrato amónico ¿Por qué? ¿Podría lavarse con agua?
- 8.- ¿Que quiere decir llevar un crisol a peso constante?

Práctica nº2

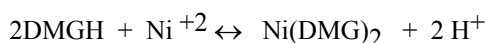
DETERMINACIÓN DE NÍQUEL EN UN ACERO

OBJETIVOS

El objetivo de esta práctica es realizar la determinación de níquel en un acero mediante una técnica de análisis gravimétrico. Se ponen en práctica los procedimientos experimentales más relevantes empleados en los métodos gravimétricos.

INTRODUCCIÓN

El níquel de una muestra de acero puede ser precipitado en medio ligeramente alcalino con una disolución alcohólica de dimetilglioxima (DMGH). La interferencia del Fe (III) se evita por enmascaramiento con ácido tartárico. El precipitado se seca a 110°C.



Debido al carácter voluminoso del precipitado, sólo puede tratarse una pequeña cantidad de níquel. También es necesario controlar el exceso de reactivo precipitante (disolución alcohólica de dimetilglioxima), por su baja solubilidad en agua y porque el compuesto de níquel es notablemente más soluble a medida que aumenta la concentración de alcohol en el medio precipitante. Si la concentración de alcohol es demasiado elevada puede disolver cantidades apreciables de dimetilglioximato de níquel, y dará resultados bajos. Si la concentración de alcohol es demasiado baja, alguno de los reactivos puede precipitar y causar un error positivo.

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Preparar los crisoles

Limpiar y marcar 2 crisoles de vidrio sinterizado de porosidad media. Llevar los crisoles a peso constante procediendo como sigue: introducir los crisoles (marcados) en una estufa a 110°C durante por lo menos media hora. Con la ayuda de pinzas transferir los crisoles calientes a un desecador, enfriar durante 30 a 40 minutos y pesar con exactitud. Repetir el calentamiento media hora, enfriar y pesar. Continuar hasta obtener peso constante (exactitud de 0.0005 g o menor)

Disolución de la muestra

Pesar 2 muestras de unos 0.2 g de acero y pasarlas a vasos de precipitados individuales de 500 mL. Utilizar varillas independientes para cada vaso. Disolver cada muestra en alrededor de 50 mL de HCl 6 M calentando con cuidado (y en vitrina). Una vez disuelto el acero, añadir aproximadamente 15 mL de HNO₃ 6 M y hervir suavemente para expulsar los vapores nitrosos (óxidos de nitrógeno, que hayan podido producirse). Diluir aproximadamente a 200 mL con agua destilada y calentar hasta hervir.

Precipitación

Introducir alrededor de 50 mL de ácido tartárico al 20% y suficiente NH₃ 1:1 para ajustar el pH de la disolución entre 6 y 7, (acidificar con HCl 1:1 en el caso de que al ajustar el pH la disolución tenga pH superior a 7). Calentar a 60-80°C, y añadir alrededor de 20 mL de la disolución de dimetilglioxima al 1%. Con buena agitación añadir NH₃ 6 M hasta que exista un ligero exceso (débil olor a amoníaco), luego añadir 1 o 2 mL más. Digerir el precipitado (baño de arena) durante 30 a 60 minutos, enfriar por lo menos durante una hora.

Filtración y lavado del precipitado

Filtrar el precipitado a través de los crisoles (previamente llevados a peso constante) usando succión. Para ello, decantar el líquido sobrenadante a través del crisol, procurando decantar la mayor cantidad de líquido posible antes de pasar el precipitado al filtro, lo que se efectúa después añadiendo agua templada y ayudándose de la varilla policía. Lavar el sólido con agua hasta que los lavados se encuentren libres de cloruros (Véase Nota 1).

Llevar los crisoles y su contenido a peso constante calentando a 110°C.

Nota 1.- Comprobar si las aguas de lavado contienen cloruros calentando una pequeña porción de los lavados en un tubo de ensayo, acidificando con nítrico y añadiendo una gota o dos de nitrato de plata 0.1 M. El lavado se puede considerar completo cuando no se desarrolle turbidez o ésta sea muy pequeña.

CÁLCULOS

1.- Explicar como se prepararía una disolución de ácido tartárico 20% (p/v) en agua (100 mL), y HCl (100 mL) y HNO₃ (30 mL) 6M

2.- Supongamos que el contenido de níquel (Pa = 58,71) en un acero es aproximadamente del 5% y se desea analizar una muestra de 2,00 g. del metal. ¿Qué volumen de disolución de dimetilglioxima (Pm = 116,12) al 1% (p/p) en alcohol debe utilizarse para precipitar todo el níquel, teniendo en cuenta que deberemos tener un exceso del 30% de dimetilglioxima en la disolución en que se realiza el análisis (Densidad de la disolución alcohólica = 0,97 g/mL).

MATERIAL

2 crisoles de vidrio sinterizado de porosidad media, 2 vasos de precipitados de 500 mL, varillas agitadoras, varillas policia, pinzas, hornillos, desecador, baño de arena, bomba de vacío, balanza analítica

REACTIVOS

1.-Suministrados:

- Dimetilglioxima, 1% (p/v) en etanol. (Ya preparada)
- HNO₃(c).
- HCl (c).
- NH₃(c)
- Ácido tartárico (sólido)
- Nitrato de plata 0.1 M (ya preparada)

2.-Preparar:

- Ácido tartárico 20% (p/v) en agua, 100 mL
- HCl (6 M), 100 mL,
- HNO₃ (6 M), 30 mL

MANUAL DE REFERENCIA

J. Guiteras, R. Rubio, G. Fonrodona.- “Curso Experimental en Química Analítica”, Editorial Síntesis, Madrid, 2003.

D.A. Skoog, D.M. West, F.J. Holler, “Fundamentos de Química Analítica”, Ed. Reverté, Barcelona, 1997.

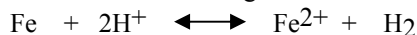
CUESTIONES

1.-Calcular el porcentaje de níquel en la muestra de acero. ¿Cual es la composición de los precipitados secos? $PM \text{ Ni}(\text{C}_4\text{H}_7\text{O}_2\text{N}_2)_2 = 288,93 \text{ g/mol}$

2.- ¿Que quiere decir llevar un crisol a peso constante?

3.-¿Que ocurriría en la determinación gravimétrica si no se añadiese ácido tartárico a la disolución?

4.- El medio ácido es necesario para disolver el acero según la reacción de oxidación-reducción:



¿Para qué es necesario añadir a continuación el ácido nítrico? ¿Por qué se generan vapores nitrosos al añadir ácido nítrico?

5.- ¿Por qué es necesario eliminar los cloruros del precipitado?

6.- ¿Qué se entiende por forma de precipitación y forma de pesada de un precipitado? ¿Cuáles son las formas de precipitación y de pesada en esta gravimetría?

7.- ¿Por qué se diluye la muestra hasta 200 mL antes de proceder a la precipitación?

8.- El precipitado se lava con agua templada ¿Por qué? ¿Podría lavarse con agua fría?

Práctica nº3

DETERMINACIÓN DE CLORURO EN AGUAS MEDIANTE EL MÉTODO DE MOHR

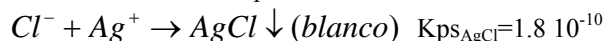
OBJETIVOS

El objetivo de esta práctica es realizar la determinación de cloruro en una muestra de agua de grifo por medio de una valoración de precipitación. Se ponen en práctica los procedimientos experimentales más relevantes empleados en las valoraciones de precipitación; en este caso se utiliza el método de Mohr.

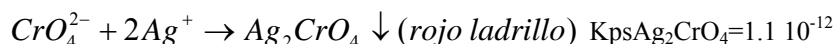
INTRODUCCIÓN

El ion cloruro, es uno de los aniones inorgánicos principales en el agua natural y residual. Los contenidos de cloruros en las aguas naturales son variables y se deben principalmente a la naturaleza de los terrenos atravesados. Habitualmente, el contenido de ion cloruro en las aguas naturales es inferior a 50 mg/L.

La determinación volumétrica de cloruros se basa en la reacción de precipitación de los mismos con el ión plata, formando un precipitado blanco de cloruro de plata:



y detección del punto final por reacción del exceso del ion plata con ión cromato, que a su vez actúa como indicador, formando el precipitado rojo ladrillo de cromato de plata (MÉTODO DE MOHR).



PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Estandarización de la disolución patrón de nitrato de plata 0,01 M

- 1.- Preparar una disolución de nitrato de plata aproximadamente 0,01 M (250 mL).
- 2.- Preparar 100 mL de una disolución de cloruro de sodio 0,015 M (patrón primario).
- 3.- Tomar alícuotas de 10 mL de la disolución anterior en un matraz erlenmeyer, Añadir 100 mL de agua destilada y 1 mL de la disolución indicadora de cromato al 5%. Valorar con nitrato de plata, que se añade desde una bureta de 50 mL. Se observa primero el precipitado blanco de cloruro de plata, y por último un precipitado rojo de cromato de plata.

OBSERVACIONES: Es conveniente conservar las disoluciones de plata en recipientes de color topacio, debido a la facilidad de reducción de las sales de plata a plata metálica

Valoración del cloruro

Introducir 100 mL de la muestra de agua problema. en un matraz erlenmeyer Si es necesario agregar hidrógeno carbonato de sodio para asegurar que el pH sea del orden de 8. A continuación añadir 1 mL del indicador de cromato potásico, y valorar con la disolución patrón de nitrato de plata hasta observar la aparición de un precipitado rojo ladrillo de cromato de plata que permanecerá por lo menos 30 segundos. El matraz debe de mantenerse sobre un fondo blanco (p.ej. papel de filtro).

Determinar el volumen gastado de nitrato de plata como promedio de dos o tres valoraciones que no difieran en más de 0,2 mL.

CÁLCULOS

- 1.- Realizar los cálculos necesarios para la preparación de la disolución 0.01 M de nitrato de plata (250 mL) y de la disolución patrón de cloruro sódico 0,015 M (100 mL).

REACTIVOS

1.-Suministrados:

- Nitrato de plata, R.A., AgNO_3 (169,96 g/mol).
- Cloruro de sodio, R.A., NaCl (58,43 g/mol). Secar el reactivo a 105-110 °C en una estufa durante una hora, dejar enfriar y mantener en un desecador.
- Hidrogenocarbonato de sodio, R.A., NaHCO_3 (84,01 g/mol)
- Disolución indicadora de cromato al 5% (p/v): preparada pesando 5 g de cromato de potasio en 100 mL de agua desionizada
- Agua desionizada

2.-Preparar:

- Disolución de nitrato de Ag 0,01M
- Disolución de cloruro de sodio 0,015M

PRECAUCIÓN:

- Comprobar en la etiqueta de los envases el contenido en agua de cristalización de los reactivos
- Los compuestos de plata y cromo son tóxicos. Las disoluciones de plata pueden producir quemaduras y manchas en la piel.

MATERIAL

Matraces erlenmeyer de 250 mL, matraces aforados de 250 y 100 mL vasos de precipitados de 250 mL, bureta de 50 mL, pipetas de 1 y 10 mL, vidrios de reloj, varilla agitadora, balanza analítica

MANUAL DE REFERENCIA

J. Guiteras, R. Rubio, G. Fonrodona.- “Curso Experimental en Química Analítica”, Editorial Síntesis, Madrid, 2003.

D.A. Skoog, D.M. West, F.J. Holler, “Fundamentos de Química Analítica”, Ed. Reverté, Barcelona, 1997.

CUESTIONES

- 1.- ¿Por qué es necesario ajustar a 8 el pH de la reacción?
- 2.- ¿Cuáles son las posibles interferencias en este método?
- 3.- Describir brevemente el fundamento de los otros métodos volumétricos de precipitación empleados para determinar haluros
- 4.- Determinar la concentración exacta de cloruro contenido en la muestra, expresarla en mg/L
- 5.- ¿Podría realizarse la determinación de cloruros en aguas mediante un método gravimétrico?

Práctica nº4

DETERMINACIÓN DE CARBONATO Y BICARBONATO EN UNA MUESTRA DE AGUA. MÉTODO INDIRECTO

OBJETIVOS

El objetivo de esta práctica es realizar la determinación de carbonato y bicarbonato en una muestra acuosa mediante un método de valoración indirecto. Se ponen en práctica los procedimientos experimentales más relevantes empleados en las valoraciones ácido base; en este caso, a partir de la alcalinidad total y de la concentración de bicarbonato, se calcula la concentración inicial de carbonato.

INTRODUCCIÓN

Para realizar esta práctica se llevarán a cabo dos valoraciones. En la primera, sobre una alícuota se determina la alcalinidad total (debida al bicarbonato y carbonato) mediante la valoración de la mezcla con una disolución patrón de HCl, de concentración exactamente conocida, hasta el punto final del naranja de metilo.

Otra alícuota de la disolución problema se trata con un exceso de NaOH para convertir el bicarbonato a carbonato. A continuación, la totalidad del carbonato se precipita con cloruro de bario. El exceso de NaOH (no utilizado para transformar bicarbonato a carbonato), se valora de inmediato con disolución patrón de HCl y fenolftaleína como indicador, y así se podrá determinar la cantidad de bicarbonato presente.

A partir de la alcalinidad total y de la concentración de bicarbonato, se calcula la concentración inicial de carbonato.

Nota: El HCl no es una sustancia tipo patrón primario y por lo tanto su disolución deberá ser estandarizada frente a un patrón tipo primario antes de proceder a la valoración de la muestra problema (el procedimiento se indica más adelante en este mismo guión). El NaOH tampoco es una sustancia tipo patrón primario. Como para llevar a cabo la valoración debe utilizarse una disolución valorada de NaOH, esta será suministrada por el profesor.

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Estandarización del HCl

- 1.- Preparar una disolución de HCl aproximadamente 0.1 N a partir de HCl concentrado.
- 2.- Secar durante 1 hora a 110°C el carbonato de sodio de calidad patrón primario, y dejar enfriar en un desecador. Esta operación ya ha sido realizada previamente por el profesor (tomar directamente del desecador la muestra ya seca). Preparar una disolución de carbonato sódico 0,0800 N.
- 3.- Tomar alícuotas de 10 mL de la disolución anterior, añadir 3 o 4 gotas de indicador (naranja de metilo) y 50 mL de agua destilada. Añadir HCl desde la bureta hasta que el indicador vira de amarillo a rosa anaranjado. Repetir el proceso hasta obtener 2 resultados coincidentes o que se diferencien únicamente en ± 0.2 mL. Calcular la normalidad media del HCl.

Análisis de la mezcla de carbonato y bicarbonato

Alícuota 1. Con una pipeta volumétrica, transferir una alícuota de 10 mL de la disolución problema a un matraz erlenmeyer de 250 mL y valorar con la disolución patrón de HCl de concentración exactamente conocida (que ha sido estandarizada en el apartado anterior), en presencia de naranja de metilo como indicador. Añadir 3 gotas de indicador y valorar cuidadosamente hasta que el indicador vire de amarillo a rosa anaranjado. Anotar el volumen de HCl gastado

Repetir el procedimiento con otras dos muestras de 10 mL de disolución problema.

Nota:

(a) Una alícuota de la disolución problema se puede valorar inicialmente con rapidez para localizar aproximadamente el punto final.

Alícuota 2. Con una pipeta volumétrica transferir una alícuota de 10 mL de la disolución problema y 20 mL de la disolución de NaOH 0.1 N (de concentración exactamente conocida y suministrada por el

profesor) a un matraz erlenmeyer de 250 mL. Agitar y agregar 10 mL de BaCl_2 al 10% (p/v) mediante una probeta graduada. Agitar de nuevo para precipitar el carbonato de bario, añadir unas gotas de indicador fenolftaleína y valorar inmediatamente con una disolución patrón de HCl 0.1 N (concentración exacta).

Repetir el procedimiento con otras 2 alícuotas de 10 mL. Anotar el volumen de HCl gastado

A partir de la alícuota 1, calcular la alcalinidad total. A partir de los resultados de la alícuota 2, calcular la concentración de bicarbonato. Finalmente, calcular la concentración del carbonato en la muestra.

CÁLCULOS

1.- Realizar los cálculos necesarios para la preparación de la disolución 0.1 N de HCl (250 mL), de la disolución patrón de carbonato sódico 0,0800 N (100 mL) y el cloruro de bario 10% (p/v) (50 mL).

MATERIAL

Matraces erlenmeyer de 250 mL, matraces aforados de 50, 100 y 250 mL, vasos de precipitados de 250 mL, bureta de 50 mL, pipetas graduadas de 10, 25 mL, probeta, vidrios de reloj, varillas, balanza analítica

REACTIVOS

1.-Suministrados:

- HCl (c)
- Cloruro de bario (sólido)
- Hidróxido sódico de concentración exacta.
- Carbonato sódico (sólido)
- Indicadores: naranja de metilo; fenolftaleína
- Disolución problema de mezcla

2.-Preparar:

- HCl aprox. 0.1 N. 250 mL
- Cloruro de bario 10% (p/v) 50 mL
- Disolución patrón de carbonato sódico 0,0800 N . 100 mL

MANUAL DE REFERENCIA

D.C. Harris, "Análisis Químico Cuantitativo", Ed. Reverté, 2ªed, Barcelona, 2001

D.A. Skoog, D.M. West, F.J. Holler, "Fundamentos de Química Analítica", Ed. Reverté, Barcelona, 1997.

J. Guiteras, R. Rubio, G. Fonrodona.- "Curso Experimental en Química Analítica", Editorial Síntesis, Madrid, 2003.

CUESTIONES

- 1.- Calcular la concentración de carbonato y bicarbonato en la muestra. Expresar los resultados en molaridad de carbonato y bicarbonato.
- 2.- ¿Que le ocurre al ión carbonato y bicarbonato cuando se adiciona HCl?
- 3.- ¿Por qué es necesario precipitar todo el carbonato con ión bario?
- 4.- ¿Que reacción tiene lugar entre el carbonato y el cloruro de bario?
- 5.- ¿Que reacción ocurre entre el bicarbonato y el NaOH?
- 6.- Durante el proceso de estandarización de la disolución de HCl, ¿se cometerá el mismo error si se utiliza fenolftaleína como indicador en lugar del naranja de metilo?
- 7.- En la alícuota 1, para determinar la alcalinidad total se utiliza el naranja de metilo como indicador, ¿Podría utilizarse la fenolftaleína? Justificar la respuesta
- 8.- Al valorar la alícuota 2 se utiliza fenolftaleína como indicador, ¿podría utilizarse el naranja de metilo? Justificar la respuesta.
- 9.- En el paso 3 de la valoración de la disolución de HCl, los 50 mL de agua añadidos ¿tienen que ser exactos? Justificar la respuesta.
- 10.- El hidróxido sódico no es un patrón primario, ¿Cómo se podría estandarizar la disolución de NaOH?

Práctica nº5

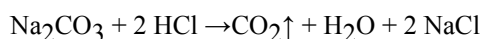
DETERMINACIÓN DE CARBONATO Y BICARBONATO EN UNA MUESTRA DE AGUA. MÉTODO DIRECTO

OBJETIVOS

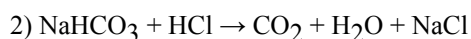
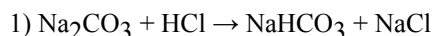
El objetivo de esta práctica es realizar la determinación de carbonato y bicarbonato en una muestra de agua. Se ponen en práctica los procedimientos experimentales más relevantes empleados en las valoraciones ácido base, en un método de valoración directa.

INTRODUCCIÓN

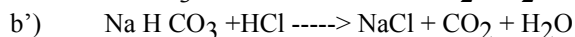
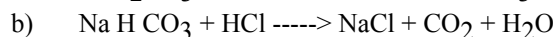
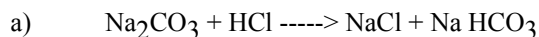
En la primera etapa de esta práctica se estandariza una disolución de ácido clorhídrico patrón. Se utiliza carbonato sódico, que es un excelente patrón primario, dando lugar con él, a la siguiente reacción:



Es decir:



Posteriormente, la muestra, la mezcla carbonato-bicarbonato, reacciona con HCl así:



Este método utiliza 2 indicadores:

a) FENOLFTALEINA que vira en el primer punto de equivalencia de la curva de valoración del carbonato a pH = 8 de rojo-naranja a incolora.

b) NARANJA DE METILO que pone de manifiesto el punto final de la valoración a pH = 4 y vira de naranja a rosa anaranjado.

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Estandarización del HCl

1.- Preparar una disolución de HCl aproximadamente 0,1 N a partir de HCl concentrado.

2.- Secar durante 1 hora a 110°C el carbonato de sodio de calidad patrón primario, y dejar enfriar en un desecador. Esta operación ya ha sido realizada previamente por el profesor (tomar directamente del desecador la muestra ya seca). Preparar una disolución de carbonato sódico 0,1000 N.

3.- Tomar alícuotas de 20 mL de la disolución anterior, añadir 3 o 4 gotas de indicador (naranja de metilo) y 50 mL de agua destilada. Añadir HCl desde la bureta hasta que el indicador vira de amarillo a rosa anaranjado. Repetir el proceso hasta obtener 2 resultados coincidentes o que se diferencien únicamente en ± 0.2 mL. Calcular la normalidad media del HCl.

Determinación del contenido de carbonato y bicarbonato sódico en una muestra

Pipetear 20 mL de la disolución problema y pasar a un erlenmeyer. Diluir con agua destilada hasta aproximadamente 100 mL. Añadir 2 gotas de disolución de fenolftaleína, valorar con la disolución de HCl valorada en el primer apartado (agitando homogéneamente el erlenmeyer) hasta el primer viraje y anotar el volumen de HCl gastado. A continuación añadir a la disolución 2 gotas de naranja de metilo y continuar la valoración hasta el primer cambio perceptible de color del nuevo indicador anotando de nuevo el volumen de HCl gastado. Enrasando cada vez la bureta, repetir la valoración (adicionando gota a gota el reactivo al aproximarse el punto de equivalencia), el número de veces necesarias para obtener 2 resultados coincidentes o que se diferencien únicamente en ± 0.2 mL.

CÁLCULOS

- 1.- ¿Cuál es el peso equivalente del carbonato sódico?
- 2.- Realizar los cálculos necesarios para la preparación de la disolución patrón de carbonato sódico 0,1000 N (250 mL), y la de HCl aproximadamente 0,1 N (500 mL).

MATERIAL

Matraces erlenmeyer de 250 mL, matraces aforados de 250 y 500 mL, vasos de precipitados de 250 mL, bureta de 50 mL, pipetas graduadas de 10 y 25 mL, probeta, vidrios de reloj, varilla, balanza analítica

REACTIVOS

1.-Suministrados:

- Na_2CO_3 (s)
- HCl (c)
- Disolución de Indicador: naranja de metilo (heliantina)
- Disolución de fenolftaleína.
- Disolución problema: mezcla de carbonato y bicarbonato sódico

2.-Preparar:

- Disolución de HCl aproximadamente 0,1 N, 500mL.
- Disolución de Na_2CO_3 0,1000 N, 250mL.

MANUAL DE REFERENCIA

D.C. Harris, “Análisis Químico Cuantitativo”, Ed. Reverté, 2ªed, Barcelona, 2001

D.A. Skoog, D.M. West, F.J. Holler, “Fundamentos de Química Analítica”, Ed. Reverté, Barcelona, 1997.

J. Guiteras, R. Rubio, G. Fonrodona.- “Curso Experimental en Química Analítica”, Editorial Síntesis, Madrid, 2003.

CUESTIONES

- 1.- ¿Cuál es el indicador ácido-base utilizado en la valoración de la disolución de ácido clorhídrico? ¿Por qué cambia de color?
- 2.- Determinar la normalidad exacta de la disolución de HCl y expresarla con el número adecuado de cifras significativas.
- 3.- ¿Por qué se utilizan dos indicadores en la reacción de determinación? ¿Qué importancia tiene el pH en la acción de los indicadores?
- 4.- Determinar la concentración de carbonato y bicarbonato en la muestra, expresar ambos resultados en g/L y en ppm.

Práctica nº 6**DETERMINACIÓN DE Ca(II), Mg(II) Y DUREZA DE UN AGUA****OBJETIVOS**

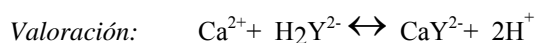
El objetivo de esta práctica es determinar la concentración de calcio, magnesio y la dureza de un agua mediante una volumetría de formación de complejos. Se ponen en práctica los procedimientos experimentales más relevantes empleados en las valoraciones con AEDT e indicadores metalocrómicos.

INTRODUCCIÓN

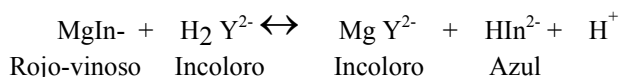
La DUREZA se define como la concentración total de iones alcalinotérreos en el agua. Dado que las concentraciones de Ca (II) y Mg (II), suelen ser mayores que la de otros minerales alcalinotérreos, la dureza puede igualarse a: $[Ca^{2+}] + [Mg^{2+}]$, y comúnmente se expresa como los mg de $CaCO_3$ por litro.

En esta práctica, primero se determina la concentración total de iones metálicos que pueden reaccionar con el AEDT, y se supone que es igual a la concentración de Ca^{2+} y Mg^{2+} . Después se determina Ca^{2+} por separado, precipitando el magnesio como $Mg(OH)_2$ con una base fuerte.

a) En la determinación conjunta de Ca(II) y Mg(II) se utiliza como indicador negro de eriocromo T. Sería imposible valorar Mg^{2+} con AEDT en presencia de calcio, ya que el complejo CaY^{2-} ($\log K = 10,7$) es más estable que el de MgY^{2-} ($\log K = 8,7$). En cambio, el complejo del Mg(II) con el indicador es más estable que el que forma el Ca(II) con el indicador, aunque ambos son menos estables que los complejos que forman el calcio y el magnesio con el AEDT. Por tanto, durante la valoración, el AEDT que se va añadiendo reacciona primero con los iones calcio y magnesio libres y posteriormente con el magnesio presente en el complejo que formó este ión con el indicador.

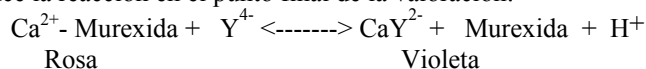


$Ca^{2+} + MgY^{2-} \leftrightarrow CaY^{2-} + Mg^{2+}$ (El complejo del calcio es más estable, por lo tanto mientras exista calcio sin complejar, el calcio puede desplazar al magnesio; cuando se ha complejoado todo el calcio se compleja el magnesio al adicionar más cantidad de AEDT).



*Conviene señalar que cuando en el problema no existe magnesio, el punto final no se apreciará bien, a causa de la baja estabilidad calcio-indicador; se recomienda por ello, la adición de una cantidad conocida de magnesio a las aguas pobres en este ión.

b) El calcio existente en la disolución se valora a pH 12 y utilizando murexida como indicador. El calcio forma con la murexida un complejo rosa bastante estable; pero menos que el que forma con el AEDT. Se produce la reacción en el punto final de la valoración:



Por tanto, el punto de equivalencia se detecta por el cambio de color de la disolución desde el rosa al violeta; sin embargo, este viraje no es muy nítido por lo que se puede utilizar como indicador la mezcla murexida y verde de naftol B, que vira de verde a azul, cambio de color que es mucho más perceptible.

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL**Estandarización de la disolución de AEDT**

1.- Preparar 100 mL de la disolución patrón de $CaCl_2$ 0.005 M, a partir del $CaCO_3$ como sigue: Pesar con exactitud la cantidad necesaria de carbonato cálcico. A continuación, añadir HCl 1:1 gota a gota, sobre el sólido, hasta que cese la efervescencia y la disolución esté clara. Diluir al volumen necesario en un matraz aforado.

2.- Pipetear una porción de 10 mL de la disolución de cloruro cálcico y transferir a un matraz erlenmeyer de 250 mL, añadir 5 mL de la disolución reguladora de pH 10, así como 0.5 mL de disolución Mg-AEDT e indicador negro de eriocromo T. Valorar cuidadosamente con disolución de AEDT hasta el punto donde el color cambia de rojo-vino a azul. No debe quedar ninguna coloración roja en la disolución. (se puede

realizar una valoración rápida para conocer el cambio de color). Repetir la valoración con otras dos alícuotas de disolución de cloruro cálcico.

Determinación de la dureza de un agua

Determinación de la suma de calcio y magnesio. Tomar 200 mL de agua problema, llevar a un matraz erlenmeyer de 500 mL y añadir 6 mL de la disolución reguladora de pH 10 y una pequeña cantidad de indicador de negro de eriocromo T (punta de espátula). Valorar con AEDT hasta viraje del rojo-vinoso a azul. Una vez alcanzado el punto final conservar un poco de disolución como referencia de color para la valoración de las otras muestras.

Repetir la valoración tres veces para calcular el valor medio de la concentración total de Ca^{2+} y Mg^{2+} .

Determinación de calcio. Tomar 200 mL de agua problema, llevar a un matraz erlenmeyer de 500 mL. Añadir 4 mL de NaOH 2 M, y agitar durante 2 minutos para precipitar el $\text{Mg}(\text{OH})_2$ (el cual puede ser imperceptible). Añadir una pequeña cantidad (punta de espátula) de murexida y una pequeña cantidad de verde naftol B (punta de espátula), quedando la disolución de color verde. Valorar de forma rápida para localizar el punto final, color azul; si es necesario se practica buscando este punto varias veces. Valorar otras 3 muestras cuidadosamente. Es fundamental la cantidad de indicadores para conseguir la mezcla adecuada. Si tras varios intentos, no se observa el viraje, se puede utilizar únicamente murexida, con un viraje de rosa a violeta.

Nota 1.- Si las aguas son pobres en Mg(II), (caso del agua problema), añadir 0.5 mL de una disolución de Mg-AEDT 0.005 M a la muestra de agua, junto con el indicador y la disolución reguladora.

CÁLCULOS

1.- Realizar los cálculos para preparar las disoluciones necesarias para la realización de esta práctica (véase el apartado de reactivos)

MATERIAL

Matraces erlenmeyer de 500 mL, matraces aforados de 50, 100 y 250, vasos de precipitados de 250 mL, bureta de 50 mL, pipetas graduadas de 10 y 25 mL, vidrios de reloj, varillas, granatario, balanza analítica

REACTIVOS

1.- Suministrados:

- NH_3 (disolución comercial)
- Hidróxido sódico (sólido)
- Indic.: negro de eriocromo T, murexida, Verde naftol
- Disolución de Mg-AEDT 0.005 M (disolución ya preparada, adicionando cantidades estequiométricas de AEDT 0.01 M y MgCl_2 0.01 M).
- Disolución reguladora de pH 10 (100 mL): se añaden 57 mL de NH_3 acuoso a 7 g de NH_4Cl y se diluye a 100 mL con agua destilada.

- Ácido clorhídrico (c)

- AEDT (sólido, sal disódica)

- Carbonato cálcico (sólido)

2.- Preparar:

- Disolución de NaOH aproximadamente 2 M. Preparar 50 mL.
- Disolución de AEDT aproximad. 0.005 M a partir de sal disódica $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Preparar 250 mL.
- Disolución patrón de cloruro cálcico 0.005 M a partir del carbonato cálcico. Preparar 100 mL.

MANUAL DE REFERENCIA

J. Guiteras y col.- "Curso Experimental en Química Analítica", Editorial Síntesis, Madrid, 2003.

D.C. Harris, "Análisis Químico Cuantitativo", Ed. Reverté, 2ªed, Barcelona, 2001

D.A. Skoog, D.M. West, F.J. Holler, "Fundamentos de Química Analítica", Ed. Reverté, Barcelona, 1997.

CUESTIONES

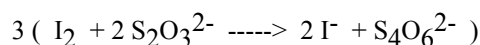
- 1.- Calcular la concentración exacta de la disolución de AEDT.
- 2.- Calcular la concentración total de Ca^{2+} y Mg^{2+} en la muestra problema, así como las concentraciones individuales de cada ión, expresadas en molaridad y en partes por millón (ppm)
- 3.- En la valoración de Ca^{2+} y Mg^{2+} , el AEDT se encuentra como H_2Y^{2-} mientras que en la valoración del calcio se encuentra como Y^{4-} . ¿Cuál es la razón?
- 4.- ¿Cuál es el mecanismo de funcionamiento de los indicadores metalocrómicos?
- 5.- ¿Qué disoluciones, de las utilizadas en esta práctica podrían ser medidas con una probeta? Justifique la respuesta

Práctica nº7**DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO EN HIPOCLORITO Y CLORO ACTIVO EN UNA MUESTRA DE LEJÍA****OBJETIVOS**

El objetivo de esta práctica es determinar el contenido de hipoclorito y cloro activo en una muestra de lejía. Se ponen en práctica los procedimientos experimentales más relevantes empleados en las valoraciones redox; además se repasa el concepto de normalidad.

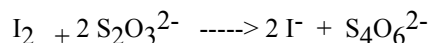
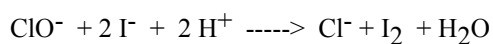
INTRODUCCIÓN

En la *primera parte* de esta práctica se estandariza una disolución de tiosulfato sódico ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) que se utiliza posteriormente como agente valorante. La estandarización consiste en realizar primero una YODOMETRIA (se libera I_2) y después una YODIMETRIA (se consume I_2). Las reacciones que tienen lugar son las siguientes:

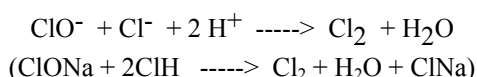


El dicromato potásico es patrón primario y reacciona con yoduro en medio ácido, liberando el yodo, que valorará al tiosulfato de la disolución problema.

En la *segunda parte* de la práctica se determina el contenido de hipoclorito y cloro activo en la muestra de lejía. Esta valoración transcurre de la siguiente forma:



El hipoclorito en presencia de yoduro libera yodo y el yodo liberado se valora con tiosulfato. Se entiende por CLORO ACTIVO de una lejía, los gramos de Cl_2 desprendidos al acidular con HCl, 100 g de lejía; es decir, es el % de cloro equivalente al yodo liberado al tratar los hipocloritos en medio ácido y en presencia de yoduro potásico:

**PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL****Estandarización de una disolución de tiosulfato sódico ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)**

Adicionar 25 mL de la disolución de dicromato potásico, en los matraces erlenmeyer de 500 mL con cuello esmerilado y tapón de vidrio, 5 mL de HCl concentrado, agua destilada hasta 200 mL aproximadamente y finalmente una punta de espátula de yoduro potásico y tapar el erlenmeyer rápidamente.

Agitar bien la disolución anterior y valorar, adicionando inmediatamente, el tiosulfato colocado en la bureta, hasta que el color pardo de la disolución debido al yodo, se vuelva amarillento.

En este momento, adicionar 1 gota de la disolución de engrudo de almidón, que formará un tono azul oscuro (casi negruzco) en la disolución. Continuar adicionando disolución de tiosulfato, hasta que al añadir engrudo de almidón no se forme la mancha negruzca, lo que coincidirá con la aparición del color azul verdoso de la disolución.

Repetir la valoración, enrasando cada vez la bureta con tiosulfato, el número de veces necesarias para obtener 2 resultados coincidentes o con solo una diferencia de ± 0.2 mL .

Determinación del contenido de hipoclorito y cloro activo en la muestra de lejía

Pipetear 2 mL de lejía y verterlos en uno de los erlenmeyers con tapón esmerilado.

Añadir 5 mL de ácido acético, agua destilada y una punta de espátula de yoduro potásico. Tapar rápidamente y valorar con el tiosulfato de concentración exactamente conocida, agitando constantemente el erlenmeyer.

Cuando el color sea amarillo pálido, añadir 2 gotas de la disolución de engrudo de almidón y continuar valorando, con mucho cuidado (gota a gota), hasta que la disolución se decolore.

Repetir esta valoración el número de veces necesarias para obtener 2 resultados coincidentes o con sólo una diferencia de $\pm 0,2$ mL.

CÁLCULOS

- 1.- Ajustar las ecuaciones de las semireacción redox. ¿Cuál es la normalidad del tiosulfato?
- 2.- ¿Cuál es el peso equivalente del dicromato y del tiosulfato en las reacciones que tienen lugar?
- 3.- Calcular la masa de tiosulfato sódico necesaria para preparar 500 mL de la disolución 0,1 N.
- 4.- Calcular la masa de dicromato potásico para preparar 250 mL de una disolución 0,1000 N.

MATERIAL

Matraces erlenmeyer de 500 mL con tapón, matraces aforados de 250 y 500 mL, vasos de precipitados de 250 mL, bureta de 50 mL, pipetas graduadas de 2, 10 mL, vidrios de reloj, probeta, varillas, granatario, balanza analítica

REACTIVOS

1.-Suministrados:

- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ sólido
- Dicromato potásico sólido
- Yoduro potásico sólido.
- HCl concentrado.
- Disolución de engrudo de almidón,
- Ácido acético concentrado
- Hipoclorito comercial o muestra de lejía.

PRECAUCIÓN: El dicromato potásico debe manejarse con cuidado, es un cancerígeno reconocido

2.-Preparar:

- Disolución de $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ aproximadamente 0.1 N, 500 mL
- Disolución patrón de dicromato potásico 0.1000 N, 250 mL

MANUAL DE REFERENCIA

J. Guiteras, R. Rubio, G. Fonrodona.- “Curso Experimental en Química Analítica”, Editorial Síntesis, Madrid, 2003.

D.A. Skoog, D.M. West, F.J. Holler, “Fundamentos de Química Analítica”, Ed. Reverté, Barcelona, 1997.

CUESTIONES FINALES

- 1.- ¿Por qué se adiciona una punta de espátula de yoduro potásico en lugar de pesar una cantidad exacta de este reactivo?
- 2.- ¿Por qué es necesario tapar los matraces esmerilados, después de adicionar los reactivos?
- 3.- ¿Cuál es el papel del engrudo de almidón en esta valoración?
- 4.- ¿Por qué en el caso de la valoración de la lejía, en el punto final se obtiene una disolución incolora y no verde azulada?
- 5.- Calcular el % de NaClO en la muestra. Calcular la cantidad de cloro activo.

Práctica nº8

DETERMINACIÓN DE LA MATERIA ORGÁNICA EN UN AGUA DULCE

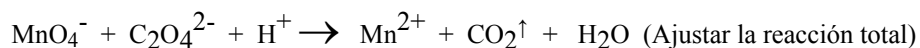
OBJETIVOS

El objetivo de esta práctica es determinar la concentración de materia orgánica en un agua dulce mediante una volumetría redox. Se ponen en práctica los procedimientos experimentales más relevantes empleados en las valoraciones redox; además se repasa el concepto de normalidad.

INTRODUCCIÓN

El método más típico para determinar la cantidad de oxígeno necesaria para oxidar la materia orgánica de un agua consiste en la digestión química de la misma con permanganato potásico y es fundamentalmente un índice de la materia carbonada fácilmente oxidable por el permanganato potásico.

El método a seguir es el que utiliza como oxidante el permanganato potásico en medio ácido (sulfúrico). Para ello, previamente debemos estandarizar el KMnO_4 frente a un patrón primario, en este caso, el ácido oxálico. En medio ácido, el KMnO_4 oxida al ión oxalato a dióxido de carbono y agua, según la reacción:



Esta reacción se desarrolla con lentitud a temperatura ambiente, a menos que se catalice con iones Mn(II) . Por ello, al iniciar la valoración, en caliente, se necesitan unos segundos para que el oxálico decolore el permanganato. Cuando la concentración de iones Mn(II) en disolución ya es apreciable, se produce con rapidez la decoloración del KMnO_4 por autocatálisis.

Para la determinación de la materia orgánica, se pone en contacto el oxidante con el agua a analizar y se somete un tiempo a ebullición, se produce así, la oxidación de la materia orgánica. La cantidad de permanganato consumida es proporcional a la materia orgánica existente en la muestra. El exceso de permanganato no consumido por la muestra se reduce con un exceso de ácido oxálico (u oxalato) y este exceso se valora por retroceso con la disolución previamente estandarizada de permanganato.

Como los resultados se expresan en cantidad de oxígeno consumido (unidades mg/L), a esta determinación se le designa también como Demanda Química de Oxígeno (DQO). Valores entre 3-4 mg de oxígeno/L corresponden a aguas no potables, valores superiores a 4 mg/L a aguas contaminadas.

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Valoración de la disolución de permanganato

En un erlenmeyer de 250 mL medir aproximadamente 100 mL de agua destilada y añadir 5 mL de ácido sulfúrico (1:3). Para eliminar la materia orgánica que pudiera tener el matraz y el agua destilada, agregar unos "pocos" mililitros (gotas) de la disolución de permanganato hasta color rosa débil persistente y hacer hervir la mezcla 10 minutos con perlas vidrio (o plato poroso). Añadir ahora unas gotas de ácido oxálico (u oxalato) poco a poco hasta decoloración completa del contenido del erlenmeyer, y nuevamente, unas gotas de permanganato hasta coloración rosa débil. Hasta este punto, se habrá eliminado la posible materia orgánica que pudiera tener el agua o el matraz.

Realizar después la valoración del KMnO_4 propiamente dicha, con el ácido oxálico. Añadir 10 mL de la disolución de ácido oxálico (u oxalato) 0.01 N y valorar con permanganato potásico (desde la bureta) hasta coloración rosa pálido procediendo del siguiente modo: añadir aproximadamente el 80% (7-8 mL) del permanganato necesario, mientras la disolución se agita lentamente y dejar reposar hasta que se decolore. Entonces calentar hasta 50-60°C y seguir valorando en caliente. Tomar como punto final de la valoración la persistencia del color rosa pálido durante unos 30 segundos. Repetir el proceso otras 2 veces. Calcular la normalidad de la disolución de permanganato.

Valoración de una muestra problema

Tirar el contenido del matraz de la anterior valoración, dejar escurrir y, sin lavarlo, añadir en él 100 mL de agua problema; añadir 5 mL de ácido sulfúrico 1:3 y perlas de vidrio o plato poroso. Calentar y, cuando comienza a hervir se añaden 10 mL de la disolución de permanganato potásico y se deja hervir exactamente durante 10 minutos. Añadir de golpe 10 mL de ácido oxálico (o mayor cantidad si 10 mL de ácido no han sido suficientes para decolorar la disolución). Valorar el exceso de ácido oxálico en caliente con permanganato 0.01 N (disolución valorada anteriormente).

Cálculo de la cantidad de materia orgánica en un agua

En los análisis de aguas, la cantidad de materia orgánica se expresa por el número de mL de permanganato 0.01 N que reduce un litro de agua, o por la cantidad en peso de permanganato que tiene disuelto. Sin embargo, es frecuente expresarlo como la cantidad de oxígeno (normalmente en mg) que desprende el permanganato consumido por un litro de agua. Para hacer este último cálculo tener en cuenta las siguientes equivalencias:

1 mL de KMnO_4 0.01 N = 0.000316 g de KMnO_4

1 mL de KMnO_4 0.01 N = 0.00008 g de oxígeno

CÁLCULOS

- 1.- Escribir las semireacciones redox y las reacciones globales que tienen lugar.
- 2.- Establecer el peso equivalente para el permanganato y del oxálico.
- 3.- Realizar los cálculos para preparar las disoluciones necesarias para llevar a cabo la práctica (véase apartado "Reactivos")

MATERIAL

Matraces erlenmeyer de 250 mL con tapón, matraces aforados de 250 mL, vasos de precipitados de 250 mL, bureta de 50 mL, pipetas, vidrios de reloj, probeta, varilla, perlas de vidrio, hornillo, granatario, balanza analítica

REACTIVOS

1. Reactivos suministrados:

- Permanganato potásico (sólido)
- Ácido oxálico (sólido)
- HCl (c).
- H_2SO_4 (c)

2.-Preparar:

- Disolución de permanganato 0.01 N (guardar en botella ámbar). Preparar 250 mL.
- Disolución de ácido oxálico 0.01 N o de oxalato sódico 0.01 N. Preparar 250 mL.
- Ácido sulfúrico diluido 1:3 (3 de agua). Preparar 160 mL

MANUAL DE REFERENCIA

D.A. Skoog, D.M. West, F.J. Holler, "Fundamentos de Química Analítica", Ed. Reverté, Barcelona, 1997.
J. Guiteras, R. Rubio, G. Fonrodona.- "Curso Experimental en Química Analítica", Editorial Síntesis, Madrid, 2003.

CUESTIONES

- 1.- Calcular la concentración exacta de la disolución de permanganato potásico
- 2.- Calcular la materia orgánica del agua problema. Expresar los resultados en mg de O_2 /litro de agua
- 3.- El oxalato es un anión de un ácido débil. Si se encuentra en medio ácido fuerte ¿permanece como tal ión o se encontrará protonado?
- 4.- ¿Por qué se debe guardar la disolución de permanganato en un frasco oscuro? ¿Por qué no se puede considerar un patrón primario?
- 5.- ¿Por qué se añade el ácido sulfúrico? ¿Qué puede ocurrir durante la valoración si el medio no es lo suficientemente ácido?
- 6.- ¿Cuál es el patrón primario utilizado en esta valoración?
- 7.- ¿Cuál es el indicador utilizado en esta valoración?

APÉNDICES

1.- Tabla periódica de los elementos

SISTEMA PERIÓDICO DE LOS ELEMENTOS

1 1,0
H
Hidrógeno

2 4,0
He
Helio

Masa atómica

3 6,9 4 9,0
Li **Be**
Litio Berilio

4 12 24,3
Na **Mg**
Sodio Magnesio

Número atómico

5 10,8 6 12,0 7 14,0 8 16,0 9 19,0 10 20,2
B **C** **N** **O** **F**
Boro Carbono Nitrógeno Oxígeno Flúor

11 23,0 12 24,3
Al **Si** **P** **S** **Cl** **Ar**
Aluminio Silicio Fósforo Azufre Cloro Argón

Símbolo

13 27,0 14 28,1 15 31,0 16 32,1 17 35,5 18 39,9
Al **Si** **P** **S** **Cl** **Ar**
Aluminio Silicio Fósforo Azufre Cloro Argón

19 39,1 20 40,1 21 45,0 22 47,9 23 50,9 24 52,0 25 54,9 26 55,8 27 58,9 28 58,7 29 63,5 30 65,4 31 69,7 32 72,6 33 74,9 34 79,0 35 79,9 36 83,8
K **Ca** **Sc** **Ti** **V** **Cr** **Mn** **Fe** **Co** **Ni** **Cu** **Zn**
Potasio Calcio Escandio Titanio Vanadio Cromo Manganeso Hierro Cobalto Níquel Cobre Zinc

Nombre

37 85,5 38 87,6 39 88,9 40 91,2 41 92,9 42 95,9 43 (99) 44 101,1 45 102,9 46 106,4 47 107,9 48 112,4 49 114,8 50 118,7 51 121,8 52 127,6 53 126,9 54 131,3
Rb **Sr** **Y** **Zr** **Nb** **Mo** **Tc** **Ru** **Rh** **Pd** **Ag** **Cd** **In** **Sn** **Sb** **Te** **I** **Xe**
Rubidio Estroncio Itrio Zirconio Niobio Molibdeno Rutenio Rodio Paladio Plata Cadmio Indio Antimonio Teluro Yodo Xenón

55 132,9 56 137,3 57 138,9 58 140,9 59 140,9 60 144,2 61 (147) 62 150,3 63 152,0 64 157,2 65 158,9 66 162,5 67 164,9 68 167,3 69 168,9 70 173,0 71 175,0
Cs **Ba** **La** **Hf** **Ta** **W** **Re** **Os** **Ir** **Pt** **Au** **Hg** **Tl** **Pb** **Bi** **Po** **At** **Rn**
Cesio Bario Lantano Hafnio Tantalio Wolframio Renio Osmio Iridio Platino Oro Mercurio Talio Plomo Bismuto Polonio Astatio Radón

Metal / No Metal / Metaloide

87 (223) 88 (226) 89 (227) 104 (261,1) 105 (262,1) 106 (263,1) 107 (264,1) 108 (265,1) 109 (268) 110 (269) 111 (272) 112 (272) 113 114 (285) 115 116 (289) 117 118 (293)
Fr **Ra** **Ac** **Rf** **Db** **Sg** **Bh** **Hs** **Mt** **Uun** **Uuu** **Uub** **Uut** **Uuq** **Uup** **Uuh** **Uus** **Uuo**
Francio Radio Actinio Rutherfordio Dubnio Seaborgio Bohrio Hassio Meitnerio Ununnilio Ununmilio Ununquadio Ununhexio Ununseptio Ununoctio

Lantánidos / Actínidos

58 140,1 59 140,9 60 144,2 61 (147) 62 150,3 63 152,0 64 157,2 65 158,9 66 162,5 67 164,9 68 167,3 69 168,9 70 173,0 71 175,0
Ce **Pr** **Nd** **Pm** **Sm** **Eu** **Gd** **Tb** **Dy** **Ho** **Er** **Tm** **Yb** **Lu**
Cerio Praseodimio Neodimio Prometio Samario Europio Gadolinio Terbio Disproscio Holmio Erblio Lutecio

90 232,0 91 (231) 92 238,0 93 (237) 94 (242) 95 (243) 96 (247) 97 (247) 98 (251) 99 (252) 100 (257) 101 (256) 102 (259) 103 (262)
Th **Pa** **U** **Np** **Pu** **Am** **Cm** **Bk** **Cf** **Es** **Fm** **Md** **No** **Lr**
Torio Protactinio Uranio Neptunio Plutonio Americio Curio Berquellio Californio Einstenio Fermio Mendelevio Nobelio Laurencio

2.- Concentraciones de disoluciones comerciales de ácidos y bases

Ácido/Base	% en peso	Densidad (g/mL)
HNO ₃	65	1,395
HCl	37	1,19
H ₂ SO ₄	96	1,84
Ácido acético	100	1,052
NH ₃	25	0,905

3.- Pureza de los reactivos sólidos

Reactivo	Pureza (%)	Reactivo	Pureza (%)
NH ₄ NO ₃	98	BaCl ₂ .2H ₂ O	100
Ba(NO ₃) ₂	100	KI	100
CaCO ₃	100	K ₂ Cr ₂ O ₇	100
AgNO ₃	100	Na ₂ S ₂ O ₃ .5H ₂ O	100
NaHCO ₃	100	Na ₂ CO ₃	100
NaCl	100	NaOH	100
Ácido tartárico	100	Ácido oxálico.2H ₂ O	100
AEDT-Na ₂ .2H ₂ O	100	KMnO ₄	98