

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTILÁN

QUÍMICA ANALÍTICA APLICADA

(MANUAL DE LABORATORIO PARA BQD)

Elia Granados Enríquez
Iván Santillán Cano
Enrique Ramos López
Claudia Briones Jurado
Gabriela Vargas Martínez



Edición **UNAM** **es** **FESC**

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN
DEPARTAMENTO DE CIENCIAS QUÍMICAS
SECCIÓN DE QUÍMICA ANALÍTICA

Química Analítica Aplicada

(MANUAL DE LABORATORIO PARA BQD)

Asignatura:

Clave: 1439

Carrera: Licenciatura en Bioquímica Diagnóstica

Clave: 105-39

Autores:

Elia Granados Enríquez

Iván Santillán Cano

Enrique Ramos López

Claudia Briones Jurado

Gabriela Vargas Martínez

Proyecto PAPIME PE201310

Vigencia: 2012-2013

CONTENIDO

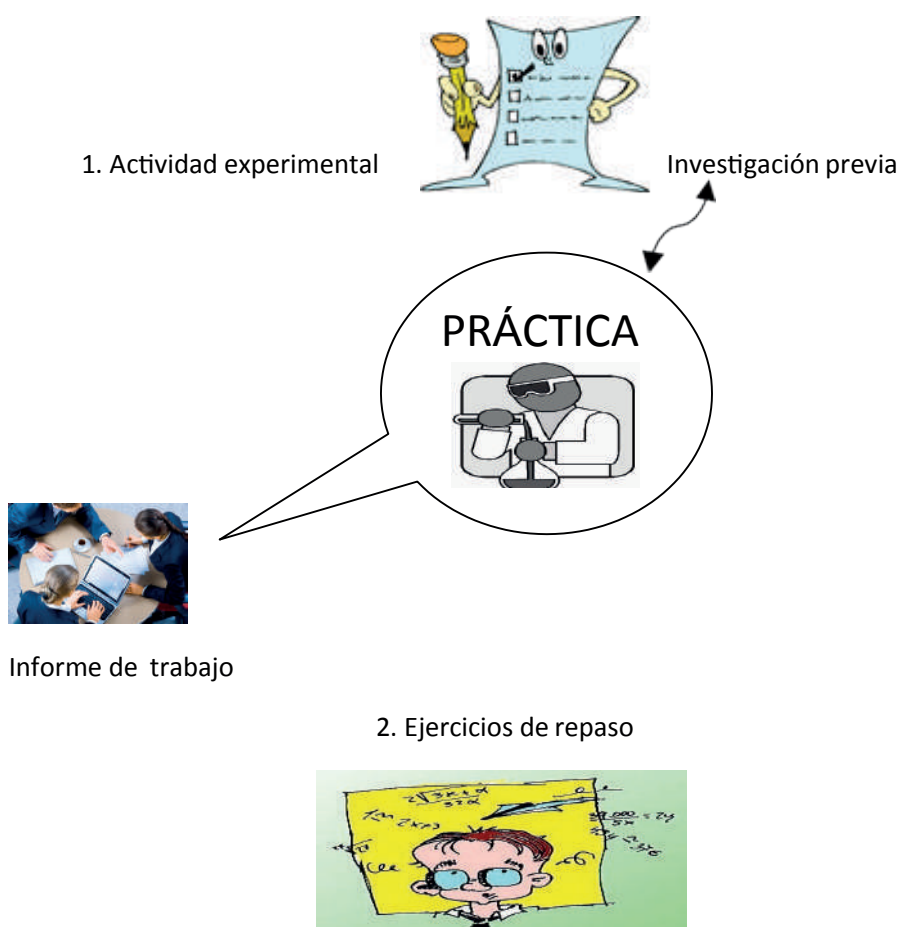
Introducción	7
Objetivos y responsables	9
Reglamento interno de laboratorio	13
Calendario de actividades	17
Relación práctica-unidad temática del programa	19
Sistema de evaluación	20
Preparación de soluciones	21
Actividades experimentales	
Actividades contempladas para la semana 1	25
Actividades contempladas para la semana 2	26
Práctica 1 <i>Estudio de la estabilidad del complejo FeSCN^{2+} bajo amortiguamiento en pH</i>	27
Práctica 2 <i>Determinación volumétrica de óxido de zinc, en materia prima en medio amortiguado</i>	35
Práctica 3 <i>Precipitación selectiva de Fe(III) y Cu(II) bajo amortiguamiento en pH</i>	43
Práctica 4 <i>Separación de Cr(III) y su cuantificación por gravimetría</i>	51
Práctica 5 <i>Efecto del pH en la estabilidad del ión triyoduro</i>	61
Práctica 6 <i>Determinación de ácido ascórbico en jugo de naranja y tabletas con yodo estandarizado a pH ácido</i>	67

Práctica 7 <i>Determinación de fluoruros en pasta dental mediante una curva de calibración potenciométrica</i>	75
Práctica 8 <i>Determinación de tiocianato de potasio mediante una curva de adiciones patrón espectrofotométrica</i>	83
Anexos	93
Fichas de seguridad	97
Preparación de soluciones	121
Fuentes consultadas	123

INTRODUCCIÓN

El mapa curricular del plan de estudios de la licenciatura en Bioquímica Diagnóstica (BQD) muestra que la asignatura de Química Analítica Aplicada corresponde al campo profesional y, por consiguiente, es obligatoria. Se imparte en el 4º semestre de la carrera y consta de 8 créditos, con 3 horas de teoría y 2 horas de práctica (asignatura teórico-práctica), y está seriada previamente con la asignatura de Análisis Instrumental.

El presente manual de laboratorio de Química Analítica Aplicada involucra las actividades que se llevarán a cabo en el curso práctico de la asignatura y son:



El campo de trabajo de los licenciados en BQD implica actividades muy diversas en centros de investigación científica, el diagnóstico en laboratorios hospitalarios generales y de especialidades (inmunología, genética, etc.), así como en centros educativos y en laboratorios de producción de biológicos, por lo cual se requiere que los profesionistas en esta área tengan conocimientos básicos, pero sólidos,

que les permitan tener un sentido crítico. En muchos casos, prácticos y rutinarios, suelen presentarse problemas de separación, caracterización y cuantificación de sustancias en matrices complejas como fluidos biológicos. Por lo anterior, es de suma importancia conocer las sustancias y especies que integran dicho sistema de estudio. Debido a ello, los experimentos encontrados en este manual son guía para comprender y resolver algunos de estos posibles problemas, mediante el estudio del equilibrio químico en medio amortiguado homogéneo y heterogéneo, además de lograr la aplicación de los métodos de análisis cuantitativos más comunes durante el curso.

Este manual presenta el procedimiento de trabajo dividido en tres modalidades:

- I.** Experiencias de cátedra (EC). La finalidad es que se presenten prácticas que puedan comprender, interpretar y aplicar aspectos teóricos fundamentales del tema, reforzando así el manejo de cálculos básicos.
- II.** *Prácticas convencionales (PC)*. El objetivo es cuantificar sustancias de interés bioquímico y el desarrollo de habilidades en el manejo de instrumentación básica de laboratorio aplicada en su campo de trabajo, para generar destreza en el manejo de resultados al seguir una valoración preestablecida y justificar condiciones químicas de la técnica.
- III.** *Sesión de ejercicios*. Actividad que permite reforzar conocimientos relevantes que en sesiones anteriores se plantearon. Esta actividad se realiza en forma de ejercicios teóricos similares a lo experimentado; y éstos son resueltos por los alumnos y dirigidos por el profesor.

OBJETIVOS

Objetivos de la asignatura

- Verificar la importancia de las condiciones de amortiguamiento en el análisis químico, a través de la construcción de diagramas de zonas de predominio bidimensionales, de su interpretación y de la aplicación en el análisis cuantitativo de muestras.
- Estudiar el equilibrio químico en sistemas bajo condiciones de amortiguamiento mediante el método de equilibrios generalizados-representativos para la justificación de procesos químicos de interés en su área.

Objetivos del laboratorio

- Estudiar la influencia del amortiguamiento sobre las propiedades físico-químicas de las sustancias que participan en reacciones químicas en los medios homogéneo y heterogéneo, esto para sentar las bases de comprensión y el efecto de dicho amortiguamiento en la metodología de análisis químicos, utilizada para la identificación y cuantificación de sustancias de interés en su área.
- Realizar la cuantificación de una o más sustancias en muestras de interés por métodos de análisis químicos, para comprender el papel del amortiguamiento en las reacciones químicas establecidas en dichas metodologías.

Cabe señalar, que los requisitos del producto, se describen en los objetivos de cada práctica.

RESPONSABLES DE SECCIÓN

Sonia Rincón Arce

DE ASIGNATURA

Elia Granados Enríquez

DE LABORATORIO

Enrique Ramos López



Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán, UNAM

Departamento de Ciencias Químicas

Sección de Química Analítica

Reglamento interno de laboratorio

1. Es obligatorio el uso de bata y lentes de seguridad en el laboratorio. No se permite quitarse el equipo de seguridad durante la sesión experimental.
2. Se deberán conservar limpias las instalaciones (en especial campanas de extracción, canaletas y tarjas de las mesas de laboratorio), el material y el equipo de trabajo; (incluyendo balanzas analíticas) al inicio y al final de cada sesión experimental.
3. Antes de iniciar las actividades experimentales, se le solicitará al laboratorista el material y equipo necesarios para ello. Una persona responsable del equipo dejará su credencial (UNAM) en depósito y firmará un vale por el material y equipo recibidos. En caso de que existiera un defecto en el material o equipo recibido, éste deberá ser anotado en el vale de material.
4. En caso de extravío o daño del material o equipo de laboratorio, se extenderá un vale de adeudo con los nombres de todos los integrantes del equipo y quedará retenida la credencial del responsable del daño o extravío del material o equipo hasta su reposición.
5. Se deberá guardar orden y disciplina dentro del laboratorio y durante la sesión experimental. Queda prohibida la entrada a personas ajenas al mismo.
6. Queda estrictamente prohibido fumar y consumir alimentos dentro del laboratorio, ya que muchas de las sustancias químicas que se emplean son inflamables y/o tóxicas.

7. Después de haber manipulado sustancias químicas es necesario lavarse las manos con agua y jabón.
8. Los desechos resultantes de cada experimento deberán eliminarse adecuadamente, previa consulta de las fichas de seguridad y con el apoyo del asesor.
9. Cuando un residuo no pueda ser eliminado deberá resguardarse, en un contenedor adecuado y debidamente etiquetado, posteriormente colocarlo en el anaquel destinado para ello.
10. Al término de la sesión experimental, las disoluciones empleadas deberán regresarse a su lugar de resguardo ubicado en el anaquel.
11. Para la extracción de líquidos que contengan sustancias químicas, se deberán emplear perillas de hule y nunca succionar con la boca.
12. Los reactivos químicos no deberán ser manipulados con las manos, debiéndose usar los implementos adecuados como pipetas, espátulas, cucharas, etcétera.
13. Si se utilizan mecheros, parrillas o cualquier otro aparato, se deberá estar atento en su manipulación para evitar un accidente.
14. Es importante que antes de trabajar, el usuario conozca las características de las sustancias químicas que va a utilizar para que puedan ser manipuladas adecuadamente (consultar fichas de seguridad).
15. En caso de ingestión, derrame o algún accidente dentro del laboratorio, éste deberá ser notificado al asesor o al laboratorista del grupo, con previa consulta de las fichas de seguridad.
16. Los reportes de las prácticas y actividades realizadas deberán entregarse en la fecha señalada por el asesor.

17. Cuando sea asignada a los alumnos una gaveta en el laboratorio, y por razones de olvido o pérdida de la llave no se pueda acceder a ella, queda prohibido forzarla. Deberán hacer la solicitud de apertura al responsable del laboratorio, previa autorización del profesor del grupo en el que están inscritos los alumnos. La gaveta podrá usarse hasta la semana 15 del semestre, por lo que se deberá desocupar en dicha semana.
18. Los alumnos que adeuden material de laboratorio, deberán reponerlo a la mayor brevedad posible, o a más tardar el último día de realización de prácticas, de lo contrario los deudores serán reportados al Departamento de Servicios Escolares y no podrán inscribirse en el siguiente semestre.
19. El número máximo de alumnos que podrán permanecer en el cuarto de balanzas (L-101-102) será el mismo que el número de balanzas disponibles.
20. Es responsabilidad del alumno revisar el estado en que recibe el material, ya que al término de la sesión experimental lo debe regresar en buenas condiciones y perfectamente limpio.

CALENDARIO DE ACTIVIDADES

	UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN DEPARTAMENTO DE CIENCIAS QUÍMICAS SECCIÓN DE QUÍMICA ANALÍTICA	
	CALENDARIZACIÓN	CÓDIGO: FPE-CQ-DEX-01-02; FPE- CQ-DEX-03-02; FPE-CQ-DEX-04-02.
		Núm. de revisión:

Asignatura: QUÍMICA ANALÍTICA APLICADA Grupo: _____

Carrera: LICENCIATURA EN BIOQUÍMICA DIAGNÓSTICA

Periodo:

SEMANA	ACTIVIDAD	FECHA	OBSERVACIONES (Entrega de Productos)
1	Presentación del curso (1 hora máximo). Realización de ejercicios de repaso. Aplicación del examen diagnóstico		Examen diagnóstico
2	Sesión práctica. Preparación de disoluciones (asignación de gaveta)		
3	Práctica 1 Estudio de la estabilidad del complejo FeSCN^{2+} bajo amortiguamiento en pH		CP de P. 1

4	Práctica 2 Determinación volumétrica de óxido de zinc en materia prima en medio amortiguado		CP de P. 2 e IT de P. 1
5	Práctica 3 Precipitación selectiva de Fe(III) y Cu(III) bajo amortiguamiento en pH.		CP de P. 3 e IT de P. 2
6	Práctica 4 Separación de Cr(III) y su cuantificación por gravimetría		CP de P. 4 e IT de P. 3
7	Resolución de ejercicios de repaso 1		IT de P. 4
8	Primer examen parcial		
9	Práctica 5 Efecto del pH en la estabilidad del ión triyoduro		CP de P. 5
10	Práctica 6 Determinación de ácido ascórbico en jugo de naranja y tabletas con triyoduro estandarizado a pH ácido		CP de P. 6 e IT de P. 5
11	Práctica 7 Determinación de fluoruros en pastas por curva de calibración potenciométrica		CP de P. 7 e IT de P. 6
12	Práctica 8 Determinación de fluoruros en pastas por curva de calibración potenciométrica		CP de P. 8 e IT de P. 7

13	Resolución de ejercicios de repaso 2		IT de P. 8
14	Segundo examen parcial		
15	Entrega de calificaciones finales aplicación de cuestionarios FPG02-FESC-01		Entrega cuestionario y de gavetas

CP= Cuestionario previo

IT = Informe de trabajo

RELACIÓN PRÁCTICA-UNIDAD TEMÁTICA DEL PROGRAMA

NÚM. DE PRÁCTICA	NOMBRE DE LA PRÁCTICA	UNIDAD TEMÁTICA DEL PROGRAMA
1	Estudio de la estabilidad del complejo FeSCN^{2+} Bajo amortiguamiento en pH	1.3 Criterios de estabilidad de una especie química bajo amortiguamiento
2	Determinación volumétrica de óxido de zinc, en materia prima en medio amortiguado	1.4 Interpretación de diagramas $pL=f(\text{pH})$ 1.5 Cálculo del contenido en técnicas volumétricas
3	Precipitación selectiva de Fe (III) y Cu (III) bajo amortiguamiento en pH	2.2 Estudio de la solubilidad y separación selectiva de cationes
4	Separación de Cr (III) y su cuantificación por gravimetría.	2.4 Cálculo de la composición por métodos gravimétricos

5	Efecto del pH en la estabilidad del ión triyoduro.	3.1 Cálculo de $E^{\circ'}$ y trazo de diagramas $E^{\circ'} = f(\text{pH})$
6	Determinación de ácido ascórbico en jugo de naranja y tabletas con triyoduro estandarizado a pH ácido.	3.4 Cálculo del contenido en técnicas de valoración redox bajo amortiguamiento
7	Determinación de fluoruros en pastas por curva de calibración potenciométrica	4.2 Cuantificación de analitos de interés por curva de calibración
8	Determinación de tiocianato de potasio por curva de adición patrón espectrofotométrica.	4.3 Cuantificación de analitos por curva de adición patrón

SISTEMA DE EVALUACIÓN

Los siguientes aspectos a evaluar se consideran por bloque (son dos bloques del curso y el primero es hasta la semana ocho; el segundo es de las semanas 9 a la 15), la calificación final será el promedio de las calificaciones de los 2 bloques.

ACTIVIDAD	PORCENTAJE DE CALIFICACIÓN
CUESTIONARIO PREVIO	10
INFORME DE TRABAJO	40
TRABAJO DE LABORATORIO	10
EXAMEN	40

Consideraciones para la evaluación

- 1) *Cuestionario previo.* Se evalúa una pequeña investigación previa a la experimentación, así como algunos cálculos necesarios en la realización de la misma. La entrega es individual y por cada sesión experimental.
- 2) *Informe de trabajo.* Se evalúa la estructura en cuanto a claridad y presentación, así como la consistencia, tratamiento y manejo de los resultados con la finalidad de estimar si la información se procesó adecuadamente. La entrega es por equipo de trabajo y por cada sesión experimental.
- 3) *Trabajo de laboratorio.* Se asigna una calificación a la destreza adquirida en el manejo de equipo y material de laboratorio utilizado (balanza analítica, pipetas, matraces, buretas y manejo de reactivos), así como la organización y el tiempo. El alumno es calificado individualmente y por cada sesión experimental.
- 4) *Examen.* Se evalúa, de manera escrita, el tratamiento y manejo de los resultados planteando problemas analíticos similares a los realizados experimentalmente. Esta evaluación es individual y por bloque, en total son dos exámenes escritos.

PREPARACIÓN DE SOLUCIONES

La concentración de una solución está definida como la cantidad de soluto en una cantidad dada de solvente o en una solución total. La molaridad es una de las unidades de concentración más comunes en el laboratorio y está definida como el número de moles de soluto por litro de solución.

$$\text{Molaridad (M)} = \frac{\text{moles de soluto}}{\text{litro de solución}}$$

La masa en gramos necesaria de un reactivo analítico sólido (m_{RA}) para preparar un volumen en mL (V) de una solución de molaridad CM es:

$$m_{RA} = \frac{C_M \times V \times MM}{10 \times \%P}$$

En donde % P es la pureza (en masa) y MM es la masa molar, ambos, del reactivo analítico.

Para preparar experimentalmente una solución acuosa a partir de un soluto sólido se sigue el siguiente proceso:

1. Primero, se pesa el soluto en forma precisa en una balanza; dependiendo de la magnitud del peso, la balanza puede ser granataria o analítica.
2. Esta masa de soluto se coloca en un matraz volumétrico y se agrega una cantidad de agua destilada (entre $\frac{1}{2}$ y $\frac{3}{4}$ del volumen total del matraz) suficiente para disolver el sólido.
3. Se disuelve el sólido por agitación.
4. Finalmente, se agrega agua destilada hasta la marca de aforo, se coloca el tapón del matraz y se mezcla la solución final.

También se pueden preparar soluciones de una concentración específica a partir de soluciones concentradas de reactivos analíticos líquidos (ácidos y amoníaco) por medio de una dilución.

ACTIVIDADES EXPERIMENTALES



La Química Analítica es, ante todo, una formación para el espíritu con la finalidad de saber tomar partido de los conocimientos para resolver —eficaz y rápidamente— problemas prácticos.

Gaston Charlot

ACTIVIDADES CONTEMPLADAS PARA LA SEMANA 1

1. El profesor expondrá una introducción sobre el curso de laboratorio, explicando las actividades por realizar y la forma de evaluación (ver el apartado Evaluación).
2. Se anotarán las fechas en las actividades calendarizadas.
3. Se le dará formato a la hoja de inscripción.
4. Se les solicitará el siguiente material a los estudiantes, el cual estará bajo su propiedad y retirarán de las gavetas después del curso:

INDIVIDUAL	POR EQUIPO (2-3 ESTUDIANTES)	POR GRUPO
Bata blanca	1 franela	1 candado con llaves
Bitácora	Etiquetas o masking-tape	Servitoallas
Marcador indeleble	2 frascos gotero 50 mL	Detergente líquido
Lentes de protección	2 frascos de plástico de 50 mL	1 frasco de alcohol comercial de 50 mL
	2 frascos de plástico de 250 mL	
	1 perilla de hule	
	2 barras magnéticas medianas	
	1 escobillón	
	Muestras para analizar en la prácticas 2, 4, 6, 7 y 8	

5. Se aplicará y resolverá el examen diagnóstico, al finalizar, el profesor explicará con detalle la resolución del mismo.
6. Se formarán equipos de trabajo, la cantidad de alumnos por equipo

será determinada por los profesores, en función del total de integrantes en el grupo y de la instrumentación con que cuenta el laboratorio.

ACTIVIDADES CONTEMPLADAS PARA LA SEMANA 2

1. Se revisará el material, los reactivos y el equipo que se utilizarán durante el curso de laboratorio.
2. Los estudiantes leerán el apéndice titulado: "Preparación de soluciones" incluido en este manual, posteriormente realizarán los cálculos necesarios para preparar las soluciones de la práctica correspondiente; en seguida, propondrán la forma en que deberán prepararse las soluciones y, finalmente, las prepararán experimentalmente.
3. El profesor expondrá algunos comentarios sobre los residuos generados en el laboratorio y su manejo.

NOTA: es requisito contar con:

- >> El 80 % de asistencia al curso, después de 15 minutos de retardo se considera falta.
- >> Entrega puntual y en tiempo de los productos a evaluar (cuestionarios previos y reportes).

PRÁCTICA 1

Estudio de la estabilidad del complejo FeSCN^{2+} bajo amortiguamiento en pH

I. Objetivo

Analizar el efecto del pH en la estabilidad del complejo FeSCN^{2+} a través del modelo de equilibrio generalizado-representativo, enfrentando el complejo a diferentes medios, para comprender la importancia de los amortiguadores en un medio químico.

II. Introducción

En diversas áreas de la química es muy frecuente trabajar con amortiguadores debido a que muchos procesos químicos ocurren en presencia de ellos, pero ¿qué es un amortiguador y qué es lo que pasa en el sistema cuando éste se encuentra amortiguado?

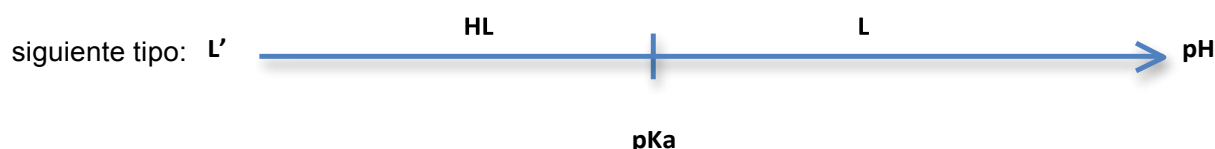
En el curso anterior, se aprendió que en una solución amortiguadora de pH se tiene un par conjugado ácido-base que, bajo ciertas condiciones, resiste a los cambios de pH. Esto significa que una solución amortiguadora de pH mantiene prácticamente constante la concentración de H^+ en un sistema, a pesar de que a éste se le agreguen ácidos o bases fuertes. En este curso extenderemos la definición de amortiguamiento y lo emplearemos no sólo para referirnos a un amortiguamiento de pH sino que el *amortiguamiento* será una restricción sobre la concentración de una o varias sustancias, de manera que pueda considerarse constante e invariante durante un proceso. Por lo tanto, los amortiguadores son un conjunto de especies (sustancias) que permiten establecer dicha restricción. Así, por ejemplo, si en un sistema dado la concentración de $\text{Ca}(\text{II})$ es mayor a las demás sustancias del sistema, al menos 20 veces, puede decirse que está amortiguado en $\text{Ca}(\text{II})$. El amortiguamiento nos va a ayudar, entre otras cosas, a manipular la dirección preferencial con la que se llevan a cabo las reacciones químicas.

En esta práctica estudiaremos el efecto del pH en la estabilidad de un complejo. De manera teórica se podría hacer una predicción acerca de este sistema.

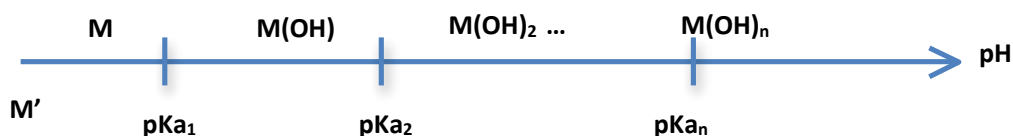
Para este fin será necesario establecer el equilibrio generalizado de disociación del complejo a estudiar $ML' \rightleftharpoons M' + L'$

En donde la comilla significa que este equilibrio se encuentra sujeto a un amortiguamiento, en esta práctica será un amortiguamiento de pH, y ML' , M' y L' son *especies generalizadas*. Posteriormente debe tenerse una escala de zonas de predominio (en esta práctica será una escala de pH) para cada una de las especies generalizadas ML' , M' y L' . Se puede, así, determinar cuál es la especie que *predomina* a determinado valor de pH y con ello establecer el *equilibrio representativo* de disociación del complejo a ese valor de pH.

En muchos casos, el ligante L se comporta como una base, en cuyo caso, tiene asociado un ácido conjugado HL. Por lo tanto, para L tendremos una escala de zonas de predominio del siguiente tipo:



Si M es un metal, entonces se puede encontrar en agua, formando hidroxocomplejos por lo que su escala de zonas de predominio pudiera tener la siguiente forma:



Supongamos que en este caso el complejo ML no presenta otras formas (protonadas o hidroxiladas, como en el caso de L' y M' , por lo que predomina siempre como ML :



Tomamos como ejemplo una solución de ML amortiguada a un pH menor que pKa de la escala de L' y también menor que pKa_1 de la escala de M' , entonces el equilibrio representativo de disociación será $ML + H^+ \rightleftharpoons M + HL$

Por lo que la ley de acción de masas correspondiente es: $K_{eq} = \frac{[M][HL]}{[ML][H^+]}$

Si el sistema tiene amortiguado el pH, quiere decir que la concentración de H^+ en el sistema se puede considerar prácticamente una constante y por ello podemos despejar la concentración de protones del lado derecho al lado izquierdo de la expresión anterior:

$$K_{eq}[H^+] = \frac{[M][HL]}{[ML]}$$

Y definimos $K_{eq}[H^+] = K_{eq}'$, que será llamada constante condicional. En este caso, la constante condicional K_{eq}' sería una K_c' por tratarse del equilibrio de disociación de un complejo

¿Para qué sirve la K_c' ? Debido a que esta K_{eq} es prácticamente constante bajo condiciones de amortiguamiento, es demostrable que puede ser indirectamente un criterio de estabilidad del complejo.

III. Cuestionario previo (actividades previas a la práctica)

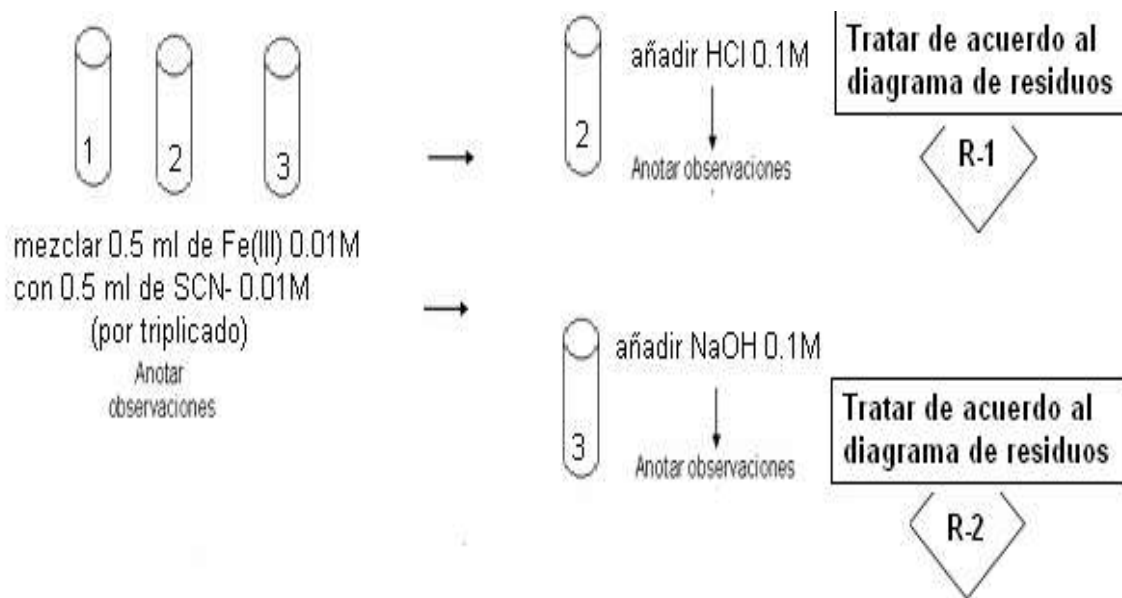
- Con base en la introducción de esta práctica, diga si los siguientes sistemas presentan amortiguamiento y en cuáles especies (sustancia), justifique su respuesta.
 - Mezcla de 5 mL de $Cu(NH_3)_2^{2+}$ 0.005 M y HCl 0.1M (2 puntos)
 - Mezcla de 5 mL de CH_3COOH 0.1M y CH_3COO^- 0.1M (2 puntos)
- De acuerdo con lo estudiado en tu curso de Química Analítica Básica, ¿cuál es el criterio que se utiliza para determinar si un complejo es estable, semiestable o inestable? (2 puntos)
- Calcular la K_c' de: $FeSCN' \leftrightarrow Fe(III)' + SCN'$ a pH=7 utilizando el modelo de equilibrios químicos representativos (utilizar datos anexos al final de la parte experimental) (2 puntos)
- Dé ejemplo de dos funciones biológicas en las que es necesario el mantener amortiguado el pH. (2 puntos)

IV. Parte experimental

MATERIAL POR EQUIPO	REACTIVOS
3 tubos de ensaye de poco volumen	Solución de nitrato férrico $[\text{Fe}(\text{NO}_3)_3]$ 0.01M 
2 pipetas graduadas de 1 mL	Solución de tiocianato de potasio (KSCN) 0.01M 
1 piseta con agua destilada	Solución de ácido clorhídrico (HCl) 0.1M 
1 vaso de precipitados de 50 mL	Solución de hidróxido de sodio (NaOH) 0.1M 
1 propipeta	Agua destilada

Procedimiento

1. Etiquetar tres tubos de ensaye como sistemas 1, 2 y 3. En cada tubo de ensaye mezclar 0.5 mL de $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 0.01M con 0.5 mL de KSCN 0.01M.
2. Al sistema 1 añadir 1 mL de agua destilada (20 gotas). Anotar sus observaciones en la tabla 1, con base en la coloración del sistema.
3. Al sistema 2 añadir 1 mL (20 gotas) de HCl 0.1M y homogeneizar adecuadamente. Anotar sus observaciones en la tabla 1, con base en el cambio de color.
4. Al sistema 3 añadir 1 mL (20 gotas) de NaOH 0.1M y homogeneizar adecuadamente. Anotar sus observaciones en la tabla 1, con base en el cambio de color.

Procedimiento esquematizado

V. Resultados

Tabla 1. Observaciones experimentales

Sistema	Observaciones
1	
2	
3	

Tabla 2. *Estudio del efecto del pH en la estabilidad del complejo FeSCN^{2+}

Sistema	pH teórico (calcular)	Plantear el Equilibrio representativo de disociación del complejo FeSCN'	Calcular $K'c/Co$	Estabilidad del FeSCN'
1				
2				
3				

VI. Informe de trabajo. Instrucciones para elaborar el reporte

Puntos mínimos que debe contener

El formato del informe de trabajo debe incluir: objetivos particulares, introducción,⁽¹⁾ procedimiento experimental (diagrama de flujo, dibujos, etc.), resultados experimentales (tablas,⁽²⁾ dibujos, etc.), conclusiones,⁽³⁾ referencias bibliográficas y ejercicios de consolidación (1 punto).

Incluir los siguientes aspectos:

- a) Importancia del hierro (Fe) y el tiocianato (SCN) en el área clínica⁽¹⁾ (1 punto)
- b) Completar la tabla 2, efectuando los cálculos necesarios, y anexar una columna para el valor del grado de disociación (α) para cada valor de pH⁽²⁾ (4 puntos)
- c) Describa como le afectó el amortiguamiento en pH en la estabilidad del complejo. (2 puntos)

Nota: No olvide anexar los cálculos efectuados.

Ejercicios de consolidación
(2 puntos)

- 1º. El Cu (II) es un elemento que forma complejos con EDTA (Y^{4-}), si se tiene el complejo CuY^{2-} a: pH = 1.0, 10.0 establecer el equilibrio representativo de disociación para cada pH, calculando su K_c' correspondiente y concluir a qué pH es más estable el complejo. (resumir en una tabla los datos obtenidos)

Datos:

Complejos de Cu (II)

Ligando	Log β_1
OH ⁻	6.0
Y ⁴⁻	18.8

Complejos de Fe (III)

Ligando	Log β_1	Log β_2
SCN ⁻	2.3	--
OH ⁻	11.0	21.7

pKa's H₄Y = 2.0, 2.7, 6.4, 10.3

HSCN = es un ácido fuerte

PRÁCTICA 2

Determinación volumétrica de óxido de zinc, en materia prima en medio amortiguado

I. Objetivos

- A) Efectuar la cuantificación de Zn (II) en una materia prima por medio de la titulación directa con EDTA.
- a) Considerando ésta como una aplicación de los equilibrios químicos complejométricos en condiciones de amortiguamiento (pH y pNH_3).
 - b) Utilizando el modelo de especies químicas representativas a dicha condición de amortiguamiento, mediante escalas y diagramas de zonas de predominio.
 - c) Para reconocer la influencia de las condiciones de amortiguamiento en las reacciones efectuadas en el sistema de valoración y en el cálculo de sus K_{eq} .

II. Introducción

En una titulación complejométrica, en la mayoría de los casos el titulante es un ligante (L) y el ión metálico (M) es el analito; aunque ocasionalmente puede ser al contrario.

La mayoría de las valoraciones metal-EDTA se efectúan en soluciones neutras o alcalinas; la razón de ello es que estos complejos, aunque en general son muy estables, pueden experimentar disociación en presencia de ácidos a causa de la protonación del ión Y^{4-} , por consiguiente se emplean soluciones amortiguadoras. En varios casos, el amortiguador cumple una segunda función vital, forma complejos con los iones metálicos evitando la precipitación indeseable de hidróxidos y mantienen el pH deseado. El equilibrio generalizado de valoración será:



Los equilibrios químicos correspondientes de los Indicadores metalocrómicos (I) con el metal (M) tienen especial interés: no sólo forman complejos con cationes metálicos, sino que también son indicadores ácido-base, y es precisamente la combinación de estas dos propiedades lo que se utiliza para analizar el comportamiento del indicador y su funcionamiento en este tipo de valoraciones.

El indicador debe liberar al ión metálico en un valor de pM' cercano al punto de equivalencia. Para especificar el color que tendrá el indicador en su forma libre debemos conocer el pH de la solución. El equilibrio generalizado que representa el cambio de color y que permite detectar el punto final de valoración, es:

$$MI'' + L'' \leftrightarrow ML'' + I''$$

III. Cuestionario previo (actividades previas a la práctica)

1. Investigar las propiedades farmacológicas del óxido de zinc. (1 punto)
2. Tomar nota de las especificaciones de los reactivos analíticos del laboratorio L-101, y llenar la siguiente tabla: (1 punto)

Nombre del reactivo	Presentación	Fórmula y masa molecular	Ensayo o pureza
Cloruro de amonio			
EDTA			

3. Efectuar los cálculos para preparar 100 mL de una solución de EDTA 0.02M. (2 puntos)
4. Plantear el equilibrio generalizado de la reacción de: A) valoración. B) Cambio de color en el punto de equivalencia. (4 puntos)
5. Calcular el volumen gastado de EDTA 0.02M para llegar al punto de equivalencia, cuando se valoran 5 mL de una solución que contiene Zn (II) a una concentración aproximadamente de 0.015 M. (2 puntos)

IV. Parte experimental

MATERIAL POR EQUIPO	REACTIVOS
1 piseta con agua destilada 2 vasos de precipitados de 50 mL	Muestra: materia prima de ZnO 
3 vasos de volumen pequeño 1 pipeta volumétrica de 5 mL	Solución de HCl 5 M 
Tiras de papel pH 1 matraz aforado de 25 mL	Solución de EDTA 0.02M 
1 probeta de 25 mL	Negro de eriocromo T (base sólida) NET
1 bureta de 10 mL	Agua destilada
1 espátula 1 soporte universal completo 1 agitador magnético con barra	Solución Buffer de amonio/amoniaco 1.5 M pH= 9.5 

Procedimiento

- A) Preparación de la muestra problema: En un vaso de precipitados de 50 mL pesar la cantidad de 0.05 g de la muestra que contiene ZnO, adicionar, gota a gota, HCl 5M (aproximadamente 10 gotas) hasta la disolución del polvo, agregar con cuidado 10 mL de agua destilada medida con probeta y disolver. Trasvasar a un matraz volumétrico de 25 mL y llevar a la marca de aforo con agua destilada (etiquetar como "solución problema").
- B) Valoración de la muestra problema
1. Medir una alícuota de 5 mL de solución problema con una pipeta volumétrica y verter en un vaso de volumen pequeño.
 2. Agregar 2 mL de Buffer $\text{NH}_4^+ / \text{NH}_3$ 1.5 M pH = 9.5

3. Medir el pH empleando una tira reactiva, para asegurar que se encuentra dentro del intervalo de 9 a 10.
4. Adicionar una pequeña cantidad del indicador NET (consultar con el asesor, cuál es la cantidad necesaria para dar la tonalidad rojo-vino adecuada).
5. Llenar la bureta con la solución valorante (EDTA 0.02M) y valorar hasta el cambio a azul.
6. Repetir la valoración con otras 2 alícuotas, desde el paso 1 al 5 con la finalidad de realizarlo por triplicado.
7. Registrar los volúmenes del punto de equivalencia (obtenidos en las 3 valoraciones) en la tabla 1.

Procedimiento esquematizado



V. Resultados

Tabla 1. Resultados experimentales

Alícuota	Concentración exacta de EDTA empleada	Volumen (mL) exacto medido de muestra	Volumen de EDTA utilizado para llegar al punto de equivalencia
1			$V_1 =$
2			$V_2 =$
3			$V_3 =$

Promedio($\bar{X}$) = _____

Desviación estándar (STD) = _____

% Desviación estándar relativa (% RSD)* = _____

*Conocido también como coeficiente de variación (CV), se calcula

$$\% RSD = \left(\frac{STD}{\bar{X}} \right) \cdot 100$$

y no debe ser mayor al 5% en el caso de métodos volumétricos. Esto ayudará a que los alumnos evalúen la calidad de su trabajo experimental, además de que el profesor pueda ver avances con respecto al inicio del curso y al final de éste. Adicionalmente, los alumnos se acostumbrarán a la forma correcta de reportar un resultado.

Observaciones

VI. Informe de trabajo. Instrucciones para elaborar el reporte

Puntos mínimos que debe contener

El informe de trabajo debe incluir: objetivos particulares, introducción breve (obtenida de revisión bibliográfica), procedimiento experimental (diagrama de flujo, dibujos, etc.), resultados experimentales presentados en tablas, dibujos, curvas, etc.), análisis de resultados, observaciones, conclusiones y referencias bibliográficas. (1 punto)

Incluir los siguientes aspectos para el análisis de resultados:

- a) Función del amortiguador en la práctica, calculando previamente el pH y pNH_3' del sistema. (2 puntos)
- b) Trazar una escala de predicción de reacción, con las especies químicas representativas a las condiciones de trabajo (pH y pNH_3') y escribir el equilibrio químico representativo de la reacción de valoración. (2 puntos)
- c) Proponer el equilibrio representativo de la reacción que detecta el punto final de valoración. (1 punto)
- c) Calcular el valor de la K_{eq} para cada una de las reacciones inciso b) y c). (2 puntos)
- e) Calcular el % de ZnO en la materia prima analizada. (2 puntos)

Datos:

- 1) Diagrama $pNH_3' = f(pH)$ para las especies de Zn (II) (anexo)
- 2) Complejos de Zn (II)

Ligando	Log β_1	Log β_2	Log β_3	Log β_4
OH ⁻	4.4	---	14.4	15.5
Y ⁴⁻	16.5	--	--	--
NH ₃	2.27	4.6	7.0	9.06
NET I ²⁻	Complejo Rosa 12.9	---	--	---

$pK_a \text{ NH}_4^+ = 9.26$ $pK_a \text{ 's H}_4\text{Y} = 2.0, 2.75, 6.24 \text{ y } 10.34$ $pK_a \text{ ZnHY}^- = 3.0$
 $pK_a \text{ 's H}_2\text{I} = 6.3, 11.6$; H_2I ; color rojo HI⁻; color azul I²⁻; color naranja

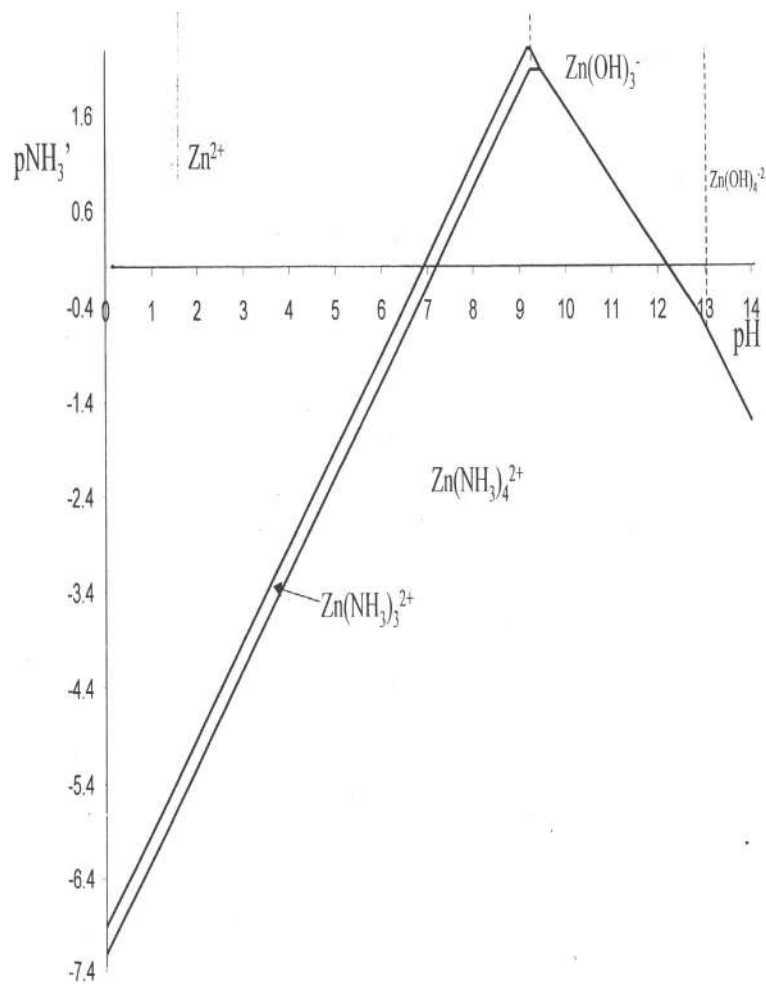


Figura 1. Diagrama de Zonas de Predominio para el sistema Zn(II)-NH₃-H₂O en el plano pNH₃'

PRÁCTICA 3

Precipitación selectiva de Fe (III) y Cu (II) bajo amortiguamiento en pH

I. Objetivo

Analizar el efecto del pH en los equilibrios de disolución de sólidos para establecer las condiciones apropiadas de separación, mediante la predicción de su comportamiento a través de constantes de equilibrio condicionales asociadas y escalas de zonas de predominio.

II. Introducción

Las reacciones de precipitación (formación de sólidos) son utilizadas en la química para efectuar titulaciones, determinaciones gravimétricas y separar los componentes de una muestra. Sin embargo, es necesario conocer con exactitud las condiciones químicas del medio en donde se favorece dicha reacción de precipitación, ya que factores físicos (temperatura, presión, etc.) y químicos (presencia de sales, tampones, etc.) afectan la solubilidad de dichos sólidos formados y por ende la cuantitatividad de la reacción que los produce.

Es importante resaltar que los equilibrios heterogéneos son dinámicos; es decir, que con la misma velocidad que el sólido se disuelven, los iones en disolución interactúan para volver a dar el sólido precipitado. A diferencia del equilibrio homogéneo, la adición de más sólido no causa cambio alguno en la concentración de los iones en solución, ya que al estar la disolución saturada, todo lo que añadamos de sólido, al no poderse disolver, se precipitará directamente.

Como se sabe, el producto de solubilidad de una determinada sustancia nos puede servir para averiguar si en unas determinadas condiciones se va a formar un precipitado o no. Por ejemplo, dada la reacción:



III. Cuestionario previo (actividades previas a la práctica)

1. A una solución de Cu (II) se le agregó NaOH hasta un pH= 10, y se observó la aparición de un precipitado correspondiente a $\text{Cu}(\text{OH})_2$. Escribir el equilibrio generalizado y representativo de disolución del sólido que tiene lugar a ese pH (con base en las escalas de zonas de predominio). (4 puntos)
2. Se tiene una solución que contiene Fe (III), a la cual se le adiciona NaOH hasta un pH= 10, posteriormente se observó la aparición de un precipitado que corresponde al $\text{Fe}(\text{OH})_3$. Escribir el equilibrio generalizado y representativo de disolución del sólido que tiene lugar a ese pH (con base en las escalas de zonas de predominio). (4 puntos)
3. Investigar la importancia del cobre y del hierro en el área clínica. (1 punto)
4. Investigar qué es la separación selectiva y qué variables permiten efectuarla. (1 punto)

IV. Parte experimental

MATERIAL POR EQUIPO	REACTIVOS
1 vaso de precipitados de 50 mL	Solución de ácido clorhídrico (HCl) 0.1 M 
3 tubos de ensaye de poco volumen	Solución de cloruro cúprico (CuCl_2) 0.01M 
2 pipetas graduadas de 2 mL	Solución de cloruro férrico (FeCl_3) 0.01 M 
Tiras de papel pH	Solución de hidróxido de sodio (NaOH) 0.1 M 

Procedimiento**Parte 1****A) Solubilidad del Cu (II) como función del amortiguamiento en pH**

1. Verter en un tubo de ensaye una alícuota de 1 mL de CuCl_2 0.01M. Anotar las características físicas del sistema (sistema A).



2. Al sistema A agregar, gota a gota, NaOH 0.1M, agitando continuamente, hasta la aparición de un precipitado (turbidez notablemente apreciable).

Una vez que esto ocurra, anotar las características físicas del sistema y medir el pH (sistema B)*.

3. Al sistema B adicionar, gota a gota, HCl 0.1M hasta la desaparición total del precipitado. Una vez que esto ocurra, anotar las características físicas del sistema y medir el pH (sistema C) *.

B) Solubilidad del Fe (III) como función de un sólo amortiguamiento en pH

1. En un tubo de ensaye colocar una alícuota de 1mL de FeCl_3 0.01 M. Anotar las características físicas del sistema (sistema A).
2. Con agitación continua, agregar gota a gota al sistema A NaOH 0.1M, una vez formado el precipitado (turbidez notablemente apreciable). Anotar las características físicas del sistema y registrar el pH (sistema B)*.
3. Agregar al sistema B, gota a gota, HCl 0.1M hasta la desaparición total del precipitado. Anotar las características físicas del sistema y medir el pH (sistema C)*.

Parte 2

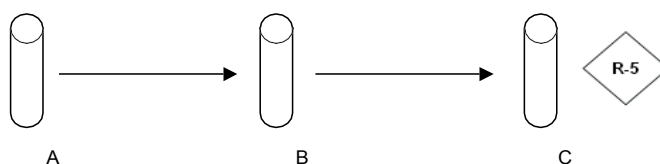
Precipitación selectiva dependiente del pH

1. En un tubo de ensaye colocar 0.5 mL de FeCl_3 0.01M y 0.5 mL de CuCl_2 0.01 M.
2. Agregar, gota a gota, NaOH 0.1M hasta la aparición del primer precipitado, anotar las características físicas del sistema y medir el pH*.

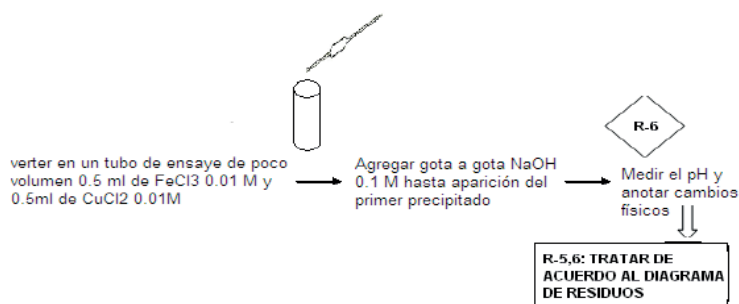
* La medición del pH en cada sistema de estudio se llevará a cabo utilizando tiras de papel y - comparando su color con la escala que proporcionará el asesor. En este caso, se recomienda la medición del pH con tiras de papel, ya que en el tubo no cabe el electrodo combinado, además de que el electrodo tendría que ajustarse con buffers que abarquen tanto la zona alcalina como la ácida, y este proceso le lleva mucho tiempo al alumno y, por lo tanto, lo distrae del proceso substancial de estudio.

Procedimiento esquematizado

Parte 1



A) Solubilidad del Cu (II)	1 mL CuCl_2 0.01M	Anotar la apariencia física del sistema	Gota a gota NaOH 0.1M hasta observar un precipitado	Medir pH y anotar cambios físicos	Gota a gota HCl 0.1M hasta que desaparezca el precipitado	Medir pH y anotar cambio físico
B) Solubilidad del Fe (III)	1 mL FeCl_3 0.01 M					



V. Resultados

Parte 1

Tabla 1. Solubilidad del Cu (II) como función de un sólo amortiguamiento en pH

Sistema	Características físicas del sistema	pH	Equilibrio de disolución o precipitación (según lo observado)
A			
B			
C			

Tabla 2. Solubilidad del Fe (III) como función de un sólo amortiguamiento en pH

Sistema	Características físicas del sistema	pH	Equilibrio de disolución o precipitación (según lo observado)
A			
B			
C			

Parte 2

Tabla 3. Precipitación selectiva dependiente del pH

Características físicas del sistema	pH	Características del precipitado

Observaciones

VI. Informe de trabajo. (Instrucciones para elaborar el reporte)

Puntos mínimos que debe contener

El Informe de trabajo debe incluir: objetivos particulares, introducción, procedimiento experimental (diagrama de flujo, dibujos, etc.), resultados experimentales (tablas, dibujos, etc.) análisis de resultados, observaciones, conclusiones, y referencias bibliográficas y ejercicios de consolidación. (1punto)

Incluir los siguientes aspectos para el análisis de resultados:

Para la parte I, proponer los equilibrios representativos (a pH ácido y básico medido) de disolución de los sólidos formados que tienen lugar en cada caso. (1 punto)

- a) Calcular las K_s' y el PI (producto iónico), en pH ácido y básico, para el sistema del Cu(II) y concluir al comparar estos valores, acerca del pH donde es más soluble. (2 puntos)
- b) Calcular las K_s' y el PI (producto iónico), en pH ácido y básico, para el sistema del Fe(III) y concluir al comparar estos valores, acerca del pH donde es más soluble. (2 puntos)
- c) Hacer una tabla comparativa del valor de solubilidad condicional para ambos metales, considerando el pH al que se llegó en cada sistema. (1 punto)

Para la parte II, discutir la influencia del pH en la solubilidad condicional en la formación de los precipitados y decir si se puede considerar la separación por ajuste del pH. (1 punto)

Ejercicios de consolidación (2 puntos)

1. Se tiene una solución que contiene Fe(II) 0.1M a la cual se agrega NaOH, el sólido que se formó es $\text{Fe}(\text{OH})_2 \downarrow$ y se le agrega HCl hasta llegar a un pH = 4.0.

- Plantear el equilibrio representativo de disolución y calcular la solubilidad condicional a ese pH.
 - Considerando el mismo sólido y sabiendo que se establece el siguiente equilibrio a $\text{pH} = 10$: calcular la solubilidad condicional

$$\text{H}^+ + \text{Fe}(\text{OH})_2 \downarrow \rightarrow \text{Fe}(\text{OH})^+ + \text{H}_2\text{O}$$
2. En comparación con los puntos anteriores ¿a qué pH es más soluble el sólido?

Datos:

Complejos de Fe(III)

Complejos de Cu(II)

Complejos de Fe(II)

Ligando	Log β_1	Log β_2	Log β_1		Log β_1	
OH ⁻	11.0	21.7	6.0		4.5	

$\text{Fe}(\text{OH})_3 \downarrow$ pKs = 38.2

$\text{Cu}(\text{OH})_2 \downarrow$ pKs = 18.6

$\text{Fe}(\text{OH})_2 \downarrow$ pKs = 15.1

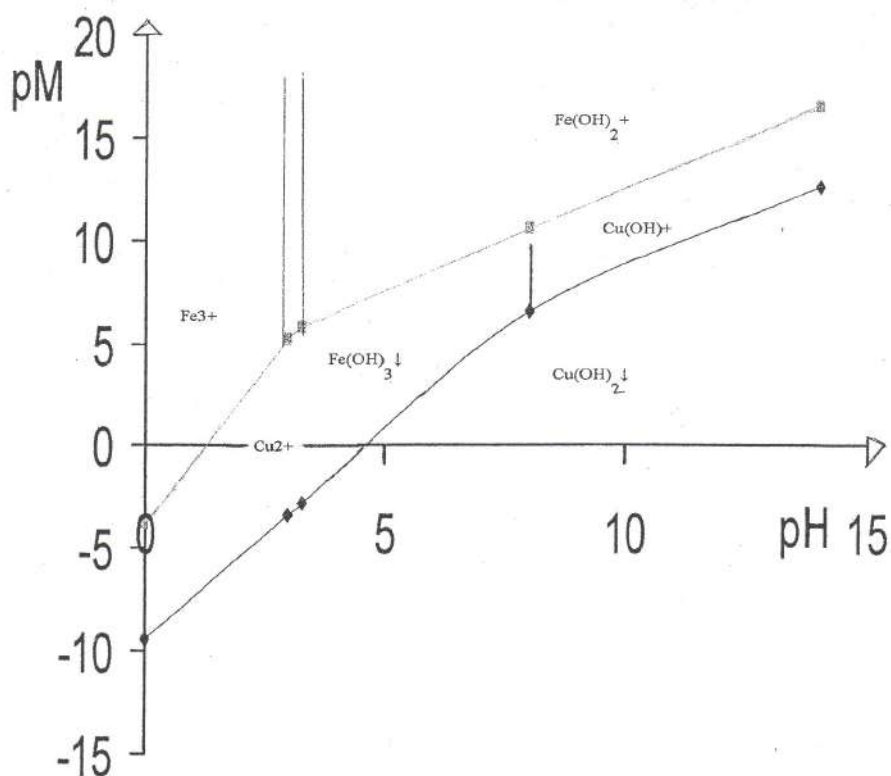


Figura 1. Diagrama de existencia predominio $\text{pM} = f(\text{pH})$ para Cu(II) y Fe(III).

PRÁCTICA 4

Separación de Cr(III) y su cuantificación por gravimetría

I. Objetivo

- a) Realizar la separación de Cr (III) a partir de una muestra de residuos de Cr (VI), seleccionando las condiciones químicas de pH apropiadas para efectuar la separación por precipitación y utilizarla como una medida de protección al medio ambiente.
- b) Cuantificar el contenido del Cr (III) formado a partir de la reducción del Cr (VI) haciendo uso de un método gravimétrico para analizar la utilidad de los equilibrios de solubilidad- precipitación en Química Analítica.

II. Introducción

Los compuestos de cromo pueden presentarse en estados de oxidación +2, +3 y +6. La más importante, en cuanto a sus efectos en la salud humana, es la trivalente, ya que tiene un papel esencial en el metabolismo de los lípidos e hidratos de carbono, algunos de sus complejos participan en la acción de la insulina, la ausencia de Cr (III) provoca intolerancia a la glucosa.

La forma hexavalente Cr (VI) es agente muy oxidante y carcinógeno potente, absolutamente tóxico en el crecimiento bacteriano, actúa compitiendo con el hierro para unirse a la apotransferrina, por lo que la OMS recomienda una concentración máxima de 0.05 mg/L en aguas de consumo; por ello, a nivel local puede controlarse la emisión de sustancias nocivas de Cr(VI) en los centros donde se generan, estableciendo procesos de tratamiento como protección al ambiente.

El análisis gravimétrico se basa en la formación de un producto insoluble (sólido) que puede ser pesado y cuya masa puede relacionarse con la del analito; es decir, con la especie que se analiza. Es un procedimiento de separación selectiva, si se mantienen las condiciones químicas adecuadas y se utiliza el agente precipitante sugerido correctamente. El producto ideal de un análisis gravimétrico debe ser muy

insoluble, fácilmente filtrable, muy puro y de composición conocida y constante, por ello utilizaremos esta metodología para separar el Cr (VI) de residuos.

III. Cuestionario previo (actividades previas a la práctica)

1. Se tiene una solución de Cr (III) a pH = 7* y se le agrega KOH suficiente para que todo el cromo precipite como Cr (OH)₃↓ *(utilizar el diagrama anexo pCr (III)' = f(pH))

- Escribir el equilibrio generalizado de precipitación que tiene lugar a ese pH (1 punto)
- Escribir el equilibrio representativo de precipitación que tiene lugar a ese pH (2 puntos)

2. Se tiene 50 mL de una solución que contiene Cr (III) a la cual se le adiciona 50 mL de KOH 0.1M, considerando que todo el cromo se precipitó y dicho sólido tuvo una masa de 0.2534 g ¿cuál es la concentración inicial de Cr (III) en la solución analizada?

Considerar que se está analizando por gravimetría (ver introducción). (4 puntos)

3. Investigar las ventajas ecológicas de tratar los residuos de Cr (VI). (1 punto)

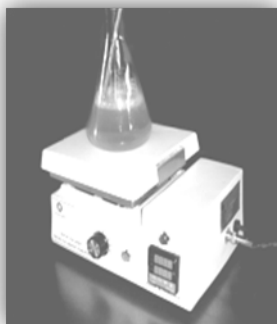
IV. Parte experimental

MATERIAL POR EQUIPO	REACTIVOS
2 vasos de precipitados de 50 mL	Solución problema: residuos de Cr (VI)
1 embudo de vidrio con papel Whatman del 2	
1 pipeta volumétrica de 10 mL	Etanol 90% (alcohol comercial) 
2 pipetas graduadas de 2 mL	

1 espátula 1 termómetro 1 parrilla con agitador magnético c/barra	Reactivo analítico de carbonato de sodio (Na_2CO_3) sólido 
1 pipeta volumétrica de 3 mL 2 vidrios de reloj Tiras reactivas de pH	Solución de ácido sulfúrico (H_2SO_4) 1.2M 
1 piseta con agua destilada	Agua destilada
1 soporte con pinzas	KOH 0.5 M 

Procedimiento

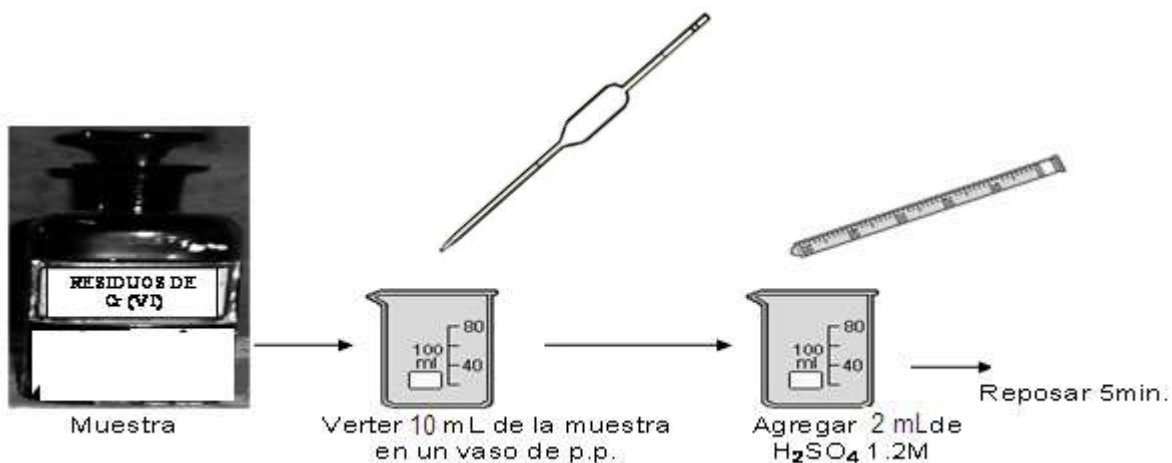
1. Verter con una pipeta volumétrica 10 mL de la solución problema [residuos de Cr (VI) y Cr (III)] en un vaso de precipitados de 50 mL, adicionar 2 mL de H_2SO_4 1.2 M y dejar reposar por cinco minutos.

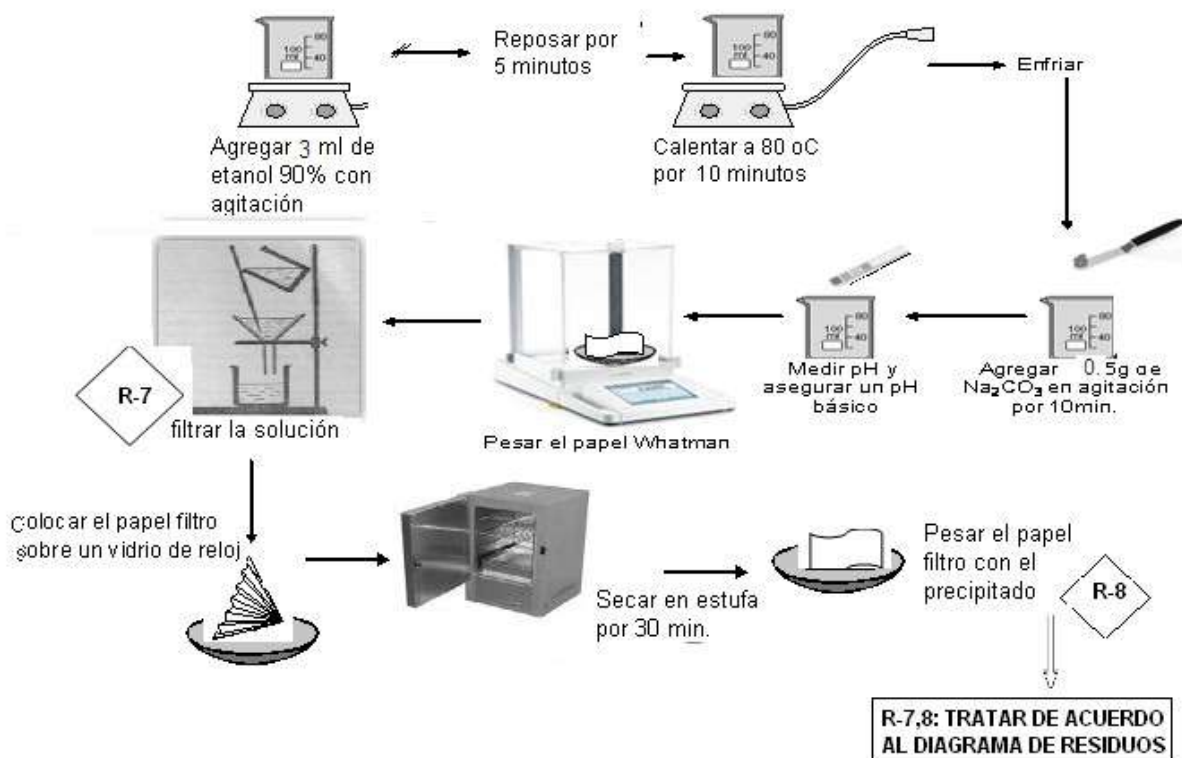


2. Agregar 3 mL de etanol comercial al 90% con agitación mecánica constante y reposar a temperatura ambiente durante cinco minutos.
3. Posteriormente, calentar sobre una parrilla a 80°C con agitación mecánica constante durante diez minutos. (Nota: Se puede observar la transformación de Cr (VI) amarillo a la sal de Cr (III) verde).

4. Enfriar y agregar aproximadamente 0.5 g de Na_2CO_3 lentamente y con cuidado (ya que es efervescente) con agitación mecánica constante por diez minutos. Agregar 1 mL de KOH 0.5 M y medir pH con tira reactiva, para asegurar que se llegó a un pH básico ($\text{pH} > 8$), en el cual se logra la precipitación total del cromo (III). En caso contrario, adicionar 0.5 g de Na_2CO_3 . (solución heterogénea).
5. Pesar el papel Whatman del 2 sobre un vidrio de reloj en la balanza analítica y anotar la masa en la tabla de resultados.
6. Filtrar la solución heterogénea formada con ayuda de un embudo y utilizando el papel Whatman de 1, cuya masa fue previamente determinada en la balanza analítica.
7. Colocar el papel filtro con el precipitado sobre el vidrio de reloj y secar en la estufa a aproximadamente 100°C durante 30 minutos, hasta que el precipitado obtenido esté totalmente seco.
8. Pesar el papel filtro junto con el vidrio de reloj con exactitud en la balanza analítica para determinar la masa del precipitado por diferencia de masas.

Procedimiento esquematizado





V. Resultados

Tabla 1. Resultados experimentales

Volumen exacto de solución problema analizado	
Masa del papel Whatman del 2 + vidrio de reloj	
Masa del papel con el sólido + vidrio de reloj	
Masa exacta del sólido	

Observaciones

VI. Informe de trabajo. Instrucciones para elaborar el reporte

Puntos mínimos que debe contener

El informe de trabajo debe incluir: objetivos particulares, introducción, procedimiento experimental (diagrama de flujo, dibujos, etc.), resultados experimentales, análisis de resultados, observaciones, conclusiones y referencias bibliográficas. (2 puntos)

Incluir los siguientes aspectos en el análisis de resultados:

- a) El equilibrio representativo balanceado de la reacción de reducción del Cr (VI) a Cr (III). (1 punto)
- b) El equilibrio representativo de la reacción de precipitación del Cr (III). (1 punto)
- c) Calcular la $K_{eq'}$ de ambas reacciones. (1 punto)
- d) Calcular la $K_{s'}$ del $\text{Cr}(\text{OH})_3 \downarrow$ al pH que se obtiene el precipitado y discutir el efecto del pH sobre la solubilidad. (2 puntos)
- e) Determinar la concentración molar de Cr (III) en la solución tratada y la molaridad del Cr(VI) en la solución problema (considere que toda el Cr (III) proviene del Cr (VI)). (3 puntos)

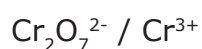
Datos:

Complejos de Cr (III)

Ligando	$\text{Log } \beta_1$	$\text{Log } \beta_2$
OH-	10.2	18.3



$$E^\circ = 0.18 \text{ V}$$



$$E^\circ = 1.33 \text{ V}$$

Diagrama $\text{pCr} = f(\text{pH})$

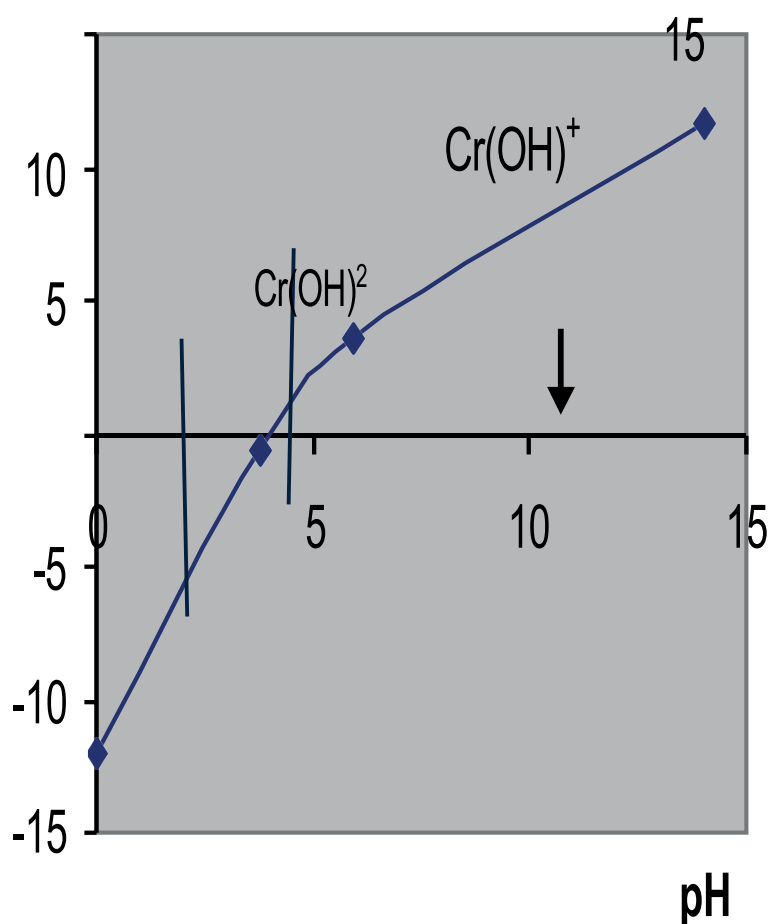


Figura 1. Diagrama de existencia predominio $\text{pCr}(\text{III})' = f(\text{pH})$

Primera serie de ejercicios

1. El ácido glutámico es un amino-ácido no esencial que además de formar parte de las proteínas, interviene en numerosos procesos metabólicos, se puede determinar mediante la formación del complejo con $\text{Cu}(\text{II})$.

Se desea estudiar la estabilidad del complejo 0.001M a pH = 3.0, 10

- Plantear el equilibrio representativo de disociación del complejo y calcular la K_c en cada pH
- ¿A qué pH es más estable?

Datos: H_3L^+ $pK_a(s) = 2.3, 4.3, 9.7$ $CuLpK_c = 8.4$ $Cu(OH)^+ \log \beta_1 = 6.0$
 ác.glutámico = $(COOH(CH_2)CH(NH_3)COOH = H_3L^+$

- Una empresa oferta en el mercado agua mineral, que indica: C a 125 mg/Lt como se desea verificar este contenido, se realiza el siguiente análisis:

Se toman 50 mL del producto y se adicionan un Buffer pH = 9.0 y se titula con EDTA = 0.0157 M, utilizando para llegar al punto de equivalencia 9.5 mL:

- Plantear el equilibrio representativo de valoración.
- Calcular los mg/Lt de Ca en el agua analizada.
- Si el contenido de Ca es de 115-135 mg/ Lt para su venta, ¿se autorizaría este lote?

Datos:

$Ca(OH)^+ \log \beta_1 = 1.3$ $pK_a(s) H_4Y = 2.0, 2.7, 6.4, 10.3$ $CaY^{2-} pK_c = 10.7$

- Para determinar cobre en un fertilizante se pesan 1.95 g después de tratarse se aforó a 100 mL, de esta solución se tomó 10 mL, se le añaden 5 mL de un buffer acético/acetato 1.0 M pH= 4.5, valorando con EDTA 0.01 M, de la cual se utilizaron 9.2 mL.
 - Establezca el equilibrio generalizado y representativo de valoración calculando su K_{eq}' .
 - Determine el porcentaje de Cu en el fertilizante.
 - Calcular el pCu en el punto de equivalencia.

Datos: Diagrama $pAc' = f(pH)$

$pK_a(s) \text{ H}_4Y = 2.0, 2.7, 6.4, 10.3$ $pK_a \text{ CuHY} = 3.0$ $pK_a \text{ HAc} = 4.57$

Complejos de Cu(II)

Ligante	$\text{Log } \beta_1$	$\text{Log } \beta_2$	$\text{Log } \beta_3$	$\text{Log } \beta_4$
OH ⁻	6.3	12.8	14.5	15.6
Ac	1.71	2.71	3.2	2.9
Y	18.8	---		

Ac = acetato Y = EDTA

4. Se tienen 100 mL de una muestra que contiene Fe (III) cuyo $pH = 2.5$ y se le adicionan 10 mL de Na_3PO_4 0.1M, el sólido obtenido se filtra, seca y pesa 0.5382 g
- a) ¿Cuál es el equilibrio representativo de precipitación?
- b) Calcular la concentración del Fe (III) en la muestra.

Datos: PA Fe = 55.8, P=30.97, O=16 g/mL

$\text{FePO}_4 \downarrow$ $pK_s = 38.6$ $\text{Fe(OH)}_3 \rightleftharpoons \text{Fe}^{3+} + 3\text{OH}^-$ $\log \beta_1 = 11.0, \log \beta_2 = 21.7$ H_3PO_4
 $pK_a(s) = 2.0, 7.2, 12.3$

5. Calcular la solubilidad condicional del $\text{CaC}_2\text{O}_4 \downarrow$ a $pH = 7.4$

Datos: $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ $pK_a(s) = 1.25, 4.12$ $\text{CaC}_2\text{O}_4 \downarrow$ $pK_s = 8.7$ $\text{Ca(OH)}_2 \rightleftharpoons \text{Ca}^{2+} + 2\text{OH}^-$ $\log \beta_1$

PRÁCTICA 5

Efecto del pH en la estabilidad del ión triyoduro

I. Objetivos

- Estudiar el efecto del medio en los equilibrios de óxido-reducción del ión triyoduro y en sus parámetros afines bajo el modelo de estudio: equilibrios representativos y constantes de equilibrio condicionales.
- Sentar las bases de cálculo e interpretación de las propiedades características de este tipo de equilibrios químicos presentes en el sistema de identificación o cuantificación en el área de estudio.

II. Introducción

Los sistemas de óxido-reducción se pueden clasificar en función de los potenciales normales de reducción (E°) y, así, comparar la fuerza oxidante o reductora. Los sistemas cuyo potencial es grande funcionan como oxidante fuerte. Sin embargo, el pH del medio de reacción puede tener un papel importante en el avance de la reacción redox. En diversas reacciones de este tipo intervienen protones, y, en tal caso, se debe tener en cuenta un potencial normal aparente o condicional (E°'); así, por ejemplo, para el sistema $\text{MnO}_4^- / \text{Mn}^{2+}$ le corresponde la siguiente semirreacción o reacción de semicelda, en este caso, de reducción:



La expresión de la Ley de Nernst correspondiente sería:

$$E^\circ' = E^\circ + \frac{0.059}{5} \log \frac{[\text{MnO}_4^-][\text{H}^+]^8}{[\text{Mn}^{2+}]}$$

Que al dejar la expresión la función de pH queda de la siguiente forma:

$$E^{\circ'} = E^{\circ} - 0.0944pH + \frac{0.059}{5} \log \frac{[MnO_4^-]}{[Mn^{2+}]}$$

Si se consideran las concentraciones de $[MnO_4^-] = [Mn^{2+}] = 1M$, finalmente queda que: $E^{\circ'} = E^{\circ} - 0.0944pH$. En consecuencia, el MnO_4^- es más fuerte como oxidante si la acidez del medio se incrementa, ya que $E^{\circ'}$ aumenta. Asimismo, existe una infinidad de pares redox que se ven afectados, de manera análoga, a este sistema.

III. Cuestionario previo (actividades previas a la práctica)

1. Establecer el equilibrio de semirreacción balanceada para el sistema. (2 puntos)
a) BrO_3^- / Br_2 $E^{\circ} = 1.51 V$ b) Br_2 / Br^- $E^{\circ} = 1.07 V$
2. Proponer la expresión de la Ley de Nernst para cada caso. (2 puntos)
3. Escriba la escala de predicción de reacciones para estos sistemas. (2 puntos)
4. Escriba la reacción de dismutación del Br_2 balanceada mencionando la estabilidad del anfolito. (4 puntos)

IV. Parte experimental

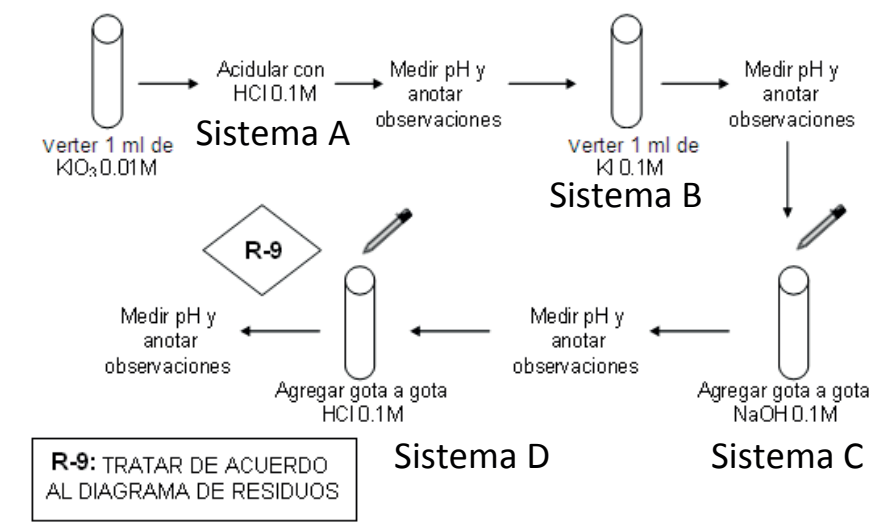
MATERIAL POR EQUIPO	REACTIVOS
2 pipetas graduadas de 1 mL	Solución de ácido clorhídrico (HCl) 0.1M  
3 tubos de ensaye de poco volumen	Solución de hidróxido de sodio (NaOH) 0.1M 
1 vaso de precipitados de 50 mL	Solución de yodato de potasio (KIO_3) 0.01M  
1 piseta con agua destilada tiras de papel pH	Solución de yoduro de potasio (KI) 0.1M 

Procedimiento

1. En un tubo de ensaye verter 1 mL de KIO_3 0.01M, acidular con HCl 0.1M (agregando 5 gotas) anotar sus observaciones y medir el pH (sistema A)*.
2. Al sistema A agregar 1 mL de KI 0.1M, anotar sus observaciones y medir el pH (sistema B)*.
3. Al sistema B agregar gota a gota NaOH 0.1M hasta tener la solución totalmente incolora, anotar las observaciones y medir el pH (sistema C)*.
4. Al sistema C adicionar, gota a gota, HCl 0.1M (el asesor indicará hasta qué momento detener la adición), anotar las observaciones y medir el pH (sistema D)*.

*La medición del pH en cada sistema de estudio se llevará a cabo utilizando tiras de papel y comparando su color con la escala que proporcionará el asesor.

Procedimiento esquematizado



V. Resultados

Tabla 1. Resultados experimentales

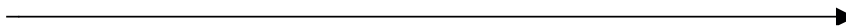
Sistema	Observaciones	pH
A		
B		
C		
D		

Tabla 2. *Estudio del efecto del pH en la estabilidad del I_3^-

Sistema	pH medido	Plantear las especies o el equilibrio representativo de reacción redox que se establece (balanceado)	Establecer la función $E^{\circ'} = f(\text{pH})$ para cada semirreacción
A			
B			
C			
D			



Trazar el diagrama $E^{\circ'} = f(\text{pH})$



VI. Informe de trabajo. Instrucciones para elaborar el reporte

Puntos mínimos que debe contener

El informe de trabajo debe incluir: objetivos particulares, introducción, procedimiento experimental (diagrama de flujo, dibujos, etc.), resultados experimentales, análisis de resultados, observaciones, conclusiones y referencias bibliográficas, y, en su caso, ejercicios de consolidación anexos. (1 puntos)

Incluir los siguientes aspectos en el análisis de resultados:

- a) Importancia del I_2 (yodo- yodurado o I_3^-) en el área clínica. (1 punto)
- b) Escribir la reacción balanceada que se lleva a cabo en el sistema B. (1 punto)
- c) Trazar el Diagrama tipo Pourbaix $E^\circ' = f(\text{pH})$ para los sistemas $IO_3^- / I_3^- / I^-$ (2puntos)
- d) Establecer el equilibrio representativo de dismutación que tiene lugar a un $\text{pH}=3$ y 12 , calculando la K_{eq}' (2 puntos)
- e) Discutir sobre la influencia del pH en la estabilidad del anfolito y justificar a qué intervalo de pH es estable el I_3^- como anfolito. (1 punto)

Ejercicios de consolidación (2 puntos)

1. Establecer con base en una escala de predicción de reacción en función de E°' , la reacción que se establece cuando:
 - a) Se mezcla IO_3^- con $S_2O_3^{2-}$ a $\text{pH}=3$.
 - b) Se mezcla IO_3^- con $S_2O_3^{2-}$ a $\text{pH}=12$.

2. Calcular la K_{eq}' para las reacciones anteriores.

Datos:



PRÁCTICA 6

Determinación de ácido ascórbico en jugo de naranja y tabletas con yodo estandarizado a pH ácido

I. Objetivos

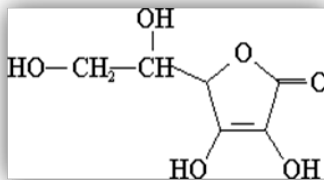
- Que el alumno reconozca y calcule las condiciones de amortiguamiento en el sistema de valoración para que mediante éstas, y el uso de escalas de zonas de predominio, establezca las especies representativas del equilibrio de valoración redox.
- Que se calcule la K_{eq} de la reacción de valoración para verificar si es cuantitativa y confiable en esta determinación de vitamina C.
- Que se determine la cantidad de vitamina C (ácido ascórbico) en una muestra de interés (jugo de naranja) mediante una valoración redox.

II. Introducción

Una titulación redox se basa en una o varias reacciones de óxido-reducción. En esta práctica el ácido ascórbico (vitamina C), presente en el jugo de naranja, se disuelve en ácido y reacciona con I_3^- (formado con la mezcla de IO_3^- y I^-). El grado en que ocurre la reacción es evaluado indirectamente por la constante de equilibrio de formación condicional (el efecto del pH en la titulación es un parámetro a considerar en el amortiguamiento del medio de reacción).

La vitamina C o *enantiómero L*, del ácido ascórbico es un nutriente esencial para los primates superiores y un pequeño número de otras especies. La presencia de esta vitamina es requerida para un cierto número de reacciones metabólicas en todos los animales y plantas, y es creada internamente por casi todos los organismos, siendo los humanos una notable excepción. Es ampliamente sabido que

su deficiencia causa escorbuto en humanos, de ahí el nombre de ascórbico que se le da a éste ácido. Es también ampliamente usado como aditivo alimentario, anti-oxidante y cofactor en varias reacciones enzimáticas.



III. Cuestionario previo (actividades previas a la práctica)

1. Investigar en qué consiste una valoración redox. (1 punto)
2. Investigar los requisitos de un reactivo para ser utilizado como valorante. (1punto)
3. Anotar en la siguiente tabla las especificaciones de los reactivos analíticos que empleará en la sesión experimental (consultar en el laboratorio L-101). (2 puntos)

Nombre del reactivo	Fórmula y masa molecular	Ensayo o pureza	Densidad o gravedad específica
Ácido acético			
Yodato de potasio			
Yoduro de potasio			
Ácido sulfúrico			
Hidróxido de sodio			

4. Efectuar los cálculos para preparar 100 mL de una solución de I_3^- 0.002M y describir su preparación experimental (a partir de yodato de potasio y yoduro de potasio). (3 puntos)
5. Predecir y balancear la reacción de valoración de ácido ascórbico con I_3^- . (3 puntos)

IV. Parte experimental

MATERIAL POR EQUIPO	REACTIVOS
3 vasos de precipitados (p.p.) de 10 mL (o vasos de volumen pequeño)	Muestra de interés: jugo de naranja y tabletas efervescentes que contengan ácido ascórbico
2 vasos de precipitados de 50 mL	Buffer de acetatos pH=3.5
1 embudo y papel filtro	Solución de hidróxido de sodio (NaOH)
1 agitador magnético con barra	
2 pipetas volumétricas de 3 mL	Indicador de almidón al 1%
1 bureta de 25 mL	Solución de ácido sulfúrico (H_2SO_4) 0.3M
1 matraz volumétrico de 50 mL	
1 mortero con pistilo	
1 soporte con pinzas	Solución de yodo (I_3^-) estandarizada 0.003M
Tiras de papel pH	
1 piseta	

Procedimiento

a) Preparación del problema

- *Muestra de interés: Jugo de naranja (u otro jugo proveniente de un cítrico):* Exprimir dos naranjas obteniendo el jugo en un vaso de precipitados de 50 mL a través de un colador. Filtrar el jugo obtenido lo más rápido posible empleando un embudo y papel filtro, recolectar el filtrado en un frasco color ámbar (solución problema).



Exprimir 2 naranjas y recolectar en un vaso de p.p.

Recolectar el filtrado



(muestra problema)



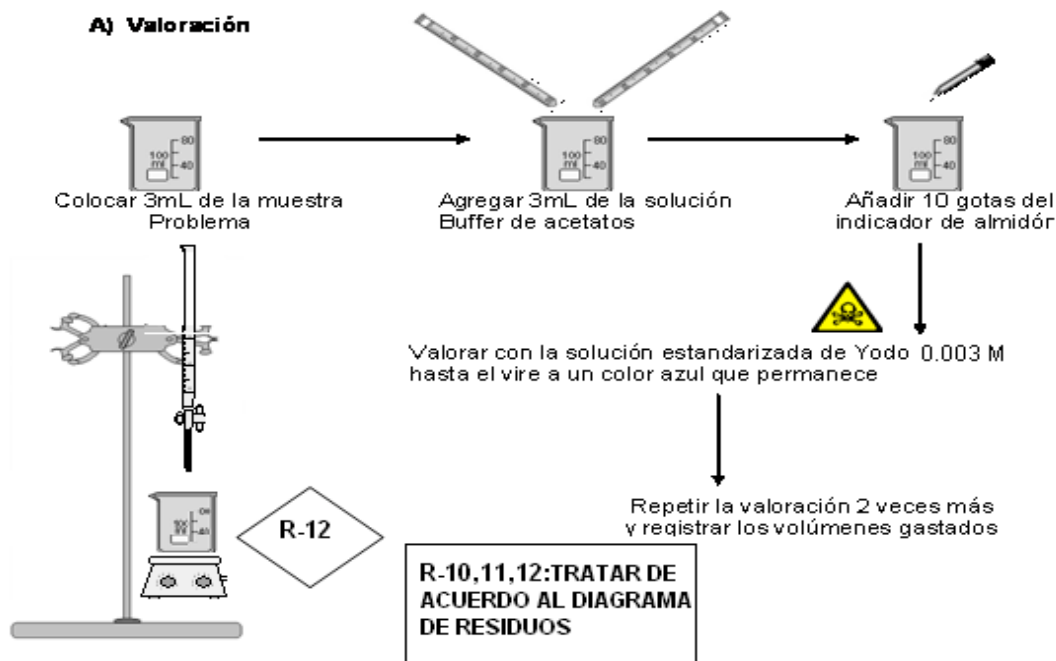
- *Muestra de interés: Tabletas efervescentes:* Pesar, de una en una, al menos 3 tabletas y calcular el peso promedio de una tableta. Pulverizar finamente en un mortero una tableta y pesar 50 mg del polvo en un vaso de precipitados de 50 mL. Agregar, gota a gota, con cuidado, H_2SO_4 0.3M hasta que deje de burbujear, finalmente, aforar con agua destilada (hacer uso de un matraz volumétrico de 50 mL) (solución problema).

Nota: La solución de H_2SO_4 0.3M se emplea para neutralizar a los carbonatos presentes en las tabletas efervescentes, y el volumen y la concentración empleada es suficiente para neutralizar a los carbonatos y no generar un exceso considerable que pudiera interferir en el amortiguamiento del buffer de acetatos.



b) Valoración

1. En un vaso de precipitados de 10 mL (o vaso de volumen pequeño) agregar 3 mL de la *solución problema* medidos con una pipeta volumétrica y adicionar 3 mL de la solución buffer de acetatos pH = 3.5.
2. Agregar 10 gotas del indicador de almidón al 1%.
3. Proceder a la valoración agregando, gota a gota, y con agitación constante, la solución estandarizada de yodo 0.003M, hasta que vire a un color azul que permanece.
4. Anotar el volumen gastado de la solución estandarizada de yodo.
5. Repetir los pasos desde el 1 hasta el 4 dos veces más; con la finalidad, de realizar la valoración de la muestra de interés por triplicado.



V. Resultados

Tabla 1. Resultados experimentales (para el jugo del cítrico empleado)

Volumen gastado de la solución estandarizada de yodo 0.002M	1ª valoración: $V_1 =$ _____
	2ª valoración: $V_2 =$ _____
	3ª valoración: $V_3 =$ _____

Promedio ($\bar{X}$) = _____

Desviación estándar (STD) = _____

% Desviación estándar relativa (% RSD)* = _____

Tabla 2. Resultados experimentales (para el análisis de tableta)

Volumen gastado de la solución estandarizada de yodo 0.002M	1ª valoración: $V_1 =$ _____
	2ª valoración: $V_2 =$ _____
	3ª valoración: $V_3 =$ _____

Promedio ($\bar{X}$) = _____

Desviación estándar (STD) = _____

% Desviación estándar relativa (% RSD)* = _____

*Conocido también como coeficiente de variación (C.V.), se calcula con la fórmula:

$$\% RSD = \left(\frac{STD}{\bar{X}} \right) \cdot 100$$

Y no debe ser mayor al 3 %, en el caso de métodos fisicoquímicos como la valoración del efervescente, y mayor al 5 %, en el caso de métodos biológicos como la valoración del jugo de naranja. Esto ayudará a que los alumnos evalúen la calidad de su trabajo experimental, además de que el profesor podrá ver avances respecto al inicio del curso y al final de éste. Adicionalmente, los alumnos se acostumbrarán a la forma correcta de reportar un resultado.

VI. Informe de trabajo. Instrucciones para elaborar el reporte

Puntos mínimos que debe contener

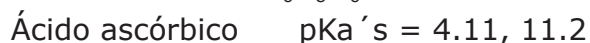
El informe de trabajo debe incluir: objetivos particulares, introducción, procedimiento experimental (diagrama de flujo, dibujos, etc.), resultados experimentales, análisis de resultados, observaciones, conclusiones y referencias bibliográficas.

(1 punto)

Incluir los siguientes aspectos para el análisis de resultados:

- a) Una tabla con las soluciones empleadas y sus concentraciones exactas. (1 punto)
- b) Anotar el pH amortiguado en el sistema de valoración y con este plantear los equilibrios representativos efectuados en la valoración. (2 puntos)
- c) Calcular el valor de la K_{eq} de cada reacción. (2 puntos)
- d) Determinar los mg de ácido ascórbico/100 mL de jugo y los mg/tableta. (3 puntos)
- e) Investigar las propiedades metabólicas del ácido ascórbico y de su contenido promedio en jugos naturales. (1 punto)

Datos:



PRÁCTICA 7

Determinación de fluoruros en pasta dental mediante una curva de calibración potenciométrica

I. Objetivos

- a) Conocer el funcionamiento de los electrodos ión-específicos mediante su empleo y aplicación en un método analítico, y de esta manera adquirir la destreza en la correcta forma de calibración del potenciómetro y en el manejo adecuado en la obtención de resultados confiables al utilizar este tipo de instrumentos.
- b) Cuantificar el fluoruro de sodio en una muestra por medio de una curva de calibración potenciométrica con uso de un electrodo específico de flúor, en medio amortiguado de pH, para analizar la aplicación de este tipo de métodos analíticos en bioquímica clínica.

II. Introducción

Las *curvas de calibración*, estándares o patrón implican el uso de instrumentos ópticos y electrónicos para las mediciones, no del constituyente como tal, sino de alguna propiedad (respuesta), como: absorbancia, potencial, fluorescencia, radiactividad, área de pico, etc., la cual puede ser atribuida al analito de manera directa o indirecta.

Se preparan diluciones de un reactivo estándar concentrado (stock) de la misma naturaleza del analito a determinar en la muestra, en un intervalo de concentraciones en el que se supone se halla la concentración del analito en la muestra o en las diluciones de ésta. Se colocan en el instrumento de medición y se obtiene una respuesta P para cada dilución del estándar y la muestra. Los resultados se grafican $P = f$ (concentración de cada dilución del estándar). Suponiendo una respuesta lineal y proporcional a la concentración del analito, ya que muchos instrumentos tienen este tipo de respuesta (la inspección gráfica nos dará la seguridad de esto),

se efectúa la regresión lineal para determinar la línea recta que exprese mejor el comportamiento de la misma. La *interpolación* de la señal de la muestra (o su dilución) en la recta, permite conocer la concentración del analito de interés en la solución problema.

El método empleado en esta práctica describe el procedimiento a seguir para la determinación de fluoruros mediante la *técnica potenciométrica de ión selectivo*. Esta metodología se fundamenta en la utilización de un electrodo de ión-específico sensible al fluoruro. La diferencia de potencial desarrollada por este electrodo y la concentración de fluoruro se ajustan por la ecuación de Nernst, la cual permitirá calcular la concentración de soluciones incógnitas utilizando soluciones de referencia adecuadas. La concentración de fluoruros en la muestra, se determina por interpolación de la lectura obtenida en la curva de calibración.

III. Cuestionario previo (Actividades previas a la práctica)

1. Investigar qué es un electrodo ión-selectivo y cómo es su funcionamiento. (2 puntos)
2. Investigar los requisitos de un reactivo para emplearse como estándar. (1 punto)
3. Anotar las especificaciones de los reactivos analíticos del laboratorio L-101 que empleará durante la sesión experimental, y llenar la siguiente tabla. (2 puntos)

Nombre del reactivo	Marca	Presentación	Fórmula y masa molecular	Ensayo o pureza	Densidad (gravedad específica)
Ácido acético glacial					
Cloruro de sodio					
Citrato de sodio					
Hidróxido de sodio					
Fluoruro de sodio					
Ácido nítrico					

4. Efectuar los cálculos necesarios para preparar 250 mL de una solución de NaF 100 ppm y describir su preparación experimental. (3 puntos)

5. Definir una curva de calibración. (2 puntos)

IV. Parte experimental

MATERIAL POR EQUIPO	SOLUCIONES (ya se han preparado)
4 vaso de precipitados de 50 mL	Muestra de interés: pasta dental
pipeta volumétrica de 0.5, 1, 2, 3, 4, 5	Solución de ácido nítrico (HNO_3) al 10% 
2 pipetas volumétricas de 3 mL	
3 vasos de volumen pequeño	Solución de fluoruro de sodio (NaF) 70 ppm 
3 matraces aforados de 10 mL	Tampón de ajuste de fuerza iónica total
6 tubos de ensaye con gradilla	(buffer pH=6)
1 agitador magnético con barra	
1 perilla y una espátula	
1 probeta de 10 mL	
Potenciómetro con electrodo combinado ión-selectivo a fluoruros	
1 embudo con papel filtro	

Limpieza de material

Lavar perfectamente el material y enjuagar con HNO_3 al 10%, posteriormente enjuagar con abundante agua de la llave y finalmente con agua destilada y desionizada.

Nota: Todo material debe estar exento de fluoruro. Además, se recomienda utilizar contenedores pyrex para la solución *stock* de fluoruros, la cual es estable por no más de 6 meses.

Tratamiento de la muestra

Se pesan aproximadamente 0.05 g de pasta dental* tomada con una espátula en un vaso de precipitados de 50 mL, agregar 2 mL de NaOH con agitación magnética y 3 mL de Buffer de Fuerza iónica pH= 6 con agitación magnética, por 10 minutos, trasvasar a matraz de 10 mL y aforar con agua desionizada (solución problema). Pasar a un vaso de volumen pequeño para su medición.

*Nota: Verificar que en el marbete se indique contener fluoruro de sodio. Si la pasta dental tiene una presentación infantil, pesar 0.125 g

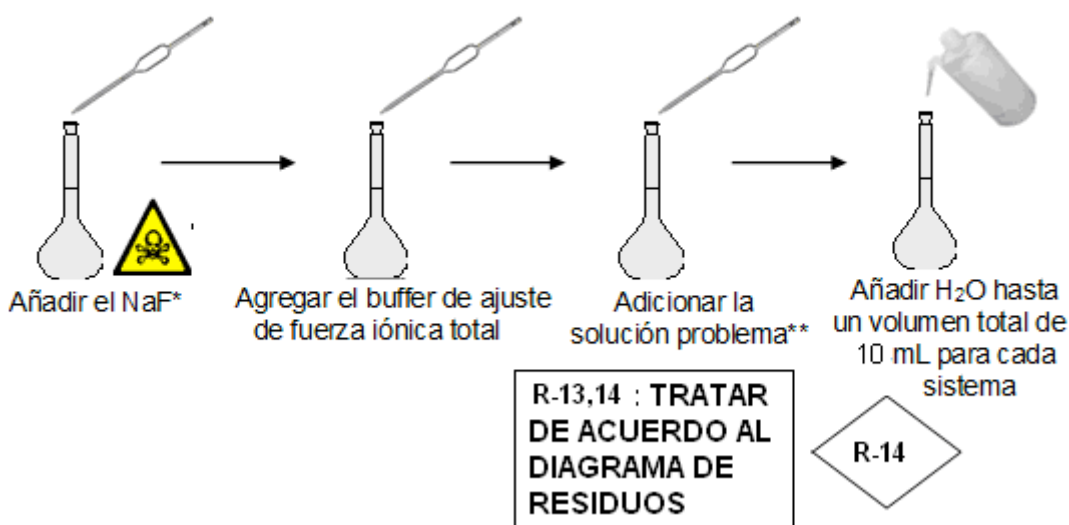
Preparación de la curva de calibración

Preparar los sistemas como lo indica la siguiente tabla. Cada sistema se preparará en un matraz volumétrico de 10 mL y se trasvasará después a un vaso de volumen pequeño para su medición.



Sistema	1	2	3	4	5	6
Solución de fluoruro de sodio 70 ppm (mL)	0.5	1	2	3	4	6
Buffer de fuerza iónica total (mL)	3	3	3	3	3	3
Aforo con agua desionizada (mL)	10	10	10	10	10	10

Nota: Usar pipetas volumétricas para tomar las alícuotas de la solución de fluoruro de sodio y de la solución problema. Considerar que la respuesta es lineal entre 0.2 a 200 ppm de NaF.

Procedimiento esquematizado**PREPARACIÓN DE LA MUESTRA****PREPARACIÓN DE CURVA DE CALIBRACIÓN**

*para el caso de los sistemas 1, 2, 3, 4, 5 y 6 (sistemas para la curva de calibración)

**para el caso único del sistema 7 (muestra problema)

Determinación potenciométrica

1. Efectuar el montaje del potenciómetro, calibrar previamente (cerrando el circuito con el cable correspondiente).
2. Introducir los electrodos en la disolución y ajustar la posición del vaso y la velocidad de agitación.
3. Medir el potencial de los sistemas* situando el potenciómetro en el modo de milivoltios (mV) y una vez estabilizada la lectura, proceder a su anotación.

*Se recomienda medir de la solución más diluida a la más concentrada (en fluoruros); en este caso no es necesario el lavado de los electrodos entre mediciones. Para el caso de las muestras problema, lavar los electrodos con agua destilada y secar suavemente antes de proceder a efectuar la siguiente determinación.

4. Calcular la concentración de fluoruro en molaridad de los sistemas 1 al 6, tomando en cuenta que el *stock* de fluoruro de sodio tiene unidades en ppm. Obtener el logaritmo negativo ($-\log$) de las concentraciones de fluoruro calculadas (recuerde que $-\log[F^-] = \text{pF}$). Representar en la gráfica 1 las lecturas de potencial en milivolts (mV) frente al pF' .

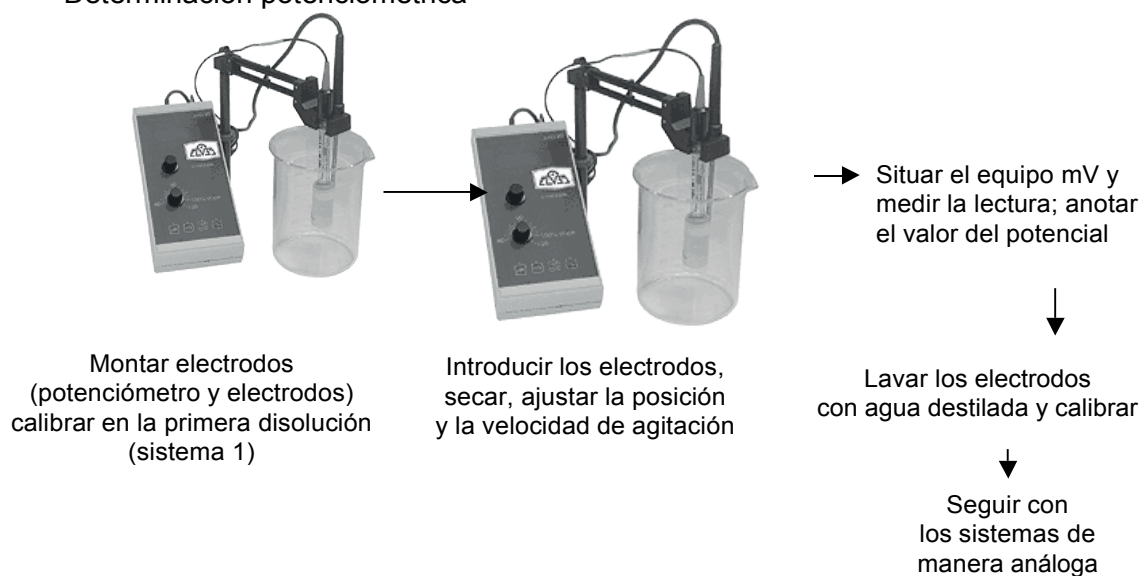
Nota: Para la mayoría de las muestras, la lectura se estabiliza en 1-2 minutos. La estabilización de las lecturas tarda más a concentraciones bajas.

Las muestras y los patrones deben estar a la misma temperatura para efectuar la determinación.

Almacenar los reactivos restantes de trabajo debidamente etiquetados. NO DESECHARLOS.

En caso de dar una lectura alta, en la muestra problema, con respecto al límite superior de la curva, entonces preparar otro sistema con mayor volumen de solución problema. Por el contrario, en caso de una lectura baja, colocar menor volumen de solución problema.

Determinación potenciométrica



V. Resultados

Tabla 1. Resultados experimentales (curva de calibración)

Sistema	1	2	3	4	5	6
Concentración molar de F						
pF'						
Lectura de potencial (mV)						

Tabla 2. Resultados experimentales (muestra problema)

Lectura en mV de la muestra problema (Sistema 7)	
---	--

Observaciones

VI. Informe de trabajo. Instrucciones para elaborar el reporte

Puntos mínimos que debe contener

El informe de trabajo debe incluir: objetivos particulares, introducción, procedimiento experimental (diagrama de flujo, dibujos, etc.), resultados experimentales, análisis de resultados, observaciones, conclusiones y referencias bibliográficas.
(2 puntos)

Incluir los siguientes aspectos para el análisis de resultados:

- a) Las tablas de resultados completas. (1 punto)
- b) Graficar la curva de calibración. (1 punto)
- c) La función de la gráfica de calibración, considerando la regresión lineal. (1 punto)
- d) Efectuar el cálculo de los mg/Kg (ppm) de fluoruro en la pasta y comparar con lo referido en el membrete del producto. (3 puntos)
- e) Investigar qué es la fuerza iónica y por qué hay que controlarla. (1 punto)
- f) Investigar aplicaciones a la determinación de fluoruros en otro tipo de muestras de interés en el área clínica. (1 punto)

Datos:

CH_3COOH $\text{pK}_a = 4.76$

F_2 / HF $E^\circ = 2.9 \text{ V}$

PRÁCTICA 8

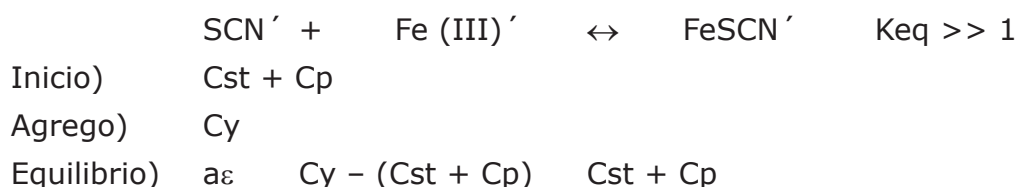
Determinación de tiocianato de potasio mediante una curva de adiciones patrón espectrofotométrica

I. Objetivo

- Identificar y calcular las condiciones químicas de trabajo (amortiguamiento), establecidas para la determinación de tiocianato en una muestra.
- Proponer la reacción representativa efectuada así como calcular su constante de equilibrio condicional, utilizando el modelo de equilibrios generalizados-representativos.
- Aplicar los conocimientos teóricos para llevar a cabo la cuantificación de SCN^- , mediante la preparación, la construcción y el uso de una curva de adiciones patrón.

II. Introducción

En los principios de preparación y trazo de una curva de adición patrón se considera que la respuesta analítica del equipo es lineal respecto a la concentración de la sustancia a cuantificar; sin embargo, debe considerarse que en las curvas indirectas existe una o varias reacciones efectuadas en los sistemas de preparación, dado que la sustancia de interés no da señal; este reactivo que genera la reacción debe encontrarse en exceso, considerando el siguiente estado de equilibrio:



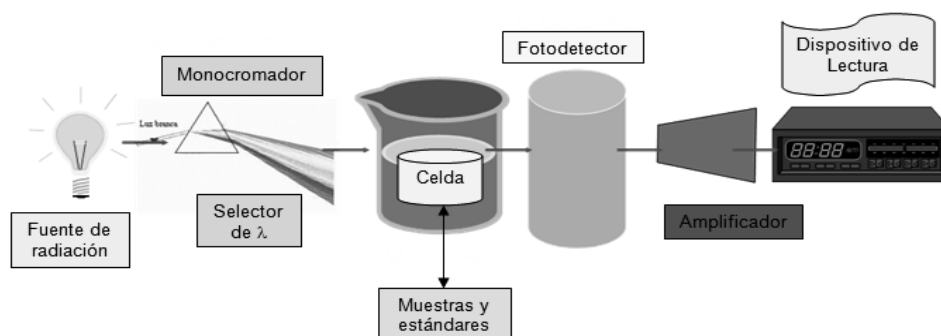
El modelo matemático que describe la respuesta gráfica es: $A = K_z [\text{FeSCN}]$ y considerando el estado de equilibrio anterior, entonces la función quedaría:

$$A = K_z [\text{Cst} + \text{Cp}] \quad \text{o} \quad A = K\text{Cst} + K\text{Cp}$$

Cst, Cy y Cp representan las concentraciones molares del estándar de SCN (stock-st), del reactivo (Fe (III)) y del problema (SCN), respectivamente, para generar la reacción.

Se puede entonces graficar $A = f(\text{Cst})$, obteniéndose una función de pendiente igual a K_z y ordenada de origen $K\text{Cp}$. Entonces, si $\text{Cp} = b/m$, la relación permite conocer la concentración del problema (Cp).

Debido a que se utilizará un espectrofotómetro de absorción en la región visible del espectro, los módulos instrumentales se presentan en forma esquemática en la siguiente figura:



III. Cuestionario previo (Actividades previas a la práctica)

1. Proponer la reacción que se lleva a cabo a $\text{pH} = 1.7$ (utilizando el modelo equilibrio generalizado–representativo). (3 puntos)
2. Definir lo que es una curva de adición patrón y en qué casos se utiliza. (2 puntos)
3. Con base en una tabla de variación de cantidades molares de la reacción anterior, graficar la función $A = f([\text{FeSCN}^{2+}])$ que se obtendrá. Consultar la introducción a la práctica. (3 puntos)

4. Efectuar los cálculos necesarios para preparar 50 mL de solución de KSCN 0.0008M; considerando el reactivo analítico y el material con que se cuenta en el laboratorio, si no se puede pesar la cantidad calculada se debe plantear una solución más concentrada y la dilución a efectuar, a fin de obtener la solución de concentración deseada. (2 puntos)

IV. Parte experimental

MATERIAL POR EQUIPO	SOLUCIONES
2 pipetas volumétricas de 2 mL	HCl 0.1M 
2 pipetas volumétricas de 1 mL	Tiocianato de potasio (KSCN) 0.0008 M 
5 matraces volumétricos de 10 mL 5 tubos de ensaye con gradilla	Nitrato férrico $[\text{Fe}(\text{NO}_3)_3]$ 0.01 
1 pipeta volumétrica de 2, 3, 4, 5 mL	
1 piseta	
1 espátula	
3 vasos de precipitados de 50 mL	
1 espectrofotómetro con celdas	
1 agitador magnético con barra	

Procedimiento

Medidas de seguridad

Se recomienda limpiar adecuadamente el área de trabajo, ya que una intoxicación por ingestión puede provocar irritación o quemaduras (revisar las fichas de seguridad).

a) Preparación de soluciones

Solución stock de KSCN 0.0008M. Su preparación se obtiene mediante la dilución de otra solución de mayor concentración.

Solución problema. La proporcionará por el profesor.

b) Preparación de sistemas (por equipo)

Para construir la curva de adiciones patrón, deben prepararse los sistemas, como se indica en la siguiente tabla:

Sistema	0	1	2	3	4	5	6
Solución de HCl 0.1M (mL)	2	2	2	2	2	2	2
Solución problema (mL)	0	1	1	1	1	1	1
Stock de KSCN 0.0008M (mL)	0	0	1	2	3	4	5
Solución de $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 0.01M (mL)	2	2	2	2	2	2	2
Aforo con agua destilada (mL)	10	10	10	10	10	10	10

c) Calibración del espectrofotómetro

El procedimiento de calibración se realizará de acuerdo con el instructivo anexo y siguiendo las indicaciones del profesor. Las lecturas se realizarán a una λ (*longitud de onda*) = 460 nm.

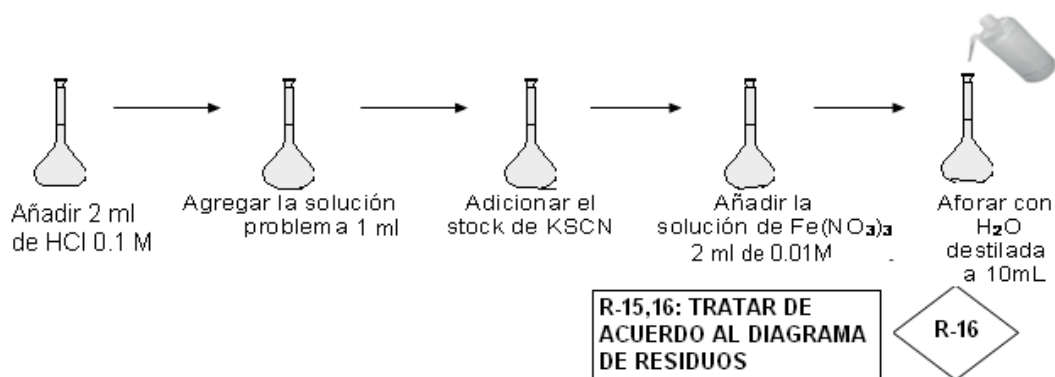
d) Medición de la absorbancia y porcentaje de transmitancia

Realizar la lectura de cada uno de los sistemas, iniciando con el sistema más diluido al más concentrado, enjuagando la celda de lectura con el sistema siguiente de mayor concentración. Registrar las lecturas en la tabla 1.

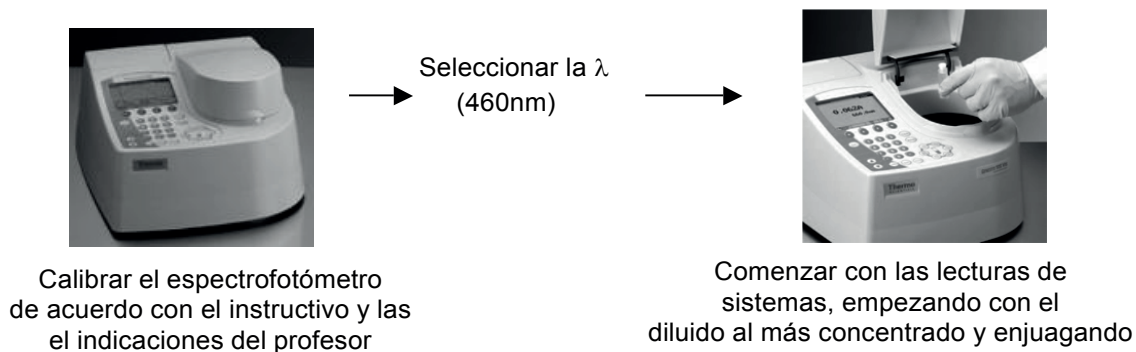
Procedimiento esquematizado



PREPARACIÓN DE LA CURVA ADICIÓN PATRÓN



Calibración y medición de la absorbancia



V. Resultados

Tabla 1. Resultados experimentales

Sistema	1	2	3	4	5	6
Concentración de SCN^- (mM)						
Lectura de absorbancia						
Lectura de porcentaje de transmitancia						

Observaciones

VI. Informe de trabajo. Instrucciones para elaborar el reporte

Puntos mínimos que debe contener

El informe de trabajo debe incluir: objetivos particulares, introducción, procedimiento experimental (diagrama de flujo, dibujos, etc.), resultados experimentales, análisis de resultados, observaciones, conclusiones y referencias bibliográficas.

(1 punto)

Incluir los siguientes aspectos para el análisis de resultados:

- a) Investigar propiedades químicas y metabólicas del KSCN. (1 punto)
- b) Explicar la función que tiene cada una de las soluciones empleadas. (1 punto)
- c) Proponer la reacción representativa efectuada y calcular su constante de equilibrio condicional. (2 puntos)
- d) Graficar las curvas: $A = f(\text{mM de KSCN})$ y $A = f(\mu\text{g/mL de KSCN})$. (1 punto)
- e) Analizar la linealidad de la función que sigue a la respuesta gráfica, identificando sus términos. (1 punto)
- f) Calcular la concentración mM de KSCN en la muestra. (3 puntos)

Datos:

Complejos de Fe^{3+}

Ligando	Log β_1	Log β_2
OH^-	11.8	22.3
SCN^-	3.0	4.6

HSCN es un ácido fuerte

Segunda serie de ejercicios

1. El ácido ascórbico de la orina (reciente y precedida de administración de una gran dosis) se puede determinar con el 2, 6 diclorofenolindofenol (HDFI)_(ox)

En un matraz se miden, con pipeta volumétrica, 2 mL de orina reciente y tratada con 0.2 mL de ácido acético y metafosfórico al 2 % (pH= 3.5), se agregan 2 mL de agua destilada y se valora con 3.2 mL de HDFI_(ox) 0.0035 M hasta la aparición de un color rosa permanente (color del exceso del valorante).

- a) Proponer la reacción de valoración al pH de trabajo y su K_{eq}
- b) Calcular los mg de ácido ascórbico en orina / día si se considera que se tiene 1.5 L de orina por día.

Datos:



$C_6H_8O_6$ Peso Molecular 176.13 g/mol



Inc. Rosa $H_3DFI_{(red)}$ no presenta pK_a s

2. Se obtuvieron los siguientes datos al sumergir el electrodo selectivo a Ca^{2+} en una serie de disoluciones estándar, cuya fuerza iónica se mantiene constante:

$Ca^{2+} / M /$	3.38×10^{-5}	3.38×10^{-4}	3.38×10^{-3}	3.38×10^{-2}	3.38×10^{-1}
E (mV)	- 74.8	-46.4	-18.7	10.0	37.7

- a) Graficar la curva $E = f(-\log /Ca^{2+} /)$ y obtener la función que describe.
- b) Determinar el valor de la concentración M de Ca^{2+} en una muestra problema preparada tal y como se hizo con los estándares y que dio una lectura de - 22.5

Datos: La respuesta del electrodo selectivo de Ca^{2+} obedece a la siguiente

$$\text{Ecuación: } E = K - 0.06/2 \log /Ca^{2+} /$$

3. Un método de análisis de cerveza se realiza tomando 2 mL de ésta y aforando a 10 mL (sol.X)

Se realiza una curva de calibración con estándar de ácido láctico, obteniendo la siguiente función

$$\text{Área} = 0.35 C(\mu\text{g/ml}) + 0.02$$

- a) Calcular la concentración de ácido láctico ($\mu\text{g} / \text{ml}$), cuando el área de la solución X es 18.2
 - b) Los mg de ácido láctico / mL de cerveza son
4. Se tiene una muestra de saliva cuyo contenido en tiocianato (SCN^-) se desea determinar, para ello, se toma la muestra en un frasco limpio, se transfiere a un tubo de ensaye y se centrifuga 5 min/5000 rpm, el sobrenadante se analiza.

Se prepararon los siguientes sistemas y se obtuvieron los siguientes resultados:

Sistema	1	2	3	4	5	6
Estándar de SCN^- - 0.004 M (mL)	0	1	2	3	4	5
Sobrenadante (de saliva) (mL)	1	1	1	1	1	1
$Fe(NO_3)_3$ 0.01M (mL)	2	2	2	2	2	2

HCl 0.1 M (mL)	2	2	2	2	2	2
Aforo a mL	10	10	10	10	10	10
Absorbancia a $\lambda=460$ nm	0.24	0.30	0.36	0.44	0.50	0.57

- Proponer el equilibrio representativo de la reacción y calcular su K_{eq}
- Graficar y calcular la concentración mM de SCN^- en la muestra de saliva
- Se sabe que el intervalo normal para SCN^- en saliva es de 0.5-2 mM y que los fumadores exceden este intervalo, ¿se puede considerar fumador al dueño de la muestra que se analizó?

Datos:

$\log \beta_1 FeSCN^{2+} = 2.2$ (complejo naranja) $pK_a HSCN = 0.8$

$Fe(OH)_n = \log \beta_1 = 11, \log \beta_2 = 21.7$

- Trazar el diagrama $E' = f(pH)$ ácido pirúvico + $2H^+ + 2e^- \rightarrow$ ácido láctico $E^0 = 0.224$ v
 - ¿A pH fisiológico puede el metanol reaccionar espontáneamente con ácido pirúvico?

Datos:

$CH_3OH / HCHO \quad E^0 = 0.19$ V

$pK_a = \text{ácido láctico} (CH_3CHOHCOOH) = 3.9 \quad pK_a = \text{ácido pirúvico} (CH_3COCOOH) = 2$

ANEXOS

SÍMBOLOS DE PELIGROSIDAD DE SUSTANCIAS QUÍMICAS



INFLAMABLE



CORROSIVO



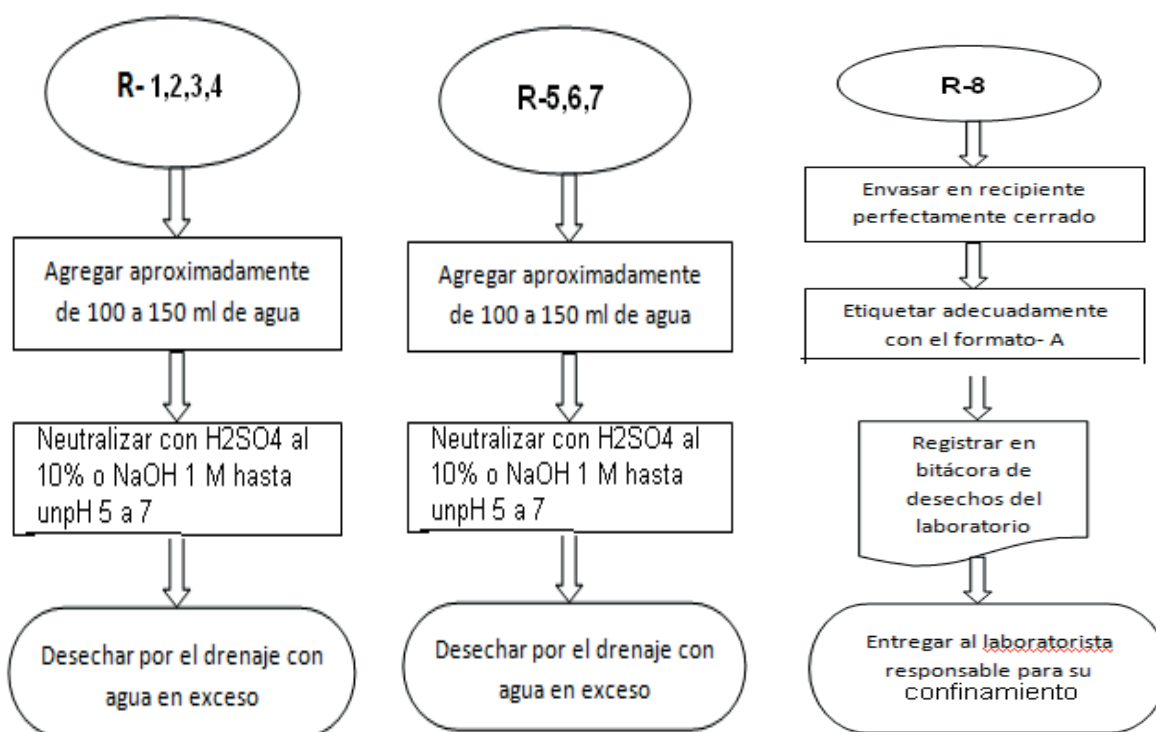
TÓXICO

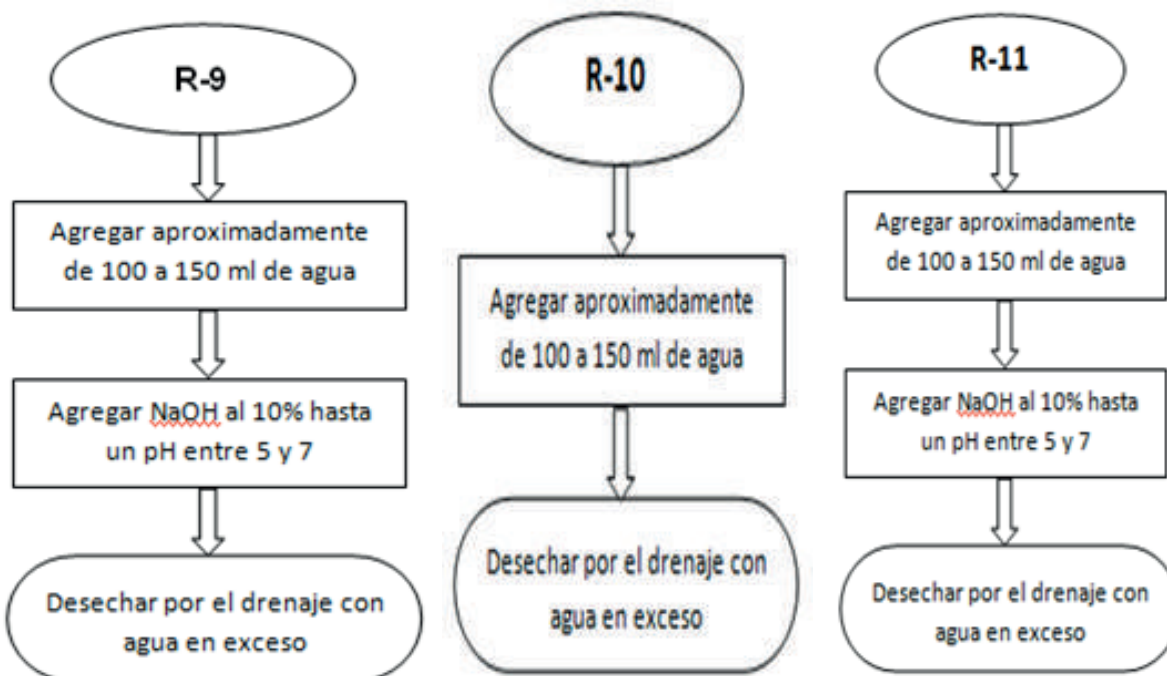


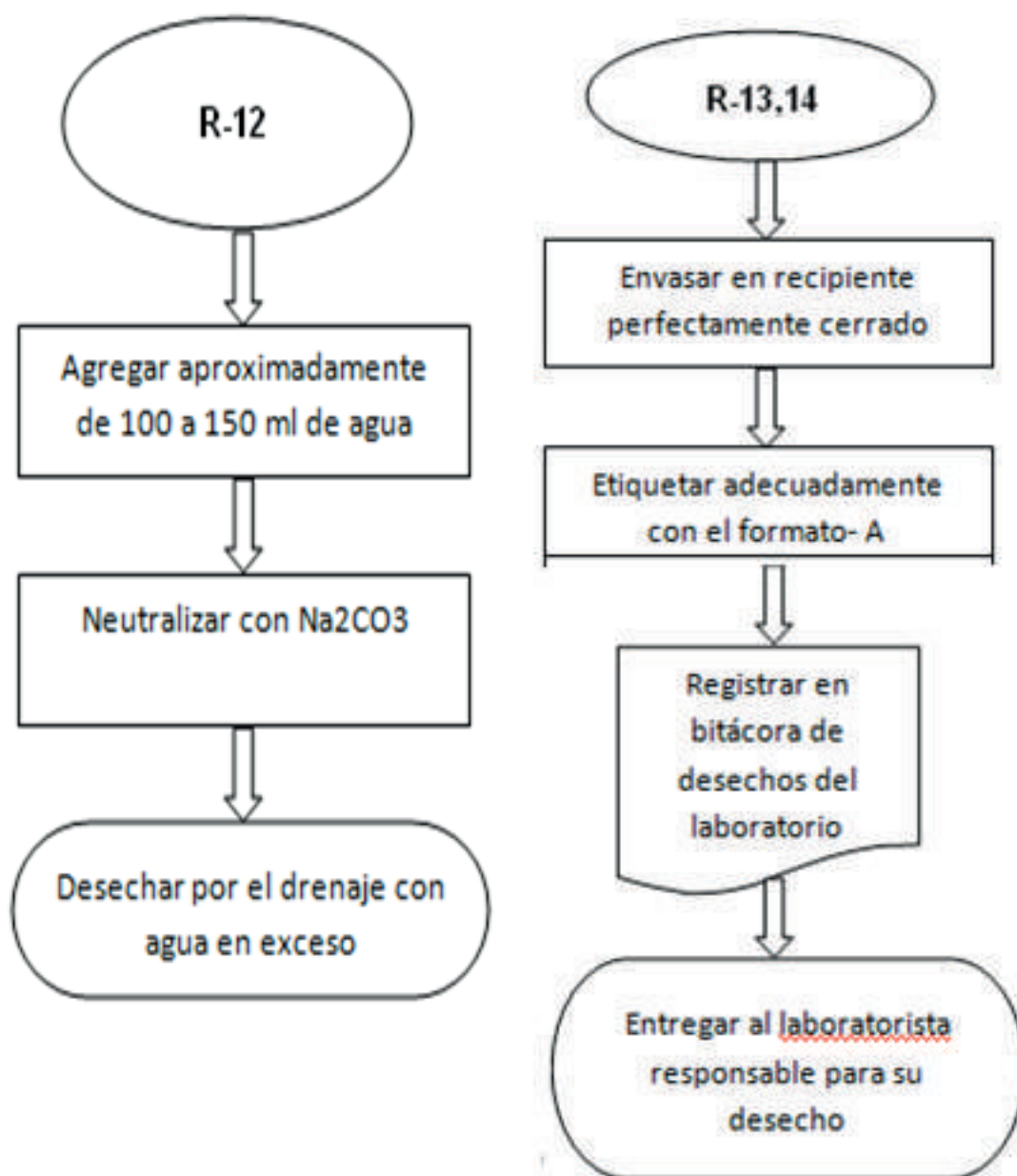
COMBURENTE

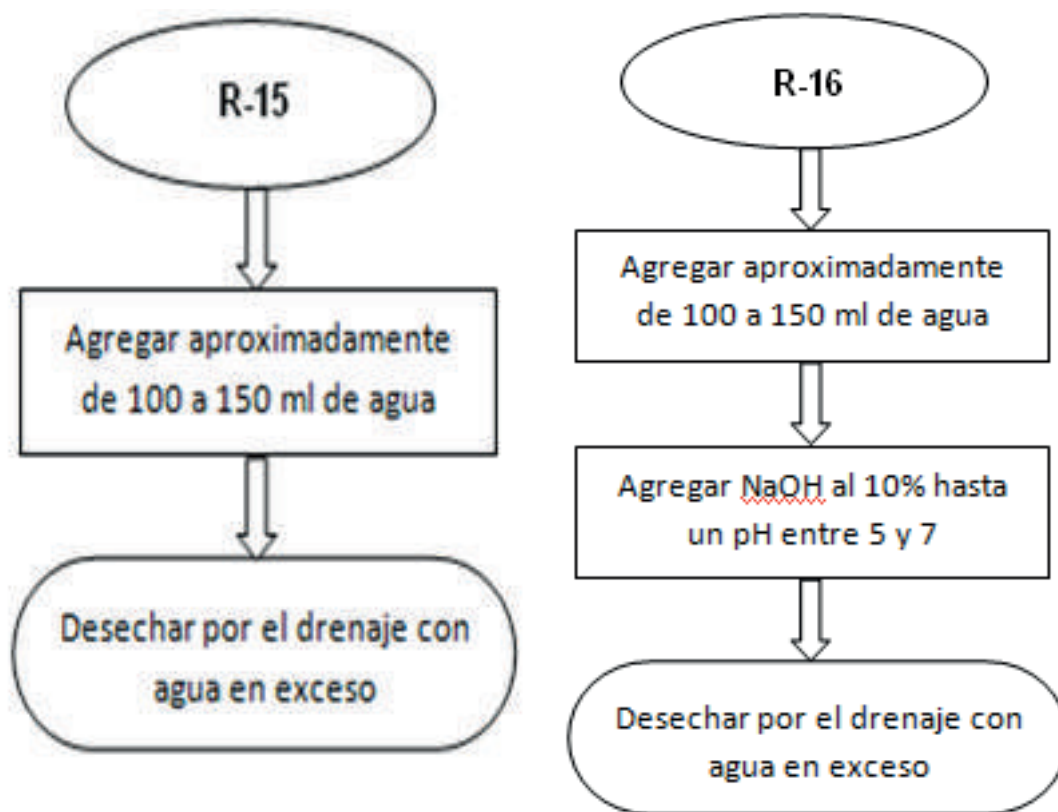
ORIENTACIONES PARA EL TRATAMIENTO Y DISPOSICIÓN DE RESIDUOS

Diagramas de manejo de residuos









FICHAS DE SEGURIDAD

Nombre	Ácido acético	Fórmula	CH ₃ COOH
PRIMEROS AUXILIOS	Inhalación	Trasladar a la persona al aire fresco. Si no respira, administrar respiración artificial. Evitar la reanimación boca a boca. Si respira con dificultad, suministrar oxígeno. Mantener a la persona abrigada y en reposo. Buscar atención médica inmediatamente.	
	Ingestión	Lavar la boca con agua. Si está consciente, suministrar abundante agua. No inducir el vómito. Mantener a la víctima abrigada y en reposo. Buscar atención médica inmediatamente.	
	Contacto con ojos	Lavar con abundante agua, mínimo durante 15 minutos. Levantar a la víctima y separarle los párpados para asegurar la remoción del químico. Si la irritación persiste, repetir el lavado. Buscar atención médica.	
	Contacto con piel	Retirar la ropa y el calzado contaminados. Lavar la zona afectada con abundante agua y jabón, mínimo durante 15 minutos. Si la irritación persiste, repetir el lavado. Buscar atención médica inmediatamente. Extraer la sustancia con un algodón impregnado de polietilenglicol 400.	

FUGAS Y DERRAMES	Evacuar o aislar el área de peligro (entre 50 y 100 metros en todas las direcciones), marcar las zonas. Restringir el acceso a personas innecesarias y sin la debida protección. Ubicarse a favor del viento. Usar equipo de protección personal. Ventilar el área. No permitir que la sustancia caiga en fuentes de agua y alcantarillas. Eliminar toda fuente de ignición. No inhalar los vapores ni tocar el producto derramado. Absorber con material inerte como arena o tierra. Recoger y depositar en contenedores con cierre hermético, cerrados, limpios, secos y marcados. Lavar con abundante agua el piso. Usar agua en forma de rocío para reducir los vapores (líquido) o las nubes de polvo (sólido). Recoger con palas no metálicas u otro elemento que pueda producir chispas. Evitar el paso de la sustancia al alcantarillado, neutralizar con sosa. Recoger la sustancia utilizando los absorbentes adecuados.
DESECHOS	Neutralizar con sosa cáustica diluida, recoger el residuo y enterrar según las leyes.

Nombre	Ácido clorhídrico	Fórmula	HCl
PRIMEROS AUXILIOS	Inhalación	Trasladar a la persona al aire fresco. Si no respira, administrarle respiración artificial (evitar el método boca a boca). Si respira con dificultad, suministrar oxígeno. Mantener a la persona abrigada y en reposo. Buscar atención médica inmediatamente.	
	Ingestión	Lavar la boca con agua. Si está consciente, suministrar abundante agua. No inducir el vómito. Si éste se produce de manera natural, inclinar a la persona hacia el frente para evitar la broncoaspiración. Suministrar más agua. Buscar atención médica.	
	Contacto con ojos	Lavar con abundante agua, mínimo durante 15 minutos. Levantar y separar los párpados para asegurar la remoción del químico. Si la irritación persiste, repetir el lavado. Buscar atención médica.	
	Contacto con piel	Retirar la ropa y el calzado contaminados. Lavar la zona afectada con abundante agua y jabón, mínimo durante 15 minutos. Si la irritación persiste repetir el lavado. Buscar atención médica.	
FUGAS Y DERRAMES	Evacuar o aislar el área de peligro. Restringir el acceso a personas inexpertas y sin debida protección. Ubicarse a favor del viento. Usar equipo de protección personal. Ventile el área. No tocar el líquido, ni permitir el contacto directo con el vapor. Eliminar toda fuente de calor. Evitar que la sustancia caiga en alcantarillas, zonas bajas y confinadas, para ello construya diques con arena, tierra u otro material inerte. Mezclar con sosa o cal para neutralizar. Lavar la zona con agua.		

DESECHOS	Debe tenerse presente la legislación ambiental local vigente relacionada con la disposición de residuos para su adecuada eliminación. Considerar el uso del ácido diluido para neutralizar residuos alcalinos. Adicionar cuidadosamente ceniza de sosa o cal, los productos de la reacción se pueden conducir a un lugar seguro, la disposición en tierra es aceptable.
----------	---

Nombre	Ácido nítrico	Fórmula	HNO ₃
PRIMEROS AUXILIOS	Inhalación	Evaluar los signos vitales: pulso y velocidad de respiración; detectar cualquier trauma. En caso de que la persona no tenga pulso, proporcionarle rehabilitación cardiopulmonar; si no hay respiración, dar respiración artificial y si ésta es dificultosa, suministrar oxígeno y sentarla.	
	Ingestión	Proceder como en el caso de inhalación en caso de inconsciencia. Si la persona está consciente, lavar la boca con agua corriente, sin que sea ingerida. No inducir el vómito ni tratar de neutralizarlo. El carbón activado no tiene efecto. Dar a la persona 1 taza de agua o leche, sólo si se encuentra consciente. Continuar tomando agua, aproximadamente una cucharada cada 10 minutos.	
	Contacto con ojos	Lavar con agua tibia corriente de manera abundante, hasta eliminar totalmente la sustancia.	
	Contacto con piel	Lavar cuidadosamente el área afectada con agua corriente, de manera abundante.	
FUGAS Y DERRAMES	Ventilar el área dependiendo de la magnitud del siniestro. Mantener el material alejado de agua, para lo cual se deben construir diques, en caso necesario, con sacos de arena, tierra o espuma de poliuretano. Para absorber el derrame puede utilizarse mezcla de bicarbonato de sodio-cal sodada o hidróxido de calcio en relación 50:50, mezclando lenta y cuidadosamente, pues se desprende calor. Una vez neutralizado el ácido, lavar con agua. Para absorber el líquido también puede usarse arena o cemento, los cuales se deberán neutralizar posteriormente. Rociar agua para bajar los vapores, el líquido generado en este paso debe ser almacenado para su tratamiento posterior, pues es corrosivo y tóxico. Tanto el material derramado, el utilizado para absorber, contener y el generado al bajar vapores debe ser neutralizado con cal, cal sodada o hidróxido de calcio, antes de desecharlos.		

DESECHOS

Con cuidado (se genera calor y vapores) diluya con agua-hielo y ajuste el pH a neutro con bicarbonato de sodio o hidróxido de calcio. El residuo neutro puede tirarse al drenaje.

Nombre	Ácido sulfúrico	Fórmula	H ₂ SO ₄
PRIMEROS AUXILIOS	Inhalación	Trasladar a la víctima al aire fresco. Si no respira, administrar respiración artificial. Si respira con dificultad, suministrar oxígeno. Evitar el método boca a boca. Mantener a la persona abrigada y en reposo. Buscar atención médica inmediatamente.	
	Ingestión	Lavar la boca con agua. Si está consciente, suministrar abundante agua para diluir el ácido. No inducir el vómito. Si éste se presenta en forma natural, suministre más agua. Buscar atención médica inmediatamente.	
	Contacto con ojos	Lavar con abundante agua, mínimo durante 15 minutos. Levantar y separar los párpados para asegurar la remoción del químico. Si la irritación persiste, repetir el lavado. Buscar atención médica.	
	Contacto con piel	Retirar la ropa y calzado contaminados. Lavar la zona afectada con abundante agua y jabón, mínimo durante 15 minutos. Si la reacción persiste, repetir el lavado. Buscar atención médica inmediatamente.	
FUGAS Y DERRAMES	Evacuar o aislar el área de peligro. Restringir el acceso a personas innecesarias y sin la debida protección. Usar equipo de protección personal. Ventilar el área. Eliminar toda fuente de ignición. No tocar el material. Contener el derrame con diques hechos de arena, tierras diatomáceas, arcilla u otro material inerte para evitar que entre en alcantarillas, sótanos y corrientes de agua. No adicionar agua al ácido. Neutralizar lentamente con ceniza de sosa, cal u otra base. Después recoger los productos y depositar en contenedores con cierre hermético para su eliminación.		

DESECHOS	Neutralizar las sustancias con carbonato de sodio o cal pagada. Descargar los residuos de neutralización a la alcantarilla. Debe ser realizado por personal especializado. La incineración química en incinerador de doble cámara de combustión, con dispositivo para tratamiento de gases de chimeneas es factible como alternativa para la eliminación del producto.
----------	--

Nombre	Carbonato de sodio	Fórmula	Na ₂ CO ₃
PRIMEROS AUXILIOS	Inhalación	Trasladar al afectado a un lugar fresco. Mantenerlo caliente y en reposo.	
	Ingestión	No inducir al vómito. Enjuagar la boca con agua y darle a beber abundante agua (hasta varios litros). Avisar inmediatamente al médico.	
	Contacto con ojos	Lavarlos con abundante agua, manteniendo los párpados abiertos, por lo menos 15 minutos, recurrir inmediatamente al oftalmólogo.	
	Contacto con piel	Despojarse de la ropa contaminada inmediatamente. Lavar con abundante agua por 15 minutos. Lavar la ropa antes de reutilizarla.	
FUGAS Y DERRAMES	Procurar una buena ventilación, llevar ropa de protección personal. Evitar que el producto penetre en reservorios de agua. No tirar por el desagüe. Limpie por el medio conveniente que evite la formación de polvo. Lavar el área con abundante agua.		
DESECHOS	Evitar el contacto con ácidos, al no ser en condiciones controladas, ya que libera dióxido de carbono. El contacto con cal y la humedad produce sosa cáustica. La disposición final debe hacerse siguiendo las regulaciones ambientales, locales y nacionales vigentes. No está clasificado como mercancía peligrosa.		

Nombre	Citrato de sodio	Fórmula	NaH ₂ [C ₃ H ₅ O(COO) ₃]
PRIMEROS AUXILIOS	Inhalación	Trasladar a la víctima al aire fresco. Llamar al médico inmediatamente.	
	Ingestión	Aflojar la ropa alrededor del cuello y el cinturón. No induzca el vómito. Si la persona no respira, dar respiración artificial. Llamar un médico inmediatamente.	
	Contacto con ojos	Quitar lentes de contacto. Manteniendo los ojos abiertos, enjuagarlos durante 15 minutos con abundante agua fría. Buscar atención médica inmediatamente.	
	Contacto con piel	Después del contacto con la piel, lavar inmediatamente con agua abundante. Lave cuidadosamente la piel afectada con agua y jabón no abrasivo, limpiando bien los pliegues de la piel. Se puede usar agua fría. Cubra la piel irritada con un emoliente. Si persiste la irritación, busque atención médica.	
FUGAS Y DERRAMES	Use las herramientas apropiadas para colocar el material derramado en un recipiente adecuado para disposición de desechos. Termine de limpiar rociando agua sobre la superficie contaminada y disponga de acuerdo con los requerimientos de las autoridades locales y regionales. Para derrames grandes, use una pala para poner el material en un contenedor conveniente para disposición de desechos. Termine de limpiar rociando agua sobre la superficie contaminada y deje que se evacúe por el sistema sanitario. En caso de fuga, detener la fuga, si es posible hacerlo sin peligro.		

DESECHOS	Algunos productos de descomposición peligrosos son monóxido de carbono y dióxido de carbono y algunos óxidos metálicos. Evitar la contaminación de alcantarillas y cursos de agua. No se esperan productos de degradación peligrosos a corto plazo. Sin embargo, pueden formarse productos de degradación a largo plazo. Los productos de degradación son más tóxicos. El producto debe desecharse de acuerdo con las regulaciones gubernamentales. Se recomienda hacerlo por medio de una institución especializada en tratamiento de desechos.
----------	--

Nombre	Cloruro cúprico	Fórmula	CuCl ₂
PRIMEROS AUXILIOS	Inhalación	Trasladar a la persona al aire libre. En caso de pérdida del conocimiento, nunca dar a beber, tampoco provocar el vómito.	
	Ingestión	Beber agua abundante. Provocar el vómito. Pedir inmediatamente atención médica.	
	Contacto con ojos	Lavar con agua abundante mínimo durante 15 minutos, manteniendo los párpados abiertos. Pedir atención médica.	
	Contacto con piel	Lavar abundantemente con agua. Quitarse las ropas contaminadas.	
FUGAS Y DERRAMES	No inhalar el polvo. No permitir el paso al sistema de desagües. Evitar la contaminación del suelo, aguas y desagües. Recoger en seco y depositar en contenedores de residuos para su posterior eliminación, de acuerdo con las normativas vigentes. Limpiar los restos con agua abundante.		
DESECHOS	En la Unión Europea no están establecidas pautas homogéneas para la eliminación de residuos químicos, los cuales tienen carácter de residuos especiales, quedando sujetos su tratamiento y eliminación a los reglamentos internos de cada país. Por tanto, en cada caso, procede contactar con la autoridad competente, o bien con los gestores legalmente autorizados para la eliminación de residuos. Los envases y embalajes contaminados de sustancias o preparados peligrosos tendrán el mismo tratamiento que los propios productos contenidos.		

Nombre	Cloruro de sodio	Fórmula	NaCl
PRIMEROS AUXILIOS	Inhalación	Trasladar a la víctima a un lugar con ventilación adecuada. Si respira con dificultad, suministrar oxígeno. Solicite atención médica de inmediato.	
	Ingestión	Dé a beber inmediatamente agua en abundancia. Nunca dé nada por la boca a una persona que se encuentre inconsciente. Induzca el vómito. Solicite asistencia médica de inmediato.	
	Contacto con ojos	Lavar suavemente con agua corriente durante 15 minutos abriendo ocasionalmente los párpados. Solicitar atención médica de inmediato.	
	Contacto con piel	Lavar con agua corriente durante 15 minutos, al mismo tiempo quitarse la ropa contaminada y el calzado. Solicite atención médica.	
FUGAS Y DERRAMES	Contener para evitar la introducción a las vías fluviales, alcantarillas, sótanos o áreas confinadas.		
DESECHOS	No existen precauciones establecidas en cuestión de su almacenaje y manejo. Residuos del producto pueden permanecer en el recipiente "vacío". Para el manejo de los recipientes vacíos y residuos se deben tomar las mismas precauciones que en el manejo del producto. Limpiar antes de volver a usar o alterar el contenido de un envase.		

Nombre	Cloruro férrico	Fórmula	FeCl ₃
PRIMEROS AUXILIOS	Inhalación	Lleve a la víctima al aire libre y hágala respirar calmada y profundamente. Si es necesario, ayude a la respiración. Consiga con prontitud atención médica.	
	Ingestión	Si la persona está consciente y sin convulsiones, dé a beber agua o leche. Induzca los vómitos si la ingestión ha sido significativa. Consiga urgente atención médica.	
	Contacto con ojos	Lave con abundante agua corriente mínimo durante 15 minutos, manteniendo los párpados abiertos durante esta operación. Consiga urgente atención médica.	
	Contacto con piel	Lave la zona infectada con abundante agua corriente mínimo durante 15 minutos. Bajo la ducha retire la ropa contaminada. Si persiste la irritación, consiga atención médica.	
FUGAS Y DERRAMES	Haga diques para evitar la entrada del producto en alcantarillas y cursos de agua. Mantenga alejadas a las personas inexpertas no relacionadas con la emergencia. El equipo de protección personal para atacar la emergencia es: traje de protección química tipo B. El PVC y el neopreno presentan buena resistencia al producto. Procure buena ventilación para que los vapores no afecten a personas no protegidas. Los últimos restos pueden ser diluidos con mucha agua y enviados a la alcantarilla.		
DESECHOS	El método de eliminación de los residuos del producto es un buen lavado que basta para disolver la solución. Los envases y embalajes contaminados pueden ser incinerados en instalaciones especialmente diseñadas para ello.		

Nombre	EDTA	Fórmula	C ₁₀ H ₁₆ N ₂ O ₈
PRIMEROS AUXILIOS	Inhalación	No es peligroso por inhalación.	
	Ingestión	Beber mucha agua. Consulte inmediatamente al médico.	
	Contacto con ojos	Lávese a fondo con agua abundante durante 15 minutos por lo menos y consulte al médico. Mostrar esta ficha de seguridad al doctor que esté de servicio.	
	Contacto con piel	Lávese inmediatamente con jabón y agua abundante. Quítese inmediatamente la ropa contaminada. En el caso de molestias prolongadas, acudir a un médico.	
FUGAS Y DERRAMES	Utilícese equipo de protección individual. No desechar el agua contaminada en el sistema de alcantarillado. Empapar con material absorbente inerte, como arena.		
DESECHOS	Manejarlos de conformidad con las regulaciones locales y nacionales. Es necesario diluir con abundante agua y almacenar en contenedores especiales para su disposición.		

Nombre	Etanol	Fórmula	CH ₃ CH ₂ OH
PRIMEROS AUXILIOS	Inhalación	Traslade a la víctima a un lugar ventilado. Aplique respiración artificial si ésta es dificultosa, irregular o no la hay. Proporcionar oxígeno.	
	Ingestión	No inducir el vómito.	
	Contacto con ojos	Lavar inmediatamente con agua o disolución salina de manera abundante.	
	Contacto con piel	Eliminar la ropa contaminada y lavar la piel con agua y jabón.	
FUGAS Y DERRAMES	No respirar los vapores y permanecer en contra del viento. Usar guantes, bata, lentes de seguridad, botas y cualquier otro equipo de seguridad necesario, dependiendo de la magnitud del siniestro. Mantener alejadas del área, flamas o cualquier otra fuente de ignición. Evitar que el derrame llegue a fuentes de agua o drenajes. Para lo cual, deben construirse diques para contenerlo, si es necesario. Absorber el líquido con arena o vermiculita y trasladar a una zona segura para su incineración posterior. Usar rocío de agua para dispersar el vapor y almacenar. En el caso de derrames pequeños, el etanol puede absorberse con papel, trasladarlo a un lugar seguro y dejarlo evaporar o quemarlo. Lavar el área contaminada con agua.		
DESECHOS	La mejor manera de desecharlo es por incineración, aunque para pequeñas cantidades puede recurrirse a la evaporación en un lugar seguro.		

Nombre	Fluoruro de sodio	Fórmula	NaF
PRIMEROS AUXILIOS	Inhalación	Saque a la víctima de la zona polvorienta. Administre oxígeno o resucitación cardiopulmonar, si es necesario. En caso de deficiencias respiratorias, consulte a un médico.	
	Ingestión	En todos los casos, consulte a un médico de inmediato. Lleve al paciente al hospital. Si la persona está completamente consciente: Enjuague la boca con agua fresca. Dé oralmente una solución de gluconato de calcio acuoso al 1%. Si la persona presenta trastornos nerviosos, respiratorios o cardiovasculares, adminístrele oxígeno. Recorra a las medidas clásicas de resucitación. Si la persona está inconsciente: NUNCA ADMINISTRE NADA POR LA BOCA.	
	Contacto con ojos	En todos los casos, consulte de inmediato a un oftalmólogo. Lleve al paciente al hospital de manera urgente. Enjuague los ojos con agua corriente durante 5 minutos, manteniendo los párpados bien abiertos. Enjuague los ojos con una solución al 1% de gluconato de calcio en suero fisiológico (10 mL de gluconato de calcio al 10% en 90 ml de suero fisiológico) por 10 minutos. Siga aplicando gluconato de calcio en los ojos con un gotero. Después, aplíquelo en gotas al transportar a la víctima. Si no hay gluconato de calcio al 1% disponible, siga enjugando los ojos con agua. En caso de tener dificultad para abrir los párpados, administre un colirio analgésico. No use gotas aceitosas, ungüentos o tratamientos para quemaduras dérmicas por HF.	

	Contacto con piel Quite a la víctima los zapatos, los calcetines y la ropa contaminada al lavar la piel con agua corriente durante 5 minutos. Coloque la ropa contaminada en una bolsa doble para eliminación. Inmediatamente aplique gel de gluconato de calcio al 2,5%, masajeando el área afectada, usando guantes de hule; siga masajeando al aplicar repetidamente el gel hasta 15 minutos después del alivio del dolor. Si el producto ha tocado los dedos o las uñas, aunque no haya dolor, sumérjalos en un baño de gluconato de calcio al 5% de 15 a 20 minutos.
FUGAS Y DERRAMES	Evite dispersar el polvo en nube. Recoja el producto con ayuda de medidas apropiadas evitando la formación de polvo. Póngalo todo en un recipiente cerrado, etiquetado y compatible con el producto. Limpie el lugar con agua en abundancia. <i>Precauciones para la protección del medio ambiente.</i> Notifique de inmediato a las autoridades competentes en caso de una descarga significativa. No vierta en el medio ambiente: alcantarillas, ríos, suelos, etcétera).
DESECHOS	Consulte con los reglamentos federales, estatales y locales vigentes, la disposición apropiada para este producto. Elimine el producto en una instalación autorizada para los residuos industriales. Consulte, en los reglamentos federales, estatales y locales vigentes, el tratamiento de empaque.

Nombre	Hidróxido de sodio	Fórmula	NaOH
PRIMEROS AUXILIOS	Inhalación	Trasladar a la víctima al aire fresco. Si no respira, administrar respiración artificial. Si respira con dificultad, suministrar oxígeno. Mantener a la persona abrigada y en reposo.	
	Ingestión	Lavar la boca con agua. Si la persona está consciente, suministrarle abundante agua. No inducir el vómito. Buscar atención médica inmediatamente.	
	Contacto con ojos	Lavar con abundante agua, mínimo durante 15 minutos. Levantar y separar los párpados para asegurar la remoción del químico. Colocar una venda esterilizada. Buscar atención médica.	
	Contacto con piel	Retirar la ropa y el calzado contaminado. Lavar la zona afectada con abundante agua y jabón, mínimo durante 15 minutos. Si la irritación persiste, repetir el lavado. Buscar atención médica.	
FUGAS Y DERRAMES	Evacuar o aislar el área de peligro. Restringir el acceso a personas inexpertas y sin la debida protección. Ubicarse a favor del viento. Usar equipo de protección personal. Ventilar el área. No permitir que la sustancia caiga en fuentes de agua y alcantarillas. Los residuos deben recogerse con medios mecánicos no metálicos y ser colocados en contenedores apropiados para su posterior disposición.		
DESECHOS	Debe tenerse presente la legislación ambiental local vigente relacionada con la disposición de residuos para su adecuada eliminación. Los residuos de este material pueden ser llevados a un relleno sanitario legalmente autorizado para residuos químicos para su debida neutralización.		

Nombre	Nitrato férrico	Fórmula	Fe(NO ₃) ₃
PRIMEROS AUXILIOS	Inhalación	Llevar a la persona al aire fresco y mantenerla con calor e inmóvil.	
	Ingestión	Inducir el vómito inmediatamente, si la persona está consciente, enjuagarle la boca y darle a beber grandes cantidades de agua.	
	Contacto con ojos	Lavar inmediatamente con un chorro suave, pero abundante de agua, por lo menos durante 15 minutos, separando los párpados con los dedos (no permitir que la persona cierre los ojos).	
	Contacto con piel	Lavar inmediatamente y con abundante agua, por lo menos durante 15 minutos, mientras se quita la ropa y los zapatos contaminados. Lavar la ropa antes de usarla nuevamente.	
FUGAS Y DERRAMES	Aislar el área. Eliminar todas las fuentes de ignición. Retirar del área afectada las sustancias incompatibles. Usar equipo de protección personal. Recoger y colocar en un recipiente apropiado cuidando de no dispersar el producto en el aire. Tratar como un residuo. Ventilar y limpiar el área afectada con agua.		
DESECHOS	Diluir con agua y verter directamente por la pileta con exceso de agua.		

Nombre	Tiocianato de potasio	Fórmula	KSCN
PRIMEROS AUXILIOS	Inhalación	Llevar a la persona al aire fresco y mantenerla con calor e inmóvil.	
	Ingestión	Inducir el vómito, si la persona está consciente, y enjuagarle la boca y darle a beber grandes cantidades de agua.	
	Contacto con ojos	Lavar inmediatamente con un chorro suave, pero abundante de agua, por lo menos durante 15 minutos, separando los párpados con los dedos (no permitir que la persona cierre los ojos).	
	Contacto con piel	Lavar de inmediato y abundantemente con agua, por lo menos durante 15 minutos, mientras la víctima se quita la ropa y los zapatos contaminados. Lavar la ropa antes de usarla nuevamente.	
FUGAS Y DERRAMES	Aislar el área. Eliminar todas las fuentes de ignición. Retirar del área afectada las sustancias incompatibles. Usar equipo de protección personal. Recoger y colocar en un recipiente apropiado cuidando de no dispersar el producto en el aire. Tratar como un residuo. Ventilar y limpiar el área afectada con agua.		
DESECHOS	Diluir con agua y verter directamente por la pileta con exceso de agua.		

Nombre	Yodato de potasio	Fórmula	KIO ₃
PRIMEROS AUXILIOS	Inhalación	Saque y exponga al aire libre.	
	Ingestión	Dé a beber agua en abundancia. Provoque el vómito usando jarabe de ipecacuana o insertando el dedo en la garganta. Nunca dé a beber nada a una persona inconsciente. Llame al médico inmediatamente.	
	Contacto con ojos	Enjuague los ojos inmediatamente con agua durante 15 minutos. Llame al médico.	
	Contacto con piel	Lave la piel con jabón y agua abundante durante 15 minutos. Llame al médico si aparece irritación.	
FUGAS Y DERRAMES	Aviso de respuesta al derrame. Sólo personas calificadas para resolver una emergencia relacionada con sustancias peligrosas pueden responder a un derrame de productos químicos. <i>Técnica de contención:</i> Retire todas las sustancias combustibles del área del derrame. Evite que el material derramado salga al ambiente exterior. Retire todo material combustible del área del derrame. Cubra con un material inerte, como arena. <i>Barra el material.</i> Trabaje bajo una campana extractora de gases aprobada. Trabajando con porciones reducidas, diluya con un exceso de agua. Ajuste a un pH entre 6 y 9 con un álcali, tal como sosa o bicarbonato de sodio. Filtre para retirar los sólidos. Vierta los materiales reaccionados por el desagüe con un amplio exceso de agua. Descontamine el área del derrame con una solución jabonosa. Evacúe el área general (un radio de 15 pies (5 m) o el que indique su plan de respuesta a emergencias de su instalación) en el caso de: se derrama una libra (0,5 kg) o más de polvo suelto. Si las condiciones lo ameritan, aumente el área de evacuación.		

DESECHOS	Eliminar el contenido o el recipiente conforme a la reglamentación local/regional/nacional/ internacional. No debe desecharse con la basura doméstica. No debe llegar al alcantarillado. Para un posible reciclaje, contactar organismos procesadores de desechos industriales. Eliminar conforme a las disposiciones oficiales. Lavar con agua para enviar al tratamiento antes la eliminación.
----------	---

Nombre	Yodo-yoduro	Fórmula	I ₂
PRIMEROS AUXILIOS	Inhalación	Llevar a la persona al aire fresco.	
	Ingestión	Darle a beber agua en abundancia. Provocar el vómito, si está consciente. Pedir atención médica.	
	Contacto con ojos	Lavar con agua abundante manteniendo los párpados abiertos.	
	Contacto con piel	Lavar abundantemente con agua. Quitarse las ropas contaminadas.	
FUGAS Y DERRAMES	Recoger con materiales absorbentes (Absorbente General Panreac, Kieselguhr, etc.) o en su defecto con arena o tierra secas y depositar en contenedores para residuos, para su posterior eliminación de acuerdo con las normativas vigentes. Limpiar los restos con agua abundante.		
DESECHOS	No permitir la incorporación al suelo ni a los acuíferos. En la Unión Europea no están establecidas pautas homogéneas para la eliminación de residuos químicos, los cuales tienen carácter de residuos especiales, quedando sujetos su tratamiento y eliminación a los reglamentos internos de cada país. Por tanto, en cada caso, procede contactar con la autoridad competente, o bien con los gestores legalmente autorizados para la eliminación de residuos. Los envases y embalajes contaminados de sustancias o preparados peligrosos tendrán el mismo tratamiento que los propios productos contenidos.		

Nombre	Yoduro de potasio	Fórmula	KI
PRIMEROS AUXILIOS	Inhalación	Traslade a la víctima un lugar con ventilación adecuada. Si respira con dificultad suministre oxígeno. Solicite atención médica de inmediato.	
	Ingestión	Dé a beber inmediatamente agua o leche. Nunca dé nada a una persona inconsciente. Induzca el vómito sin administrar vomitivos. Solicitar asistencia médica de inmediato.	
	Contacto con ojos	Lavar suavemente con agua corriente durante 15 minutos abriendo ocasionalmente los párpados. Solicitar atención médica de inmediato.	
	Contacto con piel	Lavar con agua corriente durante 15 minutos, al mismo tiempo quitar la ropa contaminada y el calzado. Solicite atención médica.	
FUGAS Y DERRAMES	Eliminar todas las fuentes de ignición. Para la disposición del material realizar el siguiente procedimiento: coloque cuidadosamente el material dentro de un recipiente limpio (cubeta de plástico o bolsa de polietileno), seco y cubra; retire del área. Lave el área del derrame con agua, pero evitando que esta agua escurra; contener para evitar la introducción a las vías fluviales, alcantarillas, sótanos o áreas confinadas.		
DESECHOS	El desecho puede permanecer en el recipiente del que se derramó, pero con sus etiquetas para identificarlo. Limpiar el envase antes de volverse a usar, y reusarse sólo con el mismo producto.		

PREPARACIÓN DE SOLUCIONES

(Etiquetar cada una de las soluciones al terminar su preparación)

I. Soluciones para la práctica 3.

Determinación de vitamina C con yodo

1. *Solución buffer de ácido acético/acetato a pH = 3.5:* Colocar 100 mL de agua destilada hervida en un vaso de precipitados de 250 mL y agregar 5 mL de ácido acético concentrado. Colocar el electrodo de vidrio combinado conectado al pHmetro y posteriormente adicionar gota a gota NaOH 1M con agitación constante hasta ajustar a un pH = 3.5. Aforar a 250 mL
2. *Indicador de almidón al 1 %.* Mezclar 0.5 g de almidón soluble con 30 mL de agua, añadir la mezcla a 100 mL de agua en ebullición, hervir durante 3 minutos y dejar enfriar.
3. *Solución de yodo estandarizada 0.003M.* En caso de contar con una solución valorada de Yodo 0.1N, tomar 6 mL de esta solución y aforar a 100 mL con agua destilada.

II. Soluciones para la práctica 4. Determinación de fluoruros

Para preparar las soluciones (y eliminar la posible absorción de fluoruros en el material de vidrio) lavar perfectamente el material y enjuagar por varios minutos en HNO₃ al 10 %, posteriormente enjuagar con abundante agua de la llave y, finalmente, con agua destilada y desionizada.

1. *Solución buffer de ajuste de fuerza iónica total.* Medir con una probeta 100 mL de agua destilada y verter en un vaso de precipitados de 250 mL. Añadir 10 mL de ácido acético glacial medido con una pipeta graduada. Posteriormente, agregar 12 g de NaCl y 2 g de citrato de

sodio. Agitar hasta obtener todos los constituyentes en disolución. A continuación, añadir lentamente NaOH 5M hasta que el pH se sitúe alrededor de 5. Para terminar, llevar a un aforo de 500 mL con agua desionizada.

2. *Solución stock de fluoruro.* Colocar aproximadamente 2 g de fluoruro de sodio en un vidrio de reloj, desecar en la estufa a 120°C durante 4 horas y dejar enfriar. Pesar 50 mg, disolver y aforar en 25 mL.

FUENTES CONSULTADAS

Harris, D. C. (1999). *Análisis químico cuantitativo*. México: Grupo Editorial Iberoamérica.

Ringbom, A. (1979). *Formación de complejos en Química Analítica*. Madrid: Alhambra.

Skoog, D. & West, D. (1988). *Química Analítica*. Madrid: McGraw-Hill/Interamericana.

Smith, R. & Martell, A. (1989). *Critical Stability Constants*. EEUU: Plenum Press.

SEDUE, (1988). *Reglamento de la Ley General de Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente en Materia de Residuos Peligrosos*. Diario Oficial de la Federación.

Basett, R. C. (1980). *Biological Monitoring Methods for Industrial Chemicals*. Biomedical Publications, Davis, c.a. p.p. 140-143.

NORMAS

Norma Oficial Mexicana

NOM-166-SSA1-1997, *Para la organización y funcionamiento de los laboratorios clínicos.*

NOM-009-STPS-1993, *Relativa a las condiciones de seguridad e higiene para el almacenamiento, transporte y manejo de sustancias corrosivas, irritantes y tóxicas en los centros de trabajo.*

NOM-012-STPS-1993, *Relativa a las condiciones de seguridad e higiene en los centros de trabajo donde se produzcan, usen, manejen, almacenen o transporten fuentes generadoras o emisoras de radiaciones ionizantes.*

NOM-114-STPS-1994, *Sistema para la identificación y comunicación de riesgos por sustancias químicas en los centros de trabajo.*

NOM-052-ECOL-1993, *Que establece las características de los residuos peligrosos, el listado de los mismos y los límites que hacen a un residuo peligroso por su toxicidad al ambiente.*

***Química analítica aplicada
(Manual de laboratorio para BQD)***

Atendiendo la diversidad de actividades del campo laboral del licenciado en BQD desarrolladas tanto en centros de investigación científica, centros educativos y laboratorios, se pretende que el alumno desarrolle conocimientos básicos y sólidos, que le permitan construir un sentido crítico. Por ello, las actividades encontradas aquí están enfocadas al estudio de la influencia del amortiguamiento sobre las propiedades físico-químicas de las sustancias que participan en reacciones en los medios homogéneo y heterogéneo.

colección: manuales de ciencias biológicas, químicas y de la salud

