

**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN**



QUÍMICA ANALÍTICA I (PRÁCTICAS DE LABORATORIO)

QUÍMICA INDUSTRIAL



Edición **UNAM** **es** **FESC**



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

QUÍMICA ANALÍTICA I (PRÁCTICAS DE LABORATORIO)

QUÍMICA INDUSTRIAL

Ma. Guadalupe Pérez-Caballero
Delia Reyes Jaramillo
Sonia Rincón Arce
Adriana Morales Pérez

**Asignatura:
Clave: 1313**

**Carrera: Química Industrial
Clave: 105**

Captura de texto: Angélica Villegas González
Diagramas ecológicos: Elizabeth Cruz Ruiz

Revisión: Enero 2012
Vigencia: 2012-II



	Página
Introducción	7
Objetivos	8
Puntos mínimos que debe incluir un reporte	8
Puntos mínimos que debe incluir un protocolo	10
Bibliografía para el curso	11
Certificación de la enseñanza experimental	12
Reglamento interno de laboratorio	13
Manejo y tratamiento de residuos	15
Calendario de actividades	16
Evaluación	17
Prácticas de laboratorio y unidades temáticas	18
Prácticas	21
Practica 1: Uso y manejo de la balanza analítica y preparación de soluciones	23
Práctica 2: Uso del potenciómetro en las mediciones de pH	25
Práctica 3: Experiencia cualitativa de ácido-base sobre su fuerza y acidez	28
Práctica 4: Soluciones amortiguadoras de pH	33
Práctica 5A: Determinación de la acidez total en vinagre	37
Práctica 5B: Determinación de carbonato ácido de sodio	41
Proyecto 1: Determinación de un analito con propiedades ácidas o básicas en una muestra comercial	45
Práctica 6: Formación y estabilidad de complejos metálicos	47
Práctica 7: Determinación de calcio en un medicamento	53
Proyecto 2: Determinación de un analito en una muestra comercial mediante una complejométrica	56
Práctica 8: Predicción de la espontaneidad de las reacciones redox	57
Práctica 9: Determinación indirecta de hipoclorito de sodio en un blanqueador	61
Práctica 10: Determinación de Fe (II) en una muestra comercial	69
Proyecto 3: Determinación de un analito en una muestra comercial mediante una valoración redox	74
Apéndices	75
Contenido temático de la asignatura Química Analítica I	76
Serie de problemas: Estequiometría	78
Serie de ácido-base	81
Serie de complejos	85
Serie de óxido-reducción	87



INTRODUCCIÓN

La importancia de la Química Analítica es de una vigencia predominante. Su fundamento tiene origen en conceptos sustentados principalmente en la fisicoquímica; de hecho, es una aplicación de ésta.

El presente curso constituye el primer contacto de los alumnos de la carrera de Químico Industrial con la química analítica. El plan de estudios considera cuatro asignaturas que incluyen el estudio del equilibrio químico de una partícula en medio acuoso de sistemas multirreaccionantes de dos partículas con amortiguamiento múltiple, diversas técnicas de separación, así como técnicas instrumentales. La aplicación y uso adecuado de los métodos analíticos requiere del dominio de los equilibrios en solución.

Sin duda, el dominio de la Química Analítica es la columna vertebral en el ejercicio profesional de los químicos industriales. Su principal campo de influencia se centra en la correcta aplicación de los métodos analíticos y en el diseño de otros métodos, considerando los recursos disponibles. Asimismo, se encuentra en el control y análisis de matrices de distinta naturaleza tales como alimentos, agua, aire, aleaciones, pinturas, polímeros, etc. De esta manera, el papel del químico industrial es determinante para el desarrollo, transferencia y asimilación de los procesos tecnológicos. El éxito en esta actividad depende de la comprensión del comportamiento de los procesos químicos, lo cual es posible gracias al conocimiento de la Química Analítica moderna.

Dra. Guadalupe Pérez-Caballero

El presente manual ha sido corregido, mejorado y aumentado gracias al apoyo de la DGAPA al Proyecto PAPIIME 207606: RENOVACIÓN Y FORTALECIMIENTO DE LA ENSEÑANZA EXPERIMENTAL DE LAS ASIGNATURAS DE QUÍMICA ANALÍTICA DE LA CARRERA DE QUÍMICO INDUSTRIAL.



OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL DE LA ASIGNATURA

Al finalizar el curso los alumnos serán capaces de establecer y calcular una aproximación adecuada para las condiciones de equilibrio termodinámico de sistemas ácido-base (Brønsted) y de coordinación y redox considerando el efecto del pH (sistemas de tres componentes), al utilizar el modelo de equilibrio representativo. También serán capaces de explicar los resultados experimentales de las técnicas que permiten el estudio del equilibrio en métodos de análisis químico en sistemas químicos de tres componentes y en sistemas redox de cuatro componentes.

OBJETIVOS DEL CURSO EXPERIMENTAL

Dado que la química analítica es eminentemente práctica, las actividades experimentales de laboratorio constituyen una poderosa herramienta para que los alumnos adquieran conocimientos. El curso experimental está conformado por siete prácticas convencionales y proyectos. El desarrollo de las prácticas convencionales permite a los alumnos trabajar de manera activa y colectiva con objeto de confirmar los conceptos, teorías y postulados científicos de la clase teórica. Además, la realización de los tres proyectos para analizar una muestra real fomenta que los alumnos propongan, en equipo, el método analítico a seguir por medio de una investigación bibliográfica y de los conocimientos adquiridos en la sección teórica para la resolver un problema real.

PUNTOS MÍNIMOS QUE DEBE DE INCLUIR UN REPORTE

La realización de un reporte es el inicio para lograr el dominio de una buena redacción científica. El mejor experimento del mundo puede tener poco o ningún valor si no puede comunicarse a otras personas con una redacción clara y atractiva. Aunque la comunicación puede ser oral, en la mayoría de los casos la gente se entera del trabajo científico por medio del lenguaje escrito, es decir, de páginas impresas. De ahí la importancia de desarrollar la habilidad para redactar en un documento, de forma adecuada, clara y precisa, los resultados y conocimientos adquiridos a partir de estos.

Éstas son las secciones esenciales que forman un reporte:

Introducción

Al iniciar la redacción, debe expresarse la importancia de la práctica correspondiente. En este punto pueden citarse las referencias que sustentan nuestras ideas.

Objetivos

Éste es uno de los puntos más importantes de la práctica. Su redacción debe ser clara, ya que contiene la razón de ser del trabajo experimental. Debe responder a las interrogantes *de qué, por qué, para qué y cómo*.



Procedimiento (únicamente en reportes de proyectos)

En este apartado se incluyen los siguientes puntos:

- Bosquejo del procedimiento: debe ser lo más claro posible, y sobre todo, conciso.
- Detalles de las mediciones que van a realizarse.
- Precauciones. Este apartado es opcional. En él se incluyen, generalmente, los cuidados que deben tenerse en el manejo de la muestra o equipos que van a utilizarse.
- Diagramas de flujo: en este apartado debe realizarse una esquematización de la parte experimental del reporte, y el diagrama debe ser lo suficientemente claro para que al analizarlo, el lector tenga una idea precisa de la experimentación.

Resultados

- Valores medidos: por lo general en esta sección se reportan las variables medidas utilizando tablas. Por ejemplo $\text{pH} = f(\text{ml de HCl})$.
- Cálculo de las desviaciones estándar: para este apartado no es posible realizar el cálculo de las incertidumbres de los valores medidos, por ello siempre es recomendable realizar varias mediciones, ya que diversas lecturas de una misma perturbación del sistema pueden indicarnos si alguna de ellas es incorrecta.
- Gráficas: la presentación debe realizarse manera adecuada. Es decir, debe escogerse correctamente la escala de los ejes, y en el caso de varias representaciones en la misma gráfica, es necesario establecer las diferencias correspondientes. Finalmente, deben colocarse en cada eje los valores que se están graficando, así como el título de la gráfica.
- Tablas: ayudan a presentar los resultados experimentales de forma resumida y ordenada.

Análisis de resultados

- Comparación entre el modelo propuesto y los resultados experimentales.
- Consecuencias de las discrepancias entre el modelo y los resultados experimentales.
- Explicar las discrepancias existentes
- Obtención de la concentración de la solución problema (en caso de que sea necesario realizarla).

Conclusiones

En las conclusiones deben incluirse las razones por las que el modelo teórico se explica o no mediante la información experimental (si es el caso).

Bibliografía

Debe incluirse toda la bibliografía consultada.



PUNTOS MÍNIMOS QUE DEBE INCLUIR UN PROTOCOLO

¿Qué es un proyecto?

En este laboratorio se entenderá como proyecto el conjunto de acciones que se planifican en equipo para resolver un determinado problema (análisis de una muestra real) aplicando los conocimientos adquiridos, y también a partir de la consulta y análisis crítico de la literatura.

Para llevar a cabo dicho proyecto es necesario elaborar un protocolo, de acuerdo con los siguientes pasos:

1. Planteamiento del problema

En este paso, el estudiante definirá el problema (la muestra real por analizar) que desea solucionar y los asesores lo guiarán para que comprenda, de manera clara y precisa, los objetivos que pretende alcanzar al finalizar del proyecto. La definición del problema puede realizarse ya sea a partir de una revisión bibliográfica o bien, a sugerencia de los profesores.

2. Investigación bibliográfica

Una vez definido el problema, el estudiante se apoyará en la información contenida en la bibliografía a su disposición (libros, artículos, tesis, etc.), para tener mayor conocimiento del tema y plantear la hipótesis.

3. Hipótesis

El estudiante planteará la hipótesis, es decir, una suposición anticipada de lo que espera obtener, de manera que le permita la interpretación de los resultados experimentales en un fenómeno que ocurre. Su valor reside en la capacidad de establecer relaciones entre los hechos y de esta manera explicar por qué se producen.

4. Metodología experimental

La metodología experimental pretende que el estudiante proponga un trabajo experimental ordenado que le permita evaluar la validez de su hipótesis. Para ello tendrá que considerar los métodos analíticos con los que cuenta en el laboratorio, así como el material y el tiempo para su desarrollo. Por consiguiente, debe tomar en cuenta los aspectos siguientes:

- a) Equipo: considerar el uso de los equipos con los que cuenta la sección de química analítica.
- b) Reactivos: es necesario verificar que los reactivos a utilizar existan en el laboratorio, o bien, en el almacén de la sección de química analítica. En caso contrario, consultar con los profesores la posibilidad de sustituirlos por otros equivalentes.
- c) Preparación de soluciones: considerar cuidadosamente las cantidades que se utilizarán durante el desarrollo experimental para evitar el desperdicio o la falta de soluciones.



- d) Procedimiento experimental: debe basarse en la información encontrada en la bibliografía consultada o en las propuestas personales, y consiste en la descripción detallada de la experimentación.
- e) Diagrama de flujo: debe incluir la asignación de actividades para cada una de las personas que integran el equipo de trabajo, así como una estimación del tiempo que tomará cada actividad. No debe olvidarse que existen actividades que pueden realizarse en forma paralela, lo que permite optimizar el tiempo.

5. Bibliografía



CERTIFICACIÓN DE LA ENSEÑANZA EXPERIMENTAL

Actualmente, en la FESC-UNAM la calidad de la ENSEÑANZA EXPERIMENTAL está certificada de acuerdo con los procesos establecidos en el SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD de nuestra Facultad (SGC-C-FESC). Este proceso genera acciones para una mejora continua, según el documento PG02-FESC y de acuerdo con la norma mexicana **ISO 9001:2008**.

Por ello son de suma importancia todas las aportaciones, y los alumnos pueden expresar sus opiniones o quejas en relación con la enseñanza experimental que reciben. Para tal fin, todos los alumnos pueden comunicar sus quejas y opiniones por medio de dos vías:

1. Al correo electrónico: buzonanalitica@yahoo.com.mx
2. Mediante el buzón de quejas ubicado en la sección de química analítica.

Por cualquier duda al respecto, pueden comunicarse con los siguientes profesores:

Q. Sonia Rincón Arce (responsable de la sección).
M.C. Enrique Ramos López (responsable de calidad).
Dra. Ma. Guadalupe Pérez-Caballero (responsable de asignatura).



REGLAMENTO INTERNO DE LABORATORIO

1. El uso de bata y lentes de seguridad es obligatorio. No es permitido quitarse el equipo de seguridad durante la sesión experimental.
2. Deberán conservarse limpias las instalaciones (en especial las campanas de extracción, las canaletas y las tarjas de las mesas de laboratorio), el material y el equipo de trabajo (incluyendo las balanzas analíticas) desde el inicio y hasta el final de cada sesión experimental.
3. Deberá guardarse orden y disciplina dentro del laboratorio y durante la sesión experimental. Queda prohibida la entrada a personas ajenas al mismo.
4. Queda estrictamente prohibido fumar y consumir alimentos dentro del laboratorio, ya que gran parte de las sustancias químicas empleadas son inflamables y/o tóxicas.
5. Antes de trabajar es importante que el usuario conozca las características de las sustancias químicas que va a utilizar para que pueda manipularlas adecuadamente (consultar fichas de seguridad).
6. Para la extracción de líquidos que contengan sustancias químicas deberán emplearse perillas de hule y nunca succionarlos con la boca.
7. Los reactivos químicos no deberán manipularse con las manos, deben utilizarse los implementos adecuados para esta actividad como pipetas, espátulas, cucharas, etc.
8. Después de manipular sustancias químicas, es necesario lavarse las manos con agua y jabón.
9. Si se utilizan mecheros, parrillas o cualquier otro aparato, se deberá estar atento durante su manipulación para evitar cualquier accidente.
10. En caso de ingestión o derrame de sustancias, o cualquier otro accidente dentro del laboratorio, éste deberá notificarse al asesor o laboratorista del grupo, previa consulta de las fichas de seguridad.
11. Al término de la sesión experimental, las disoluciones empleadas deberán regresarse a su lugar de resguardo ubicado en el anaquel.
12. Los desechos resultantes de cada experimento deberán eliminarse adecuadamente, previa consulta de las fichas de seguridad y con apoyo del asesor.
13. Cuando no pueda ser eliminado, el desecho deberá resguardarse en un contenedor adecuado y debidamente etiquetado. Colocarlo posteriormente en el anaquel destinado para ello.
14. 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 (de la 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.



15. Es responsabilidad del alumno revisar el estado en que recibe el material, ya que al término de la sesión experimental debe regresarlo en buenas condiciones y perfectamente limpio.
16. 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.
17. Los alumnos que adeuden material de laboratorio deberán reponerlo en el menor tiempo 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.
18. El número máximo de alumnos que podrá permanecer en el cuarto de balanzas corresponderá al número de balanzas disponibles.
19. Cuando se asigne a los alumnos una gaveta en el laboratorio, queda prohibido forzarla por razones de olvido o pérdida de la llave. Deberán solicitar la apertura al responsable del laboratorio, previa autorización del profesor del grupo en el que están inscritos los alumnos. La gaveta podrá utilizarse hasta la semana 15 del semestre, por lo que deberán desocuparla durante dicha semana.

Cuautitlán Izcalli, agosto del 2011.



MANEJO Y TRATAMIENTO DE RESIDUOS

La generación de residuos, peligrosos o no, constituye un problema que afecta a la mayoría de los sectores productivos del país. Por ello, debe identificarse y gestionarse correctamente conforme a la ley (Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente y su Reglamento en materia de residuos peligrosos).

De acuerdo con la Norma Oficial Mexicana **NOM-052-SEMARNAT-2005** (que establece las características, el procedimiento de identificación, clasificación y los listados de los residuos peligrosos), el procedimiento para determinar si un residuo es peligroso es ubicarlo dentro de los límites máximos permisibles para los constituyentes tóxicos (tabla 1).

No. CAS	Contaminante	LMP ² (mg/mL)
CONSTITUYENTES INORGÁNICOS (METALES)		
7440-38-2	Arsénico	5.0
7440-39-3	Bario	100.0
7440-43-9	Cadmio	1.0
7440-47-3	Cromo	5.0
7440-97-6	Mercurio	0.2
7440-22-4	Plata	5.0

Tabla 1. Límites máximos permisibles de contaminantes metálicos

Parte del objetivo del curso es que el alumno adquiera el conocimiento básico para identificar la generación de residuos en cada una de las prácticas, ya que el reto en el presente y en el futuro consiste en la explotación eficaz de los recursos procedentes de residuos, y en la reducción del impacto ambiental, por lo cual es importante contar con lo siguiente en el laboratorio:

1. Bitácora
2. Etiquetación de los residuos
3. Plan de manejo para residuos el cual consiste en:
 - Sistema de recolección
 - Sistema de tratamiento
 - Sistema de almacenamiento
 - Sistema de transporte
 - Sistema de disposición final.
4. Normas oficiales mexicanas, así como proyectos de norma, por ejemplo:
 - Norma Oficial Mexicana NOM-002-SEMARNAT I-1996, que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales a los sistemas de alcantarillado urbano o municipal.
 - Norma Oficial Mexicana NOM-001-SEMARNAT -1996, que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas residuales en aguas y bienes nacionales.





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

CALENDARIZACIÓN

**CODIGO: FPE-CQ-DEX-01-02;
FPE-CQ-DEX-03-02; FPE-CQ-
DEX-04-02.**

N° de REVISIÓN: 0

Grupo: _____ **Carrera:** Químico Industrial **Periodo:** _____

SEMANA	ACTIVIDAD	FECHA	OBSERVACIONES
1	Práctica 1. Presentación plan de trabajo, ejercicios. Aplicación de examen diagnóstico Uso y manejo de la balanza analítica. Preparación de soluciones de la práctica 2		
2	Práctica 2. Funcionamiento de los electrodos de vidrio y de referencia. Uso del potenciómetro en las mediciones de pH		Cuestionario previo (C. P. 2)
3	Práctica 3. Experiencia cualitativa ácido-base sobre fuerza y acidez		Reporte de la práctica 2 y C. P. 3
4	Práctica 4. Soluciones amortiguadoras de pH		Reporte de la práctica 3, y C. P. 4
5	Cuantitativa ácido-base Práctica 5A. Determinación de ácido acético en vinagre Práctica 5B. Determinación de bicarbonato en una muestra comercial		Reporte de la práctica 4 y protocolo del proyecto 1
6	Realización experimental del proyecto 1 ácido-base		Reporte de la práctica 5A y 5B
7	Sesión de ejercicios		Reporte del proyecto 1
8	Examen Práctica 6. Cualitativa de complejos: formación y estabilidad de complejos.		Entrega del C. P. 6
9	Práctica 7. Cuantitativa complejos: determinación de Ca en un medicamento con EDTA		Reporte de la práctica 6, C. P. 7 y protocolo proyecto 2
10	Realización experimental del proyecto 2 de complejos.		
11	Sesión de ejercicios		Reporte del proyecto 2

12	Examen Práctica 8. Predicción de la espontaneidad en las reacciones redox (cualitativa)		C.P. 8
13	Práctica 9. Cuantitativa de óxido-reducción. Determinación de hipoclorito de sodio de una sal ferrosa en un producto comercial		Reporte de la práctica 8 y C. P. 9
14	Realización experimental del proyecto 3 de óxido-reducción.		Reporte de la práctica 8
15	Sesión de ejercicios		Reporte del proyecto 3
16	Examen		

Guadalupe Pérez Caballero

EVALUACIÓN

Los porcentajes para cada actividad de laboratorio por bloque se presentan en la siguiente tabla:

Actividad	Porcentaje	Porcentaje Final
1. Prácticas o proyectos		60
2. Cuestionario previo o protocolo	10	40
1. Trabajo de laboratorio	10	
2. Reporte	40	
3. Exámenes		
4. Total		100

Tabla 2. Porcentajes para cada actividad de laboratorio por bloque



Entrega de reportes o protocolos

- El protocolo o reporte debe ser entregado en la fecha indicada. Por cada día de retraso en la entrega, la calificación disminuye un punto.
- Para promediar las calificaciones del laboratorio, debe aprobarse al menos dos exámenes.
- La entrada al laboratorio es a la hora indicada. Para tener asistencia se tendrá una tolerancia máxima de 15 minutos. El porcentaje mínimo de asistencias es 80%. Los protocolos que se realicen para cada proyecto, deberán ser aprobados por los asesores antes de que el proyecto sea llevado a cabo.
- Cabe mencionar que esta edición cuenta con cuatro series: *cálculos estequiométricos, ácido-base, complejos y óxido reducción*; éstas serán de suma utilidad al estudiante para ejercitarse en la resolución de cálculos químicos y problemas relacionados con el curso.

No. práctica	Título de la práctica	Unidad temática
1	USO Y MANEJO DE LA BALANZA ANALÍTICA Y PREPARACIÓN DE SOLUCIONES	1. INTRODUCCIÓN
2	MEDICIÓN DEL pH MEDIANTE EL USO DEL POTENCIÓMETRO	1. INTRODUCCIÓN
3	EXPERIENCIA CUALITATIVA DE ÁCIDO-BASE SOBRE FUERZA Y ACIDEZ	2. EQUILIBRIOS ÁCIDO-BASE 2.1 Fuerza y acidez
4	SOLUCIONES AMORTIGUADORAS DE pH	3. MEZCLAS: EQUILIBRIOS DE INTERACCIÓN Y DE REACCIÓN EN ÁCIDO-BASE 3.1 Mezclas de interacción. Mezcla de un ácido y su base conjugada débiles: solución amortiguadora Poder de amortiguamiento



5	- DETERMINACIÓN DE LA ACIDEZ TOTAL EN VINAGRE - DETERMINACIÓN DE CARBONATO ÁCIDO DE SODIO (BICARBONATO DE SODIO) EN UNA MUESTRA COMERCIAL	3. MEZCLAS: EQUILIBRIOS DE INTERACCIÓN Y DE REACCIÓN EN ÁCIDO-BASE 3.2 Mezclas de reacción Valoraciones de ácidos y bases
6	FORMACIÓN Y ESTABILIDAD DE COMPLEJOS METÁLICOS	4. EQUILIBRIOS DE COMPLEJACIÓN 4.1 Estabilidad de complejos
7	DETERMINACIÓN DE CALCIO EN UN SUPLEMENTO (CALTRATE 600)	5. MEZCLAS: EQUILIBRIOS DE INTERACCIÓN Y DE REACCIÓN EN COMPLEJOS 5.1 Mezclas de reacción Valoraciones complejométricas
8	PREDICCIÓN DE LA ESPONTANEIDAD LAS REACCIONES REDOX	6. EQUILIBRIOS DE ÓXIDO-REDUCCIÓN 6.1 Escala de predicción de reacciones en función del potencial normal (E°)
9	DETERMINACIÓN INDIRECTA DE HIPOCLORITO DE SODIO EN UN BLANQUEADOR COMERCIAL	7. MEZCLAS, ESTADO DE EQUILIBRIO Y CÁLCULO DE POTENCIAL 7.1 Mezclas de reacción Valoraciones redox por retroceso 7.2 Mezclas de reacción Valoraciones redox directa
10	DETERMINACIÓN POTENCIOMÉTRICA DE Fe (II) EN UNA MUESTRA COMERCIAL	

Tabla 3. Prácticas de laboratorio y unidades temáticas



PRÁCTICAS



PRÁCTICA 1

USO Y MANEJO DE LA BALANZA ANALÍTICA Y PREPARACIÓN DE SOLUCIONES

1. Introducción

Los pasos secuenciales para el uso correcto de la balanza analítica en la determinación de la masa, es una operación que constituye un paso determinante en cualquier método analítico.

2. Objetivo

Recordar el uso y manejo de la balanza analítica mediante la determinación de la masa de diferentes objetos, así como la preparación de diversas soluciones de concentración conocida a partir de la dilución de otras más concentradas.

3. Parte experimental

Equipo

- 1 balanza granataria, balanza analítica

Material por equipo

- 2 vasos de precipitado de 50 mL
- 2 pissetas
- 6 pipetas volumétricas de 10 mL
- 3 pipetas volumétricas de 1 mL
- 8 matraces volumétricos de 100 mL
- 1 pipeta graduada de 1 mL
- 1 espátula
- 2 vasos de precipitado de 50 mL
- 1 propipeta

4. Procedimiento experimental

a) Manejo de la balanza analítica:

El alumno recordará el uso y manejo de la balanza analítica mediante la determinación de la masa de diferentes objetos con el apoyo de los asesores.



b) Preparación de las disoluciones:**4.1. Soluciones (por grupo):**

Solución (M)	Concentraciones			
NaOH	0.1	0.01	0.001	0.0001
HCl	0.1	0.01	0.001	0.0001

1) Soluciones de hidróxido de sodio

A partir de NaOH 0.1M, se preparan las soluciones de NaOH indicadas en la tabla 1:

Tabla 1. Preparación de soluciones de NaOH a diferentes concentraciones

Volumen de solución	Volumen de aforo	Concentración final (M)
10.0 mL NaOH 0.1 M	100 mL	
1.0 mL NaOH 0.1 M	100 mL	
10.0 mL NaOH 0.001 M	100 mL	

Calcular y anotar las concentraciones finales de NaOH en la tabla 1.

2) Solución de ácido clorhídrico aproximadamente 0.1M

Medir el volumen de ácido clorhídrico necesario para preparar 100 mL de HCl 0.1M. A partir de esta solución, realizar las siguientes diluciones:

Tabla 2. Preparación de soluciones de HCl a diferentes concentraciones

Volumen de solución	Volumen de aforo	Concentración final (M)
10.0 mL HCl 0.1 M	100 mL	
1.0 de mL HCl 0.1 M	100 mL	
10.0 mL HCl 0.001 M	100 mL	

Calcular y anotar las concentraciones finales de HCl en la tabla 2.

Nota importante: Las disoluciones preparadas en esta práctica se guardarán para el desarrollo de la práctica 2.



PRÁCTICA 2

MEDICIÓN DEL pH MEDIANTE EL USO DEL POTENCIÓMETRO

1. Introducción

La medición de un pH en medio acuoso usando un potenciómetro, es una operación muy frecuente en Química Analítica. Este método determina el pH midiendo el potencial generado (en milivolts) por un electrodo indicador de membrana de vidrio, el cual se compara contra un electrodo de referencia de potencial constante e independiente del pH. Los electrodos de referencia más utilizados son el de plata con cloruro de plata o bien el de calomel, ambos saturados con cloruro de potasio. Este par de electrodos puede presentarse como dos electrodos físicamente separados, o bien como un sistema combinado.

2. Objetivo

Conocer el uso y manejo del potenciómetro, a través de la medición de pH de algunas disoluciones, para verificar el comportamiento del electrodo de vidrio como parte fundamental del potenciómetro en las mediciones pH-métricas.

3. Actividades previas a la práctica

- 1) ¿Qué tipo de electrodos se utilizan para la medición de pH? y ¿cómo se realiza la calibración del potenciómetro para realizar mediciones pH-métricas?
- 2) ¿Cómo funciona el electrodo de vidrio y el electrodo de calomel?
- 3) ¿Qué se entiende por la eficiencia de un electrodo de vidrio?

4. Parte experimental

Material por equipo

- 5 vasos de precipitado de 50 mL
- 1 pH-metro
- Electrodo de vidrio
- Electrodo de Calomel
- 1 piseta
- Agitador magnético

4.1 Procedimiento experimental

Uso y manejo del potenciómetro en la medición de pH

- Calibrar el potenciómetro utilizando una o dos soluciones amortiguadoras de pH conocido, según las indicaciones del profesor.



- Usando el potenciómetro realizar la medición del pH y el potencial (E) para las soluciones de NaOH y HCl, preparadas en la práctica 1.
- Anotar los resultados en las tablas 1 y 2.

Tabla 3. Resultados de pH y ΔE para las soluciones de HCl y NaOH.

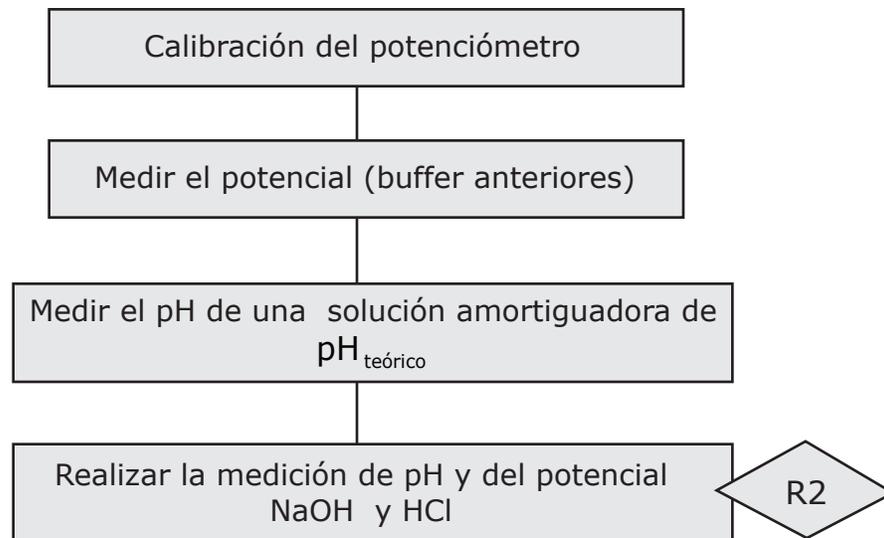
	pH	ΔE (mv)
HCl (M)		
Concentración aproximada		
0.1		
0.01		
0.001		
0.0001		
NaOH (M)		
Concentración aproximada		
0.1		
0.01		
0.001		
0.0001		

5. Puntos mínimos del reporte

- 1) Tomando en cuenta los resultados obtenidos en ambos experimentos (tabla 1), construir la curva $\Delta E_{\text{promedio}} = f(\text{pH}_{\text{promedio}})$ para todo el intervalo de pH. Determinar la ecuación de la recta.
- 2) De acuerdo con el valor de la pendiente de la recta, concluir con el comportamiento nernstiano del electrodo de vidrio. Tomar en cuenta que para un comportamiento nernstiano, la pendiente se debe aproximar a $m = 0.05916$ a $T = 25 \text{ }^\circ\text{C}$.

Nota: Para la determinación de la ecuación de la recta y los cálculos estadísticos, usar Excel y/o la calculadora.



Diagrama ecológico

R1: Neutralizar y desechar en el drenaje.

R2: Mezclar, neutralizar y desechar en el drenaje.



PRÁCTICA 3

EXPERIENCIA CUALITATIVA DE ÁCIDO-BASE SOBRE FUERZA Y ACIDEZ

1. Introducción

Los ácidos y bases según naturaleza y concentración pueden variar en su fuerza y acidez. Diferenciar estos conceptos y los factores que inciden en ellos, es un conocimiento útil para comprender los equilibrios y cálculos de pH de un ácido o una base en un medio acuoso.

2. Objetivo

Comprender y diferenciar los conceptos de fuerza y acidez de un ácido monoprótico y la relación que existe entre ambos a partir de la medición de pH de soluciones de diferentes ácidos a una misma concentración, y mediante la observación del color que adquiere un indicador en soluciones que contienen un mismo ácido a diferente concentración.

3. Actividades previas a la práctica

- 1) Se tienen los siguientes ácidos HA₁ y HA₂ a una misma concentración C₀, y los valores de pK_a siguientes:



Justificar:

- ¿Cuál de los dos ácidos estará menos disociado?
 - ¿Cuál se comportará como más fuerte?
 - ¿Cuál de las dos soluciones es más ácida?
- 2) Se tienen 3 tubos de ensayo con 5 mL del ácido HA₁ a las concentraciones de 10⁻¹, 10⁻² y 10⁻⁴ M.
- Calcular el grado de disociación y el pH de la disolución del ácido HA₁ en cada tubo.
 - A cada tubo se le agrega una gota de indicador cuyo intervalo de transición es 2.4 ≤ pH ≤ 3.6 y su equilibrio de disociación es:



donde:

HIn presenta un color azul

In⁻ presenta un color amarillo

- Predecir los colores que presentarían las soluciones del punto 2.
- Con base en las respuestas anteriores ¿en cuál disolución el ácido HA₁ se comporta más fuerte y cuál es la disolución más ácida? Justificar la respuesta.



4. Parte experimental

Equipo

- 1 potenciómetro (pH-metro)

Soluciones

- Cloruro de amonio $10^{-1}M$
- Ácido monocloroacético $10^{-1}M$
- Ácido fórmico $10^{-1}M$
- Ácido acético 10^{-1} , 10^{-3} y $10^{-5} M$
- Verde de bromocresol (solución indicadora)

Material por equipo

- 4 vasos de volumen pequeño
- 3 tubos de ensayo
- 1 vaso de precipitado de 250 mL
- 1 piseta con agua destilada
- 2 barras magnéticas
- 1 electrodo combinado de pH
- 1 agitador magnético
- 1 vaso de precipitado de 50 mL



4.1. Procedimiento experimental

PARTE A

Estimación de los pKa's experimentales

Colocar aproximadamente 5 mL de cada ácido 0.1 M en diferentes vasos de volumen pequeño. Medir el pH con un pH-metro previamente calibrado, cuidando limpiar el electrodo al cambiar de disolución.

Tabla 4. Resultados del grupo de pH, α y pKa para cada ácido

Ácido	pH ₁	pH ₂	pH ₃	pH ₄	pH _{promedio}	α	pKa
HCOOH							
ClCH ₂ COOH							
CH ₃ COOH							
NH ₄ ⁺							

PARTE B

La fuerza de un ácido en función de su concentración

Colocar aproximadamente 1 mL de cada una de las concentraciones de ácido acético en diferentes tubos de ensayo. Se agregan 1 o 2 gotas del indicador verde de bromocresol. Observar los cambios en la coloración de las disoluciones.

Datos:

Verde de bromocresol

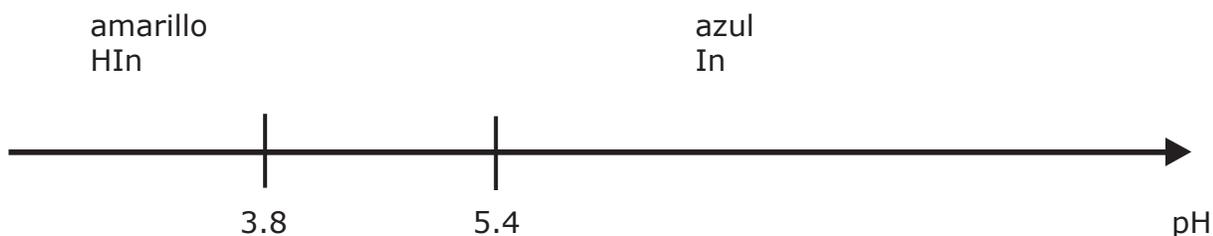


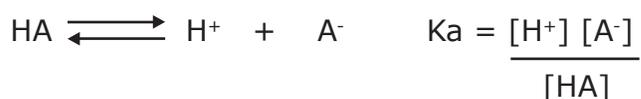
Tabla 5. Resultados teóricos α , pH y color para HAc ($pK_a = 4.76$) en función de C_0

C_0 (M)	α	% α	pH	color
10^{-1}				
10^{-3}				
10^{-5}				

5. Puntos mínimos del reporte

Parte A

Considerando que los ácidos involucrados en el experimento son monopróticos y que su equilibrio de disociación puede representarse como:

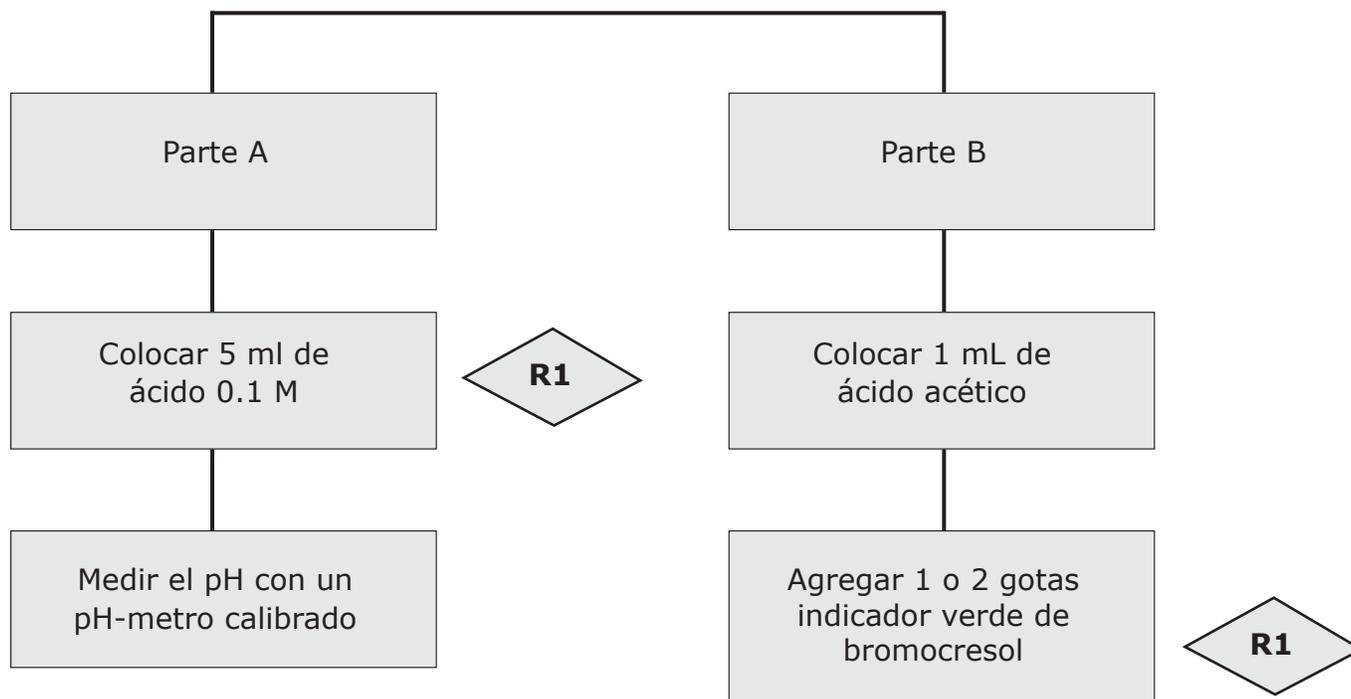


- Estimar el valor de pK_a experimental de cada ácido (tabla 4) y trazar una escala de pH de predicción de reacciones.
- Con base en la escala anterior, establecer la fuerza o estabilidad de los diferentes ácidos. Recordar que los ácidos están a la misma concentración.
- ¿Qué relación existe entre los conceptos de fuerza y acidez para diferentes ácidos que presentan la misma concentración?



Parte B

- De acuerdo con el valor de pK_a teórico (pK_a), calcular el grado de disociación (α), el porcentaje de disociación del ácido ($\% \alpha$), el pH y el color (tabla 5).
- Ordenar en una tabla los valores de pH, α y $\% \alpha$, con su correspondiente concentración.
- ¿Qué relación tiene el cambio de color del indicador con el pH en cada dilución del ácido acético?
- ¿Qué relación existe entre los conceptos de fuerza y acidez de un ácido con respecto a la variación de su concentración?
- ¿Tendrá la misma fuerza el ácido acético en las 3 concentraciones diferentes? Justificar su respuesta
- Mencionar la concentración del ácido, en la que la disolución es más ácida.

Diagrama ecológico

R1 y R2: Neutralizar y desechar en el drenaje.

Nota: de acuerdo con su hoja de seguridad, el verde de bromocresol CAS [76-60-8] es clasificado como una sustancia no peligrosa.



PRÁCTICA 4

SOLUCIONES AMORTIGUADORAS DE pH

1. Introducción

Un sistema amortiguador es una solución que puede prácticamente mantener el pH constante frente a la adición de grandes o moderadas cantidades de ácidos o bases fuertes, es decir, es una solución que contiene especies que neutralizan los cambios de pH. Para que un ser vivo se conserve saludable, muchos de los fluidos del organismo deben mantener su pH dentro de límites muy estrechos de variación. Este objetivo se cumple mediante la creación de un sistema amortiguador.

2. Objetivo

Comprender el mecanismo por el cual una disolución amortiguadora limita los cambios de pH, al adicionarle base o ácido fuerte y constatar que esta propiedad es una función de la concentración o poder de amortiguamiento de la solución reguladora.

3. Actividades previas a la práctica

- 1) ¿Qué es una solución amortiguadora de pH y cuáles son sus características?
- 2) Definir capacidad o poder de amortiguamiento.

Si se desea amortiguar un pH a un valor de 6.8 y se cuenta con disoluciones de concentración 0.1M de las siguientes especies: H_3PO_4 , KH_2PO_4 , K_2HPO_4 , K_3PO_4 . ¿Cuál o cuáles de éstas emplearía y por qué?

Datos: H_3PO_4 pKa's: 2.2, 7.2, 12.3

compuesto	P. M.	% pureza
H_3PO_4	98	85.1
KH_2PO_4	136.09	100
Na_2HPO_4	141.96	100
$\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$	380.14	100

- a) De acuerdo con la respuesta anterior, calcular las concentraciones de cada especie requerida para preparar 250 mL de la solución amortiguadora a pH 6.8, tal que su concentración total sea 0.1 M.



- 3) Mencionar la importancia de las soluciones amortiguadoras.
- 4) Si se mezclan 50 mL de disolución de ácido acético 0.25 M, con 50 mL de una disolución de acetato de sodio 0.15 M:
 - a) Determinar la concentración molar de la solución amortiguadora.
 - b) ¿Cuál es el valor de pH de la solución amortiguadora?

4. Parte experimental

Equipo

- 1 potenciómetro
- 1 electrodo de referencia (calomel)
- 1 electrodo indicador de pH (electrodo de vidrio)

Material por equipo

- 3 vasos de precipitado 100 mL
- 1 bureta de 25 mL
- 1 soporte universal completo
- 1 pipeta volumétrica de 20 mL
- 1 piseta
- 1 agitador magnético

Soluciones

- Solución amortiguadora de ácido acético/acetato 0.60 M
- Solución amortiguadora de ácido acético/acetato 0.20 M
- Solución amortiguadora de ácido acético/acetato 0.05 M
- Solución de NaOH 0.1 M
- Solución de HCl 0.1 M



4.1. Procedimiento experimental

1. Calibrar el potenciómetro.
2. Transferir tres alícuotas de 10 mL de la disolución amortiguadora de ácido acético/acetato 0.60 M, 0.2 M y 0.05 M en diferentes vasos de volumen pequeño, medirle el pH a estas soluciones con el pH-metro.
3. En cada una de las alícuotas de solución amortiguadora, realizar tres adiciones sucesivas de 2 mL a cada solución de NaOH 0.1 M y medir el pH después de cada adición.
4. Transferir tres alícuotas de 10 mL de la solución amortiguadora de ácido acético/acetato 0.60 M, 0.2 M y 0.05 M en diferentes vasos de volumen pequeño, realizar tres adiciones sucesivas de 2 mL cada uno de la solución de HCl 0.1 M, medir el pH después de cada adición.

Tabla 6. Resultados de pH en función de la concentración del amortiguador con diferentes adiciones de NaOH 0.1 M

Concentración amortiguador	0.6 M	0.2 M	0.05 M
NaOH 0.1 M adiciones sucesivas (mL)	pH	pH	pH
0			
2			
4			
6			

Tabla 7. Resultados de pH en función de la concentración del amortiguador con diferentes adiciones de HCl 0.1 M

Concentración amortiguador	0.6 M	0.2 M	0.05 M
HCl 0.1 M adiciones sucesivas (mL)	pH	pH	pH
0			
2			
4			
6			



5. Puntos mínimos del reporte

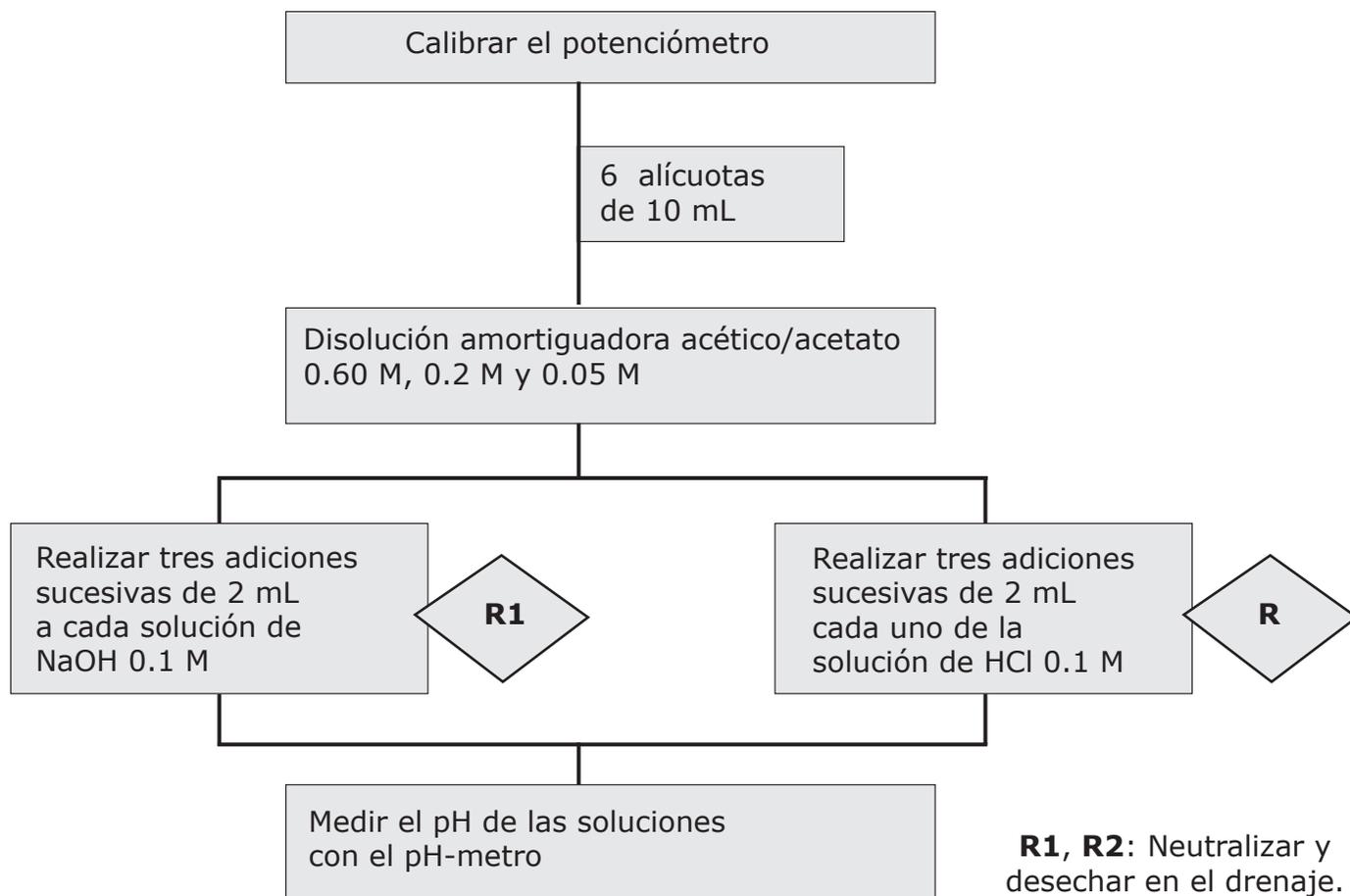
- 1) Las reacciones que ocurren en los sistemas amortiguadores al adicionar NaOH y HCl. Calcular el pH para cada sistema y comparar con el valor experimental.
- 2) Para cada concentración del sistema amortiguador ácido acético/acetato, calcular la capacidad de amortiguamiento, β^1 .
- 3) Conclusiones generales y bibliografía usada.

$$\beta = \frac{dCb}{dpH} = \frac{dCa}{dpH}$$

donde:

dCb = no. moles / L forma básica y dCa = no. moles / L forma ácida que se añaden a la disolución amortiguadora

Diagrama ecológico



¹ La capacidad de amortiguamiento se define como el número de moles de un ácido o de una base fuerte que ocasiona el cambio de 1.00 unidad de pH en 1.00 L de disolución. Matemáticamente está dada por:



PRÁCTICA 5A

DETERMINACIÓN DE LA ACIDEZ TOTAL EN UN VINAGRE (CUANTITATIVA DE ÁCIDO BASE)

1. Introducción

Los vinagres, además de productos como sulfatos, cloruros, dióxido de azufre, colorantes artificiales, etc., contienen diferentes ácidos fijos o volátiles (acético, tartárico, láctico y cítrico, entre otros) si bien el ácido acético es el predominante. La normativa vigente establece que los vinagres comerciales tengan un contenido mínimo de ácidos equivalente al 5% (p/v) de un vinagre.

2. Objetivo

Determinar el grado de acidez (principalmente ácido acético) en vinagre comercial a partir de una valoración ácido-base, utilizando como reactivo titulante el hidróxido de sodio como estándar secundario.

3. Actividades previas a la práctica

- 1) Investigar la preparación de una solución patrón de hidróxido de sodio 0.1 M.
- 2) Investigar el uso de los indicadores en las valoraciones ácido-base.
- 3) Investigar cuando menos dos métodos para la determinación gráfica del punto de equivalencia en una curva de valoración.
- 4) Investigar el montaje experimental para la determinación potenciométrica para una valoración ácido-base.

4. Parte experimental

Equipo

- 1 potenciómetro (pH-metro) con un electrodo combinado de vidrio.

Material por equipo

- 4 vasos de volumen pequeño
- 1 piseta con agua destilada
- 2 vasos de precipitados de 50 mL
- 1 soporte universal con pinzas.
- 1 agitador magnético.
- 1 bureta de 10 mL
- 1 pipeta volumétrica de 5 mL



Soluciones y reactivos

- Solución de hidróxido de sodio 0.1 M
- Soluciones tampón para calibrar el pH-metro
- Indicador de fenolftaleína al 0.5 %

Tabla 8. Datos de vire de la fenolftaleína

Indicador	Intervalo	Color ácido	Color básico
Fenolftaleína	8.3-10.0	Incoloro	Rojo

4.1. Procedimiento experimental

Indicador de fenolftaleína al 0.5 %:

- Se pesan 0.5 g de fenolftaleína, se disuelven en 50-55 mL de alcohol etílico al 96 % y se diluyen hasta 100 mL con agua desionizada.

Solución A:

- Tomar 3 mL de vinagre y aforar a 25 mL con agua destilada.

Valoración con indicador fenolftaleína:

- Tomar por triplicado una alícuota de 5 mL de vinagre y ponerlas en los vasos de volumen pequeño.
- Agregar de 3-4 gotas de indicador fenolftaleína y agregar gota a gota el hidróxido de sodio 0.1M. El punto final corresponde al vire de incoloro a un rosa pálido permanente en la disolución.
- Registrar los volúmenes obtenidos de punto de equivalencia y promediarlos.

Valoración pH-métrica:

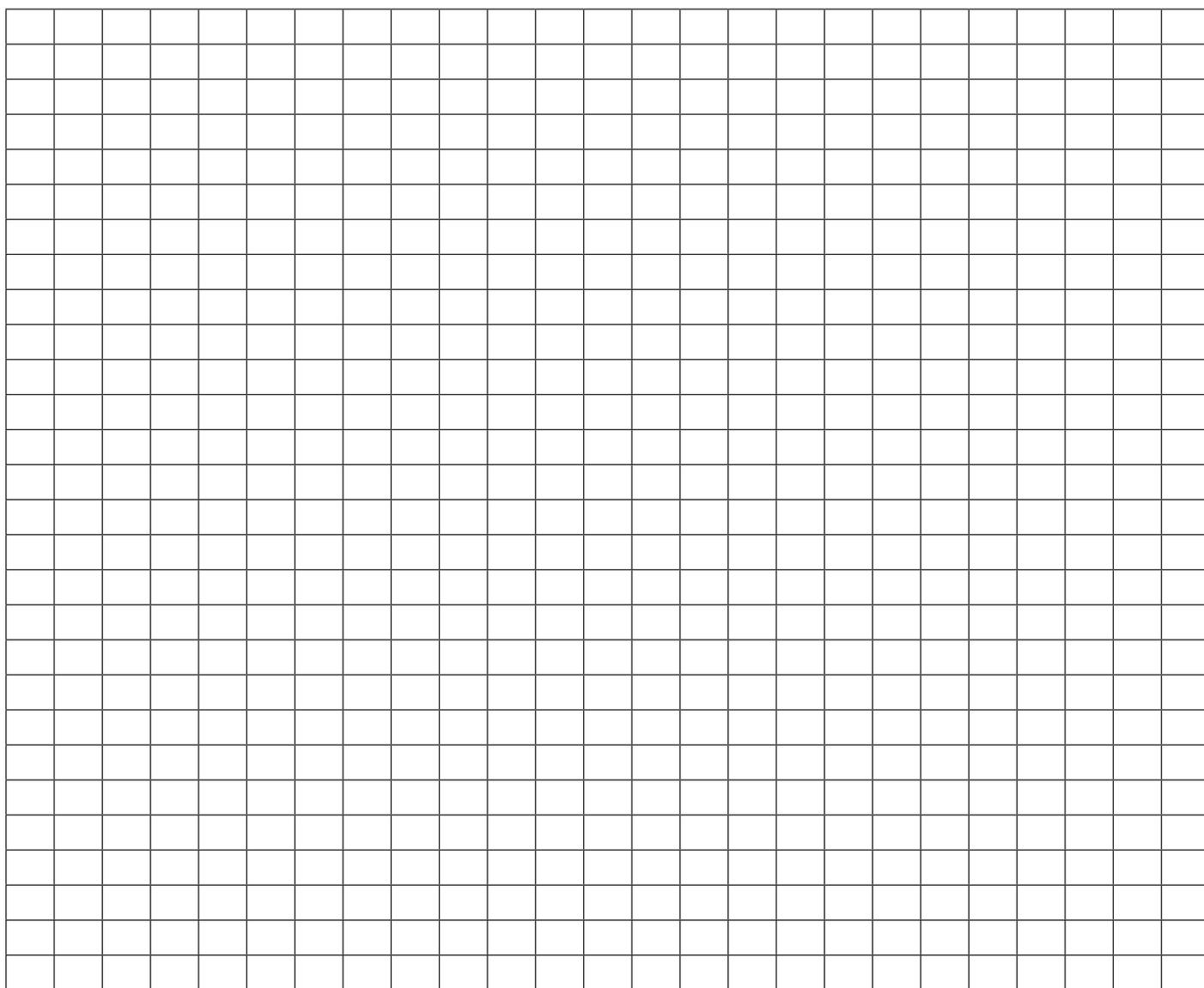
- Introducir con mucho cuidado el electrodo combinado y una barra magnética.
- Calibrar el pH metro con al menos dos soluciones amortiguadoras con agitación.
- Poner una alícuota de 5 mL de la solución A de la muestra de vinagre en un vaso de volumen pequeño y valorarla con hidróxido de sodio 0.1M. Los volúmenes deberán ser agregados con incrementos de 0.5 mL y gota a gota cerca del punto de equivalencia. Agregar un exceso del valorante igual al doble del volumen del punto de equivalencia.
- Registrar las lecturas de pH en función del volumen agregado del valorante.
- Graficar los valores de pH obtenidos en función del volumen del valorante agregado en la hoja anexa, indicando las variables de cada eje.

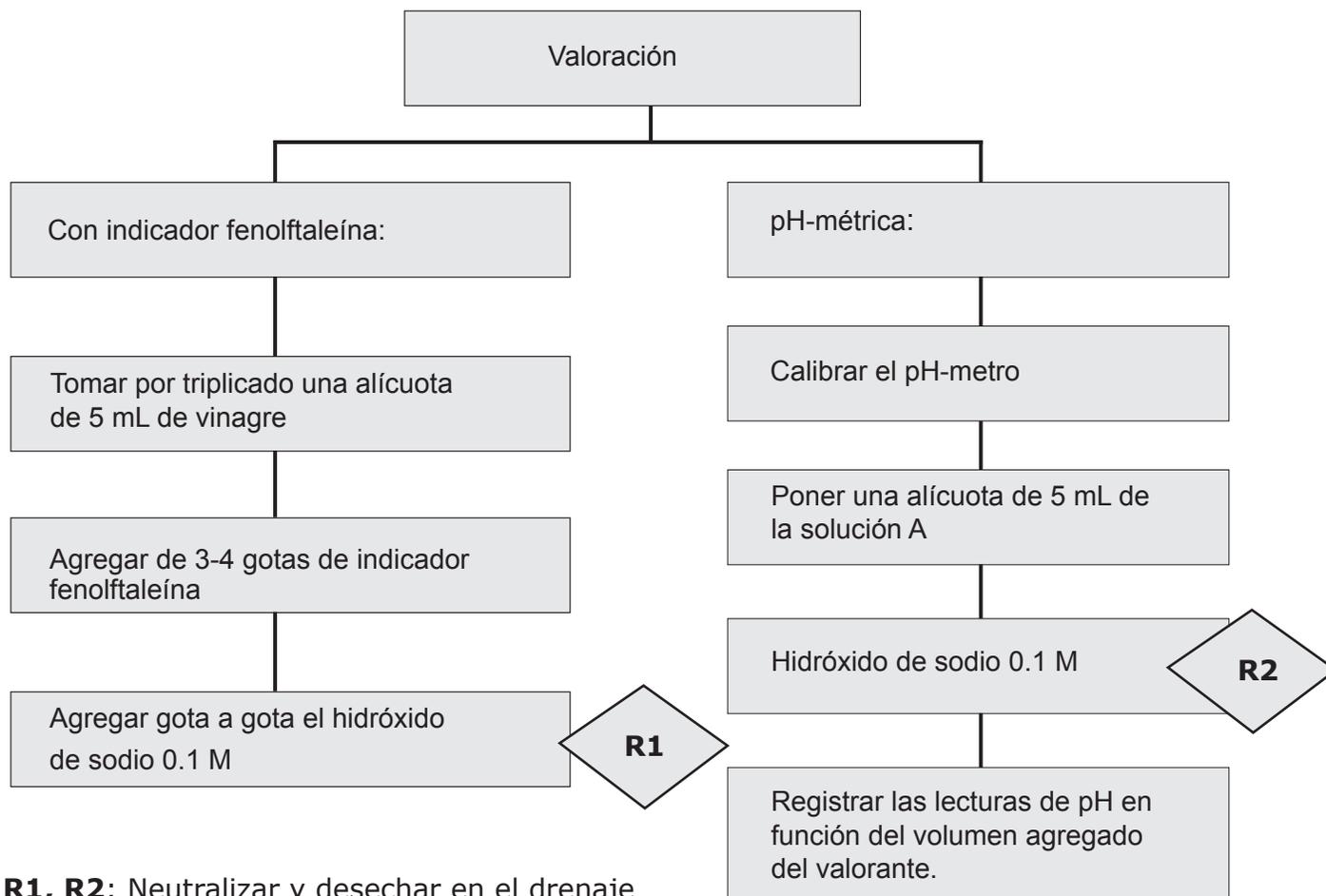
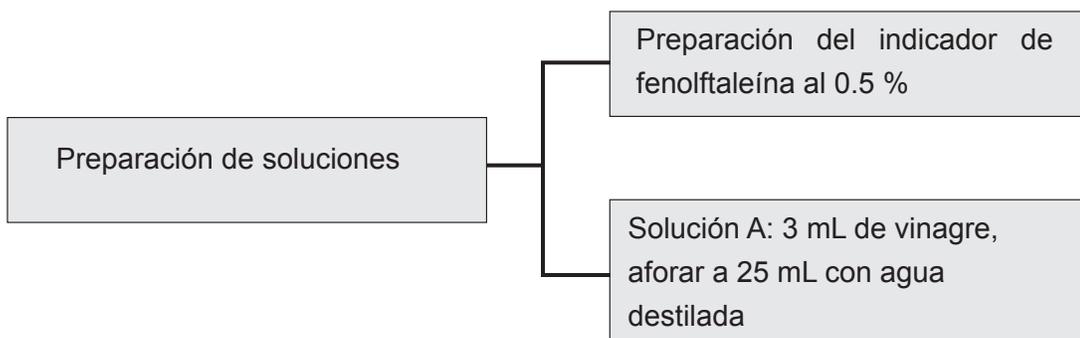


5. Puntos mínimos del reporte

- 1) Expresar la reacción de valoración y calcular su constante de equilibrio.
- 2) Calcular el grado de acidez total en el vinagre expresado en porcentaje (p/v) y compararlo con el contenido permitido por normatividad. Concluir.
- 3) Expresar la tabla de variación de cantidades molares para las especies que participan en la reacción de valoración, como una función del volumen de valorante agregado. Calcular las concentraciones en el equilibrio de todas las especies en solución en el punto de equivalencia.
- 4) Trazar la curva teórica de valoración de $\text{pH} = f(\text{mL hidróxido de sodio})$ y compararla con la experimental.
- 5) Justificar el uso de la fenolftaleína como indicador para detectar el PE.

Curva de valoración de $\text{pH} = f(\text{mL de hidróxido sodio agregado})$





PRÁCTICA 5B

DETERMINACIÓN DE CARBONATO ÁCIDO DE SODIO (BICARBONATO DE SODIO) EN UNA MUESTRA COMERCIAL (CUANTITATIVA DE ÁCIDO BASE)

Tema de teoría

1. Introducción

El bicarbonato de sodio presenta múltiples aplicaciones en medicina, industria, limpieza, belleza, etc. Su carácter alcalino, lo hace muy popular para el tratamiento de acidosis metabólica. En química analítica, dado su carácter anfótero, es usado como sistema amortiguador.

2. Objetivo

Determinar el contenido de bicarbonato o carbonato ácido de sodio en una muestra comercial por ácido clorhídrico 0.1 M.

3. Actividades previas a la práctica

- 1) Investigar sobre la preparación de una solución patrón de ácido clorhídrico 0.1 M.
- 2) Investigar sobre el uso de los indicadores en las valoraciones ácido-base.
- 3) Investigar acerca del montaje experimental para la determinación valoración potenciométrica ácido-base.
- 4) Investigar cuando menos para la determinación gráfica del punto de equivalencia en una curva de valoración.

4. Parte experimental

Equipo

- 1 potenciómetro (pH-metro) con un electrodo combinado de vidrio.



Material por equipo

- 4 vasos de volumen pequeño
- 1 piseta con agua destilada
- 2 vasos de precipitados de 50 mL
- 1 soporte universal con pinzas
- 1 agitador magnético
- 1 bureta de 10 mL
- 1 pipeta volumétrica de 5 mL

Soluciones y reactivos

- Solución de ácido clorhídrico 0.1 M
- Soluciones tampón para calibrar el pH-metro de metilo 0.1 %
- Solución preparada del indicador anaranjado

Datos de vire del anaranjado de metilo

Indicador	Intervalo	Color ácido	Color básico
Anaranjado de metilo	3.1-4.4	Rojo	Anaranjado

4.1. Procedimiento experimental

1) Valoración con indicador

- Pesar con exactitud y por triplicado alrededor de 50 mg de una muestra de carbonato ácido de sodio (bicarbonato de sodio) comercial.
- Poner cada muestra en vasos de volumen pequeño y disolverlas en aproximadamente 5 mL de agua destilada.
- Agregar de 3-4 gotas de indicador anaranjado de metilo y agregar gota a gota el ácido clorhídrico 0.1M hasta que el indicador vire de naranja a rojo.
- Registrar los volúmenes de punto de equivalencia obtenidos.

2) Valoración pH-métrica:

- Introducir con mucho cuidado el electrodo combinado y una barra magnética y con agitación, calibrar el pH-metro con al menos dos soluciones amortiguadoras.
- Pesar con exactitud 50 mg de una muestra de carbonato ácido de sodio (bicarbonato de sodio) comercial en un vaso de volumen pequeño, y valorarla con ácido clorhídrico 0.1 M. Los volúmenes deberán ser agregados con incrementos de 0.5 mL y gota a gota cerca del punto de equivalencia. Agregar un exceso de ácido clorhídrico igual al doble del volumen del punto de equivalencia.
- Registrar las lecturas de pH en función del volumen agregado del valorante.
- Graficar los valores de pH obtenidos en función del volumen del valorante agregado en la hoja anexa.



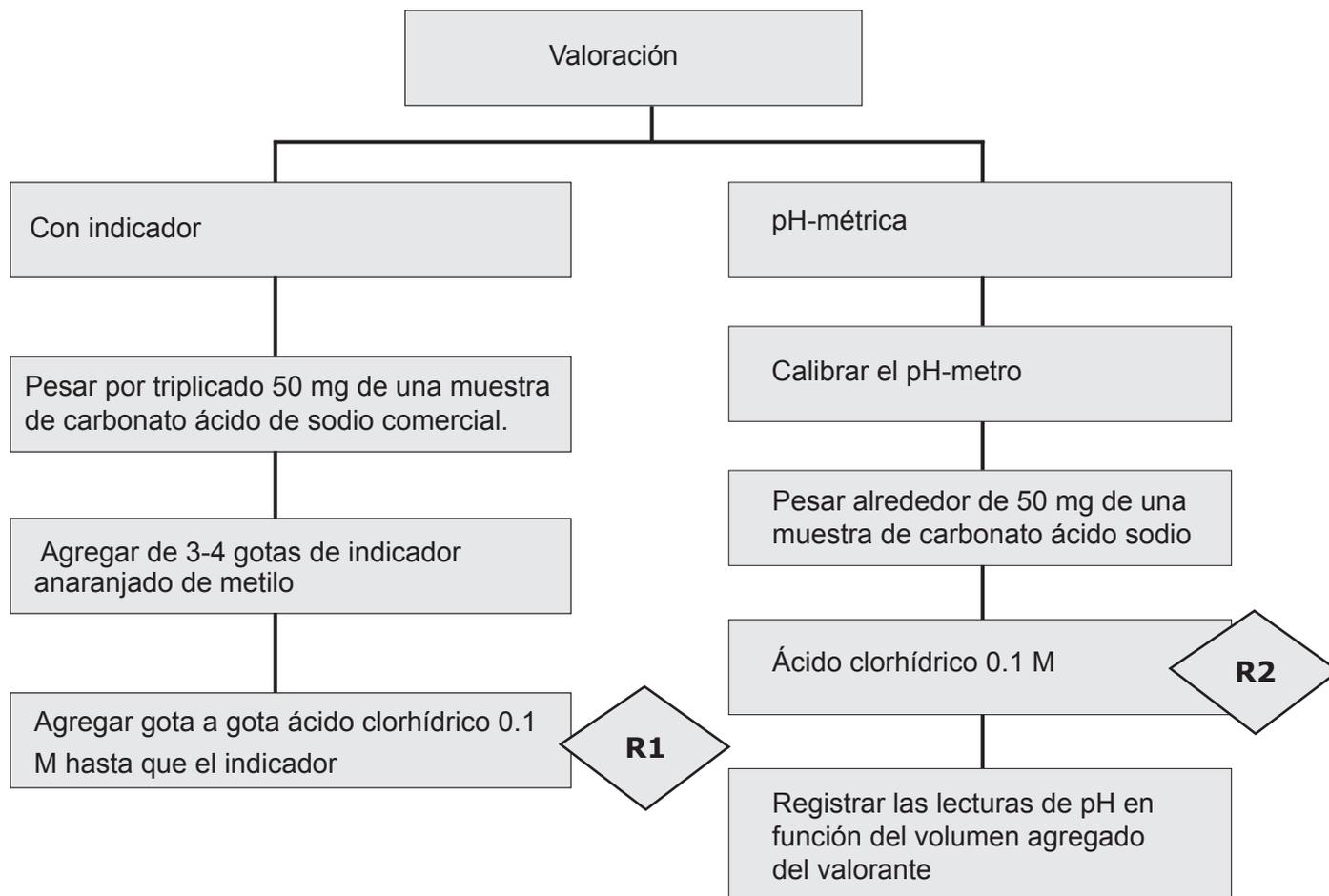
5. Puntos mínimos del reporte

- 1) Expresar la reacción de valoración y calcular su constante de equilibrio.
- 2) Calcular la concentración inicial de bicarbonato de sodio en M y porcentaje (p/v).
- 3) Encontrar las concentraciones de todas las especies en solución en el equilibrio en el punto de equivalencia.
- 4) Expresar la tabla de variación de cantidades molares para las especies que participan en la reacción de valoración, como una función del volumen de valorante agregado, y trazar la curva teórica de valoración de $\text{pH} = f$ (volumen de hidróxido de sodio) y compararla con la experimental, indicando las variables de cada eje.
- 5) Justificar el uso del anaranjado de metilo como indicador para detectar el punto de equivalencia.

Curva de valoración de $\text{pH} = f$ (mL ácido clorhídrico agregado)



Diagrama ecológico



R1, R2: Neutralizar y desechar en el drenaje



PROYECTO 1

DETERMINACIÓN DE UN ANALITO CON PROPIEDADES ÁCIDAS O BÁSICAS EN UNA MUESTRA COMERCIAL

1. Objetivo

Determinar el contenido del analito con propiedades ácidas o básicas mediante una valoración ácido-base, la cual investigará el estudiante.

Nota: para realizar el protocolo revisar lo relativo a la guía metodológica o protocolo en este manual.

2. Diseño experimental

Dado que este experimento es un proyecto, el estudiante investigará y propondrá los siguientes puntos:

1. Material
2. Disoluciones
3. Cálculos de disoluciones
4. Procedimiento

3. Puntos mínimos del reporte

- 1) Expresar la reacción de valoración.
- 2) Calcular la concentración inicial de ácido o de base en M, % (p/v) y en ppm.
- 3) Encontrar las concentraciones de todas las especies en solución en el equilibrio en el punto de equivalencia.
- 4) Expresar la tabla de variación de cantidades molares para las especies que participan en la reacción de valoración, como una función del volumen de valorante agregado, y trazar la curva teórica de valoración de $\text{pH} = f(\text{volumen de valorante agregado})$.



PRÁCTICA 6

FORMACIÓN Y ESTABILIDAD DE COMPLEJOS METÁLICOS (CUALITATIVA DE COMPLEJOS)

1. Introducción

Se denomina complejo a un compuesto con frecuencia colorido resultado de la unión de un ión metálico que funciona como ácido de Lewis y forma enlaces covalentes con diversas moléculas o iones orgánicos o inorgánicos que actúan como bases de Lewis.

Los metales de transición constituyen un grupo importante de complejos, los cuales son coloridos. Algunas de estas sustancias se usan en pigmentos para pintura; otros producen los colores en el vidrio y las piedras preciosas.

Los compuestos metálicos de este tipo se llaman *compuestos de coordinación*.

2. Objetivos

Poner en evidencia cualitativamente:

- La formación y estabilidad de los complejos, mediante la observación de cambios de color. Aprender a trazar escalas de pX o pM relativas en función de los resultados obtenidos en la experimentación, para compararla con la escala teórica, considerando los valores de las constantes de estabilidad (pKc) de los complejos involucrados.
- La formación de complejos sucesivos, mediante la observación de cambios de color. Aprender a trazar una escala de pX a partir de los valores de las constantes de estabilidad sucesivas (pKc) y en base a ésta, justificar la formación de los complejos sucesivos formados.

3. Actividades previas a la práctica

1) De acuerdo con los siguientes datos:

BiY ⁻	Kc = 10 ^{-1.8}
CaY ²⁻	Kc = 10 ^{-10.8}
BaY ²⁻	Kc = 10 ^{-7.8}
CdY ²⁻	Kc = 10 ^{-16.8}

- a) Trazar una escala lineal de predicción de reacciones en función de la partícula intercambiada (pX), e indicar el orden de estabilidad de los complejos.
- b) Si se mezclaran CdY²⁻ con Ba²⁺ en cantidades estequiométricas, indicar si hay reacción química espontánea. Justificar la respuesta.
- c) Expresar el equilibrio representativo de la reacción. Calcular el valor de la constante de equilibrio, Keq.



- 2) Se tiene una disolución de nitrato de cobre (II) a la que se agregan cantidades estequiométricas de tiocianato de potasio, y a la disolución resultante se le agregan también cantidades iguales de EDTA (Y^{4-}). Tomando en cuenta los siguientes datos:

Especie química	Color	Kc
$Cu\ SCN^+$	Verde	$10^{-1.8}$
CuY^{2-}	Azul	$10^{-18.6}$
Cu^{2+}	Azul claro	
Y^{4-}	Incoloro	
SCN^-	Incoloro	

- Expresar las reacciones que se llevan a cabo, indicando los cambios de color.
- Expresar una escala lineal de predicción de reacciones, en función de la partícula intercambiada (pX) en las reacciones que se efectúan.
- Indicar cuál es el complejo más estable, expresando las razones de su elección.
- Calcular la K_{eq} de cada una de las reacciones involucradas.

4. Parte experimental

Material por equipo

- 1 gradilla
- 1 piseta con agua destilada
- 16 tubos de ensayo
- 1 juego de goteros con reactivos

Soluciones

- Solución de tiocianato de potasio 0.1 M
- Solución de nitrato de hierro (III) 0.1 M
- Solución de EDTA (Y^{4-}) 0.1M
- Solución de sulfato de cobre (II) 0.1 M
- Solución de sulfato de níquel 0.02 M
- Solución de etilendiamina (En) 0.1 M



4.1. Procedimiento experimental

Parte A. Formación de complejos

En cuatro tubos de ensayo se colocan 5 gotas de CuSO_4 0.1 M y en otros cuatro tubos se colocan 5 gotas de $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 0.1 M.

- Para los tubos que contienen CuSO_4 0.1 M:

- 1) A dos tubos adicionarles 5 gotas de disolución de KSCN 0.1 M.
- 2) A los otros tubos agregarles 5 gotas de EDTA 0.1 M.
- 3) Observar los colores obtenidos y guardar los tubos.

- Para los tubos que contienen $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 0.1 M:

Repetir los pasos de los incisos 1, 2 y 3 de la experiencia anterior.

Parte B. Estabilidad de los complejos

Trabajar con los tubos que contienen los complejos formados en los experimentos anteriores de la siguiente forma:

- 1) A los tubos que contienen el complejo formado $\text{Cu}(\text{II})$ y SCN^-

- a) A un tubo se le agregan 5 gotas de EDTA, 0.1 M y se observa si hay cambio de color.
- b) A otro tubo se le agregan 5 gotas de solución de $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 0.1 M y se observa si hay algún cambio de color.

- 2) A los tubos que contienen el complejo formado por $\text{Cu}(\text{II})$ y EDTA:

- a) A un tubo se le agregan 5 gotas de solución de KSCN 0.1 M y se observa si haya algún cambio de color.
- b) A otro tubo se le agregan 5 gotas de solución de $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 0.1 M y se hacen observaciones en la coloración.

- 3) A los tubos que contienen el complejo formado por $\text{Fe}(\text{III})$ y SCN^- :

- a) A un tubo se le agregan 5 gotas de EDTA 0.1 M y se observa si hay cambio de color.
- b) A otro tubo se le agregan 5 gotas de solución de CuSO_4 0.1 M y se observa si hay algún cambio de color.

- 4) A los tubos que contienen el complejo formado por $\text{Fe}(\text{III})$ y EDTA:

- a) A un tubo se le agregan 5 gotas de solución de KSCN 0.1 M y se observa si haya algún cambio de color.
- b) A un tubo se le agregan 5 gotas de solución de CuSO_4 0.1 M y observar si hay algún cambio de color.



PARTE C. Formación de complejos sucesivos

En cuatro tubos de ensayo colocar 10 gotas de solución de CuSO_4 0.02 M.

- 1) Se deja un tubo de ensayo como testigo, para comparar los colores de la solución con los otros tubos.
- 2) A un segundo tubo se le agrega 1 gota de etilendiamina (En) 0.1 M. Observar el color.
- 3) A un tercer tubo se le agregan 2 gotas de En 0.1 M. Observar el color.
- 4) Al cuarto tubo se le agregan de 3 a 4 gotas de solución de En 0.1 M. Observar el color.

5. Puntos mínimos del reporte**Parte A y B**

- 1) Expresar los equilibrios de formación de complejos.
- 2) Plantear todas las escalas posibles de predicción de reacciones (pX) en función de los complejos formados.
- 3) Con base en lo anterior, expresar el orden de estabilidad de los complejos. Justificar esta respuesta.

Nota: *no es necesario utilizar una escala especial.*

Parte C

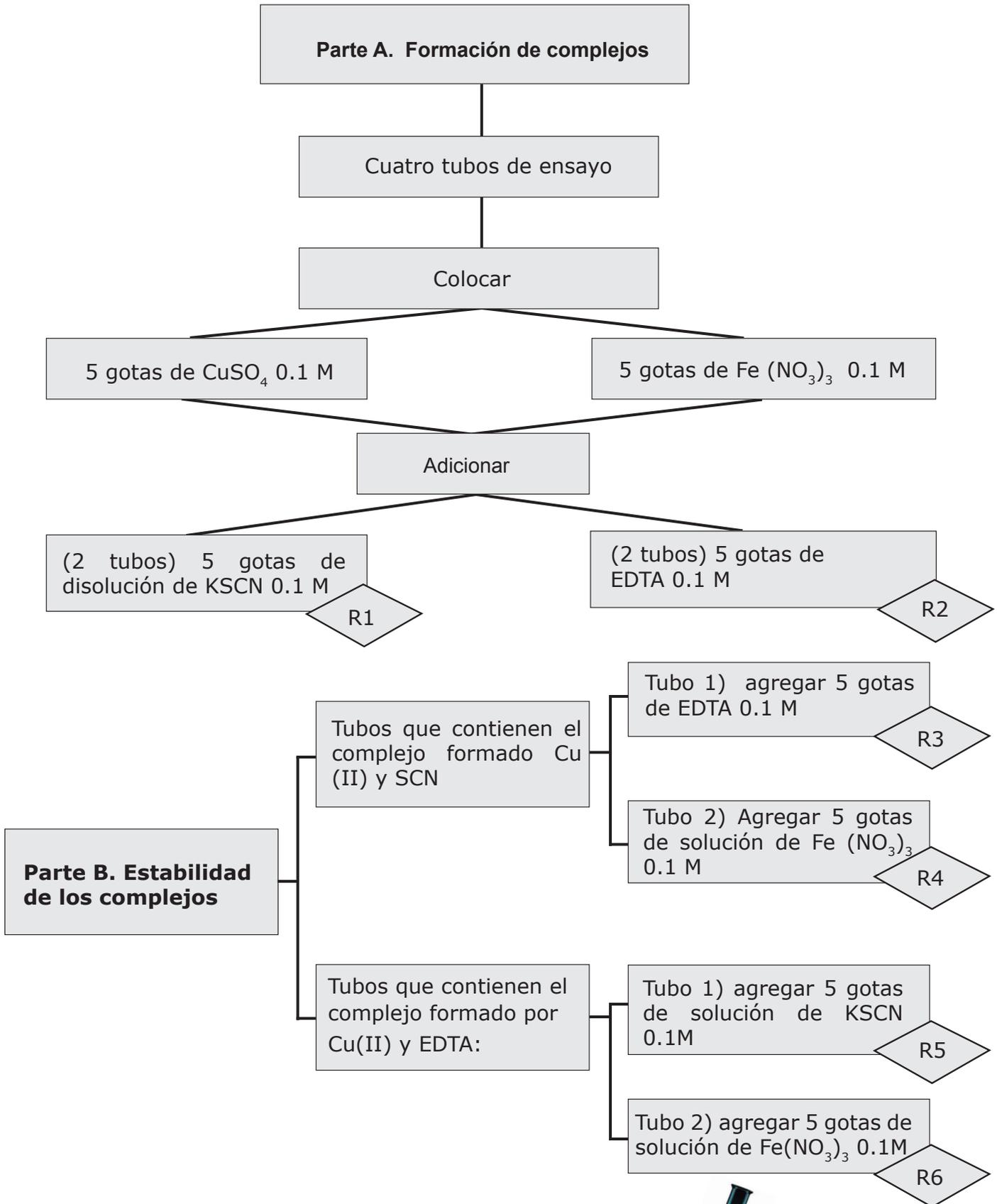
Con los datos para los complejos de Cu y etilendiamina (En) que a continuación se expresan:

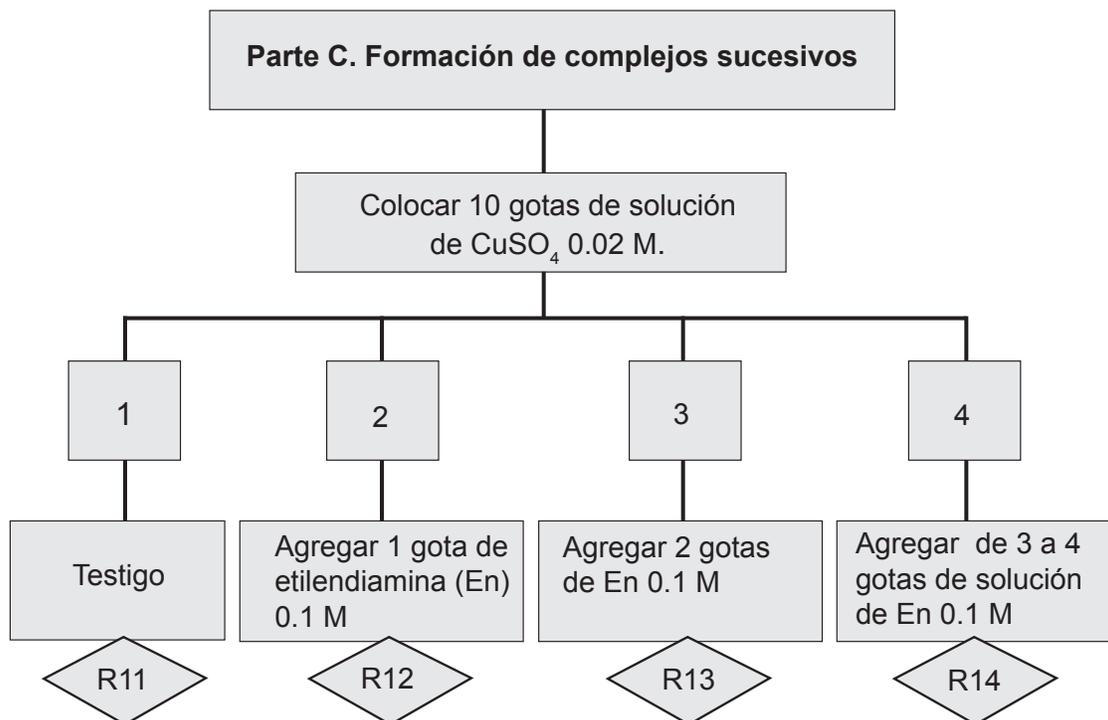
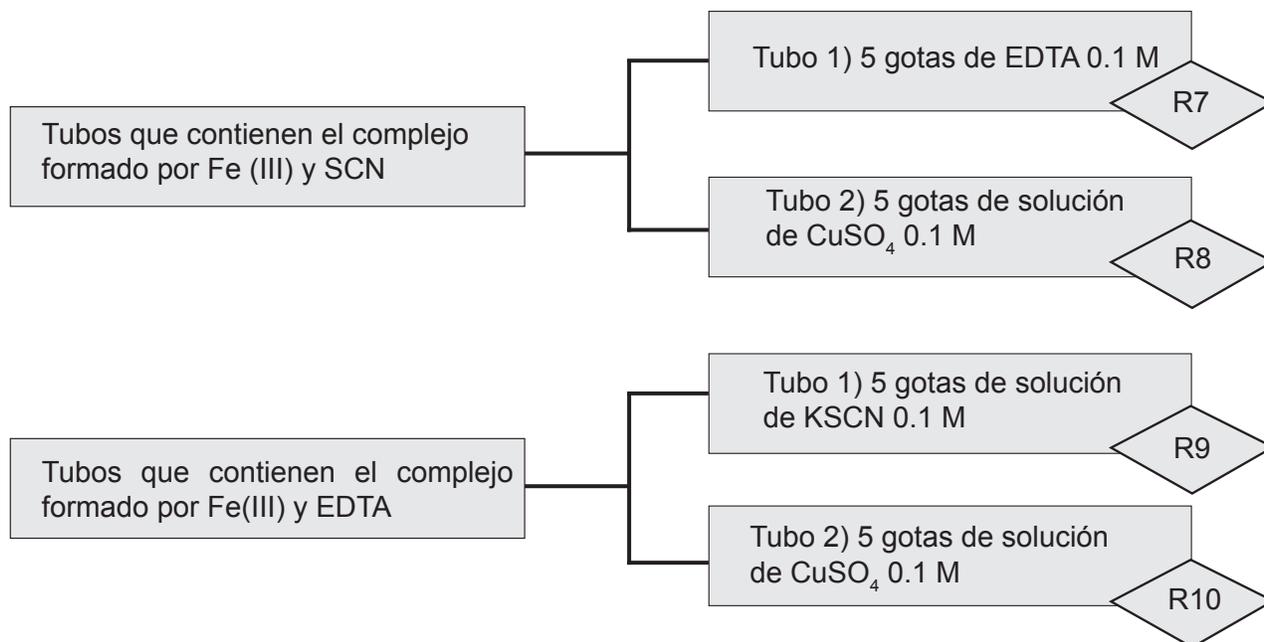
	Cu(En)^{2+}	Cu(En)_2^{2+}	Cu(En)_3^{2+}
pKc	10.7	9.3	1.0

- 1) Construir y trazar el diagrama de distribución de especies (fracción vs pEn) para este sistema tomando en cuenta los valores de pKc's.
- 2) A partir de este diagrama justificar los complejos observados entre el Ni (II) y la etilendiamina. En cada caso, considerar como referencia los colores obtenidos, y las cantidades de etilendiamina adicionadas



Diagrama ecológico





R1-R14: Desechar al drenaje, ya que únicamente son gotas del reactivo las que se agregan. De acuerdo a la NOM-052-SEMARNAT el Cu y el Fe no se consideran como residuos peligrosos. Asimismo, la NOM-002-SEMARNAT-1996 indica para el cobre que el límite permisible al instante es de 20 ppm y mensual de 10 ppm para desechar en el drenaje.



PRÁCTICA 7

DETERMINACIÓN DE CALCIO EN UN SUPLEMENTO (Caltrate® 600)

1. Introducción

El calcio es el constituyente mayoritario de suplementos alimenticios como el Caltrate® 600, el cual es ingerido para fortalecer la densidad ósea. El calcio divalente forma complejos con reactivos complejantes como el EDTA y esta reacción es aprovechada para la determinación del contenido de calcio en este suplemento comercial. El punto de equivalencia se usa el negro de eriocromo T (NET) que forma un complejo menos estable con el calcio.

2. Objetivo

Determinar la cantidad de calcio contenida en un medicamento a partir de una valoración complejométrica, utilizando EDTA como reactivo complejante.

3. Actividades previas a la práctica

- 1) Investigar acerca del uso del EDTA en valoraciones complejométricas.
- 2) Investigar qué influencia tiene el pH en las valoraciones complejométricas en las que se involucra el EDTA.
- 3) Investigar sobre el uso de los indicadores metalocrómicos en las valoraciones complejométricas.

4. Parte experimental

Material por equipo

- 3 vasos de volumen pequeño
- 1 piseta con agua destilada
- 2 vasos de precipitados de 50 mL
- 1 soporte universal con pinzas
- 1 agitador magnético
- 1 bureta de 10 mL
- 1 pipeta volumétrica de 5 mL
- 1 pipeta graduada de 5 mL
- 1 mortero

Soluciones y reactivos

- Solución de EDTA 0.1 M
- Ácido clorhídrico concentrado
- Amoníaco concentrado
- Indicador negro de eriocromo T (NET) en fase sólida o líquida*

* Preparación del NET: 0.1 g del sólido en 7.5 mL de trietanolamina y 2.5 mL de alcohol absoluto.

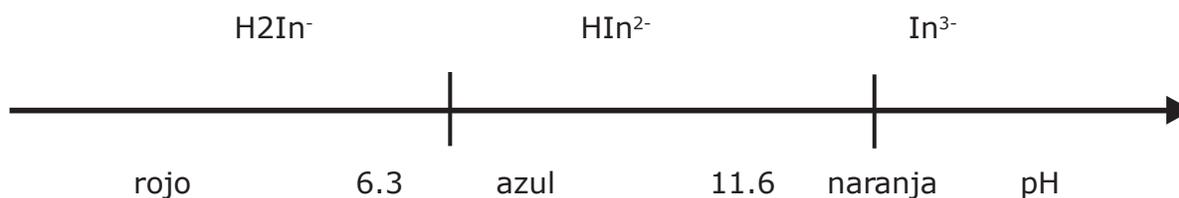


4.1. Procedimiento experimental

- 1) Pesar por grupo 5 tabletas del complejo de calcio y determinar el peso promedio de una tableta.
- 2) Pulverizar una tableta.
- 3) Pesar por triplicado alrededor de 50 mg de polvo de tableta y colocar las muestras en vasos de precipitados de 50 mL.
- 4) Agregar al polvo 1.0 mL de ácido clorhídrico concentrado.
- 5) Agregar aproximadamente 20 mL de agua, introducir una barra magnética y con agitación, ajustar el pH = 10 agregando amoníaco concentrado con un gotero.
- 6) Valorar la solución con EDTA 0.1M, usando como indicador el NET hasta el vire de rojo a azul.
- 7) Registrar los volúmenes de punto de equivalencia obtenidos.

Datos:

NET:

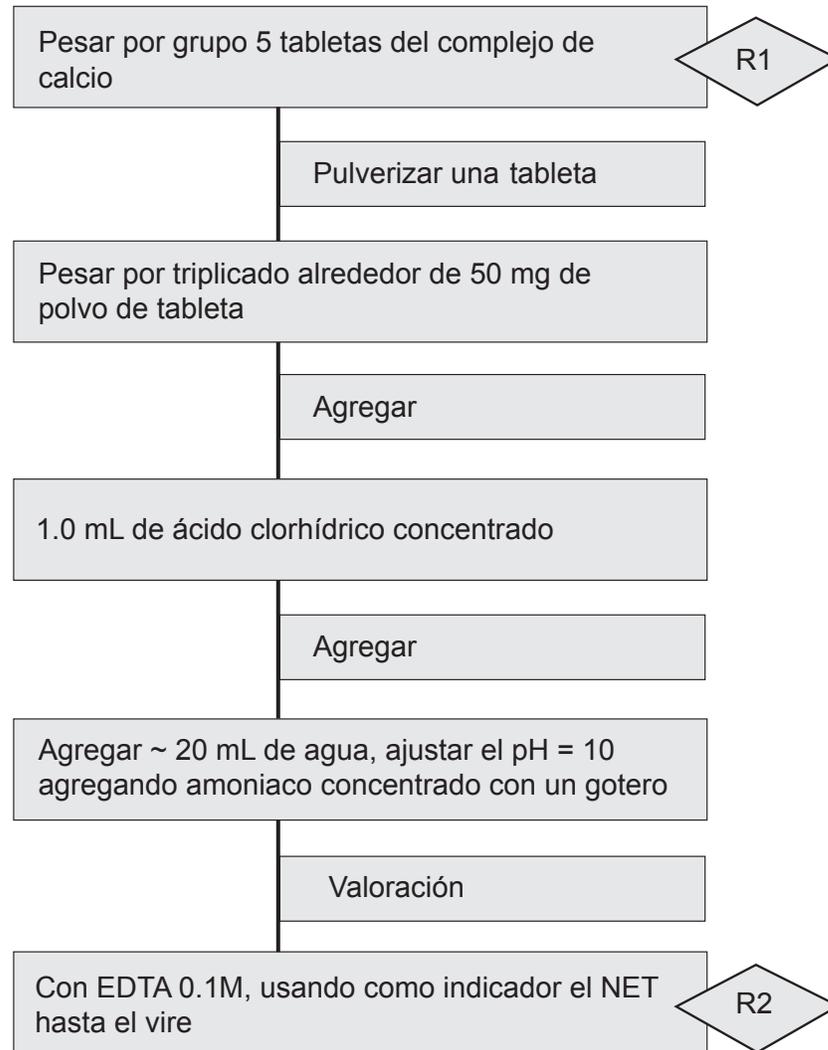


$pCa_{trans} = 3.8$ a pH = 10 con el NET Color del complejo Ca-NET: rojo vino
 $CaY^{2-} pKc = 11.0$ Ca-NET $pKc = 5.4$

5. Puntos mínimos del reporte

- 1) Expresar la reacción de valoración y calcular su valor de K_{eq} y K'_{eq} .
- 2) Calcular el porcentaje de calcio en la muestra como Ca y como $CaCO_3$, y comparar el % con respecto al marbete. Concluir.
- 3) Determinar el contenido de calcio (en mg) en la muestra pesada y en una tableta.
- 4) Trazar la curva teórica $pCa = f(\text{mL EDTA})$ considerando las condiciones experimentales de la práctica. Justificar el uso de este indicador bajo estas condiciones.
- 5) ¿Cómo funciona el NET para indicar el punto de equivalencia de la reacción? Explicar
- 6) Conclusiones generales y bibliografía.



Diagrama ecológico

R1: Guardar para posteriores prácticas.

R2: Neutralizar y desechar en el drenaje.



PROYECTO 2

DETERMINACIÓN DE UN ANALITO EN UNA MUESTRA COMERCIAL MEDIANTE UNA VALORACIÓN COMPLEJOMÉTRICA

1. Objetivo

Determinar en una muestra comercial el contenido de un catión mediante un método complejométrico propuesto por el estudiante.

2. Diseño experimental

Dado que este experimento es un proyecto, el estudiante investigará y propondrá los siguientes puntos:

1. Material
2. Disoluciones
3. Cálculos de disoluciones
4. Procedimiento

3. Puntos mínimos del reporte

- 1) Expresar la reacción de valoración y calcular su valor de K_{eq} y K'_{eq} .
- 2) Calcular la concentración inicial de catión determinado en la alícuota utilizada y en la muestra original.
- 3) Comparar los resultados obtenidos en la determinación experimental con los reportados en la etiqueta del producto comercial y concluir.
- 4) Calcular y trazar la curva de valoración $pCa = f(\text{mL valorante})$ correspondiente.
- 5) Conclusiones generales y bibliografía.



PRÁCTICA 8

PREDICCIÓN DE LA ESPONTANEIDAD EN LAS REACCIONES REDOX (CUALITATIVA DE ÓXIDO-REDUCCIÓN)

1. Introducción

Se consideran reacciones redox o de oxidación-reducción aquellas en las que cambia el estado o grado de oxidación de las especies reaccionantes porque se produce un intercambio de electrones entre los reactivos. Para que se produzca una reacción redox se requiere de una especie química que ceda electrones (reductor) y otra que los acepte (oxidante). Tras la reacción redox, el reductor se transforma en su forma oxidada y el oxidante en su forma reducida. La predicción de la espontaneidad de estas reacciones se lleva a cabo a partir de una escala de potencial.

2. Objetivo

Establecer la espontaneidad de las reacciones redox para varios sistemas al realizar diferentes mezclas entre oxidantes y reductores.

3. Actividades previas a la práctica

- 1) Se tienen los siguientes equilibrios redox con sus correspondientes potenciales normales (con respecto al electrodo normal de hidrógeno):

Equilibrio electroquímico	E°/ENH (voltios)
$2\text{H}^+ + 2\text{e}^- = \text{H}_2$	0.00
$\text{Zn}^{2+} + 2\text{e}^- = \text{Zn}^0$	- 0.76
$\text{Ag}^+ + 1\text{e}^- = \text{Zn}^0$	0.80
$\text{I}_2 + 2\text{e}^- = 2\text{I}^-$	0.63
$\text{Cu}^{2+} + 2\text{e}^- = \text{Cu}^0$	0.34

- a) Colocar los pares redox sobre una escala de potenciales.
 - b) Ordenar las sustancias oxidantes de acuerdo a su poder oxidante.
 - c) Ordenar las sustancias reductoras de acuerdo a su poder reductor.
- 2) Considerando 20 mL de una solución de ZnSO_4 10⁻² M a la que se le introduce durante cierto tiempo una placa de cobre de 500 mg ¿cuál sería el peso de la placa de cobre después de haberla introducido en la solución de zinc? y ¿ocurre una reacción química? Justificar la respuesta.



- 3) Por otra parte se tienen 20 mL de una solución de nitrato de cobre (II) 10^{-2} M a la que se le introduce durante un tiempo corto una placa de zinc de 500 mg de peso.
- ¿Qué se supone que le pase a la placa de zinc?
 - Si hay una reacción química, expresarla y balancearla
 - ¿Cómo se podría comprobar, experimentalmente, si hubo o no una reacción química?

Tomar en cuenta los datos de la tabla 9.

Tabla 9. Colores de las especies

Especie	color
Cu^{2+}	Azul
Cu^0	Metal rojizo
Zn^{2+}	Incoloro
Zn^0	Metal gris

4. Parte experimental

Material por equipo

- 5 tubos de ensayo
- 1 gradilla
- 1 piseta con agua destilada

Soluciones y reactivos

- Solución de HNO_3 5 M
- Solución de HCl
- Solución de CuSO_4 0.2 M
- Polvo de Zn^0
- Granalla de Cu^0
- Laminillas de Zn^0

4.1. Procedimiento experimental

En 4 tubos de ensayo por separado, realizar lo descrito en la tabla 10.



Tabla 10. Colores de las especies

Tubo	Contenido	Acción	Observaciones
1	0.1 g polvo Zn ⁰	Adicionar 0.5 mL HCl 5 M	
2	Una laminilla de Zn ⁰ previamente pesada	Sumergir en 0.5 mL de CuSO ₄ 0.2 M	
3	0.1 g granalla Cu ⁰	Adicionar 0.5 mL de HNO ₃ 5 M	
4	0.1 g de Cu ⁰	Adicionar 0.5 mL de HCl 5 M	

5. Puntos mínimos del reporte

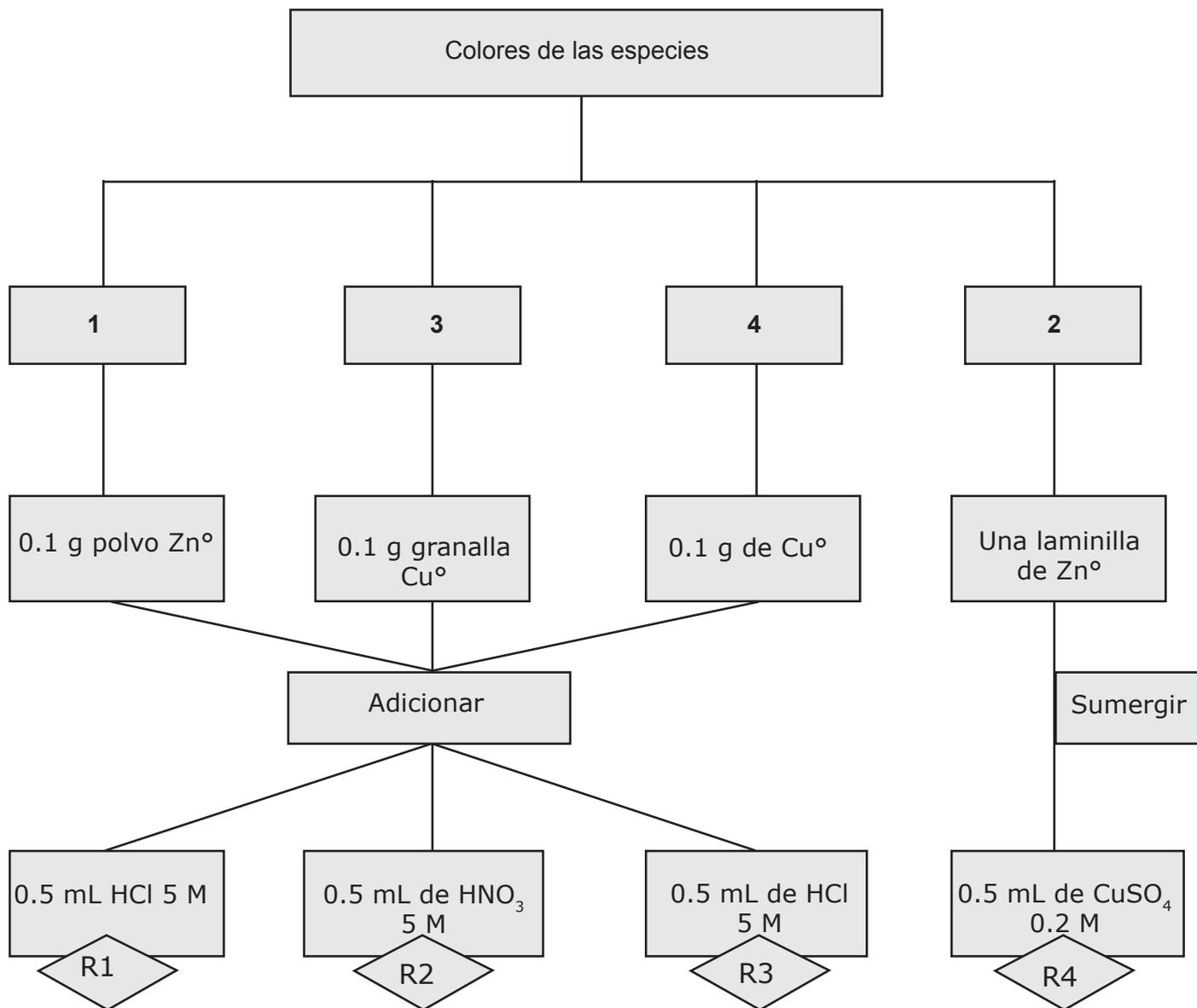
- 1) Con base en los datos adicionales y las observaciones experimentales, escribir y balancear las reacciones que se llevan a cabo en cada caso.
- 2) De acuerdo a lo anterior, colocar ordenadamente en una escala de potencial los pares óxido reductores involucrados en cada reacción.
- 3) Calcular en cada caso las constantes de equilibrio.
- 4) Calcular los milimoles de los reactivos iniciales y los milimoles de todas las especies presentes en la solución al equilibrio en cada reacción.

Tabla 11. Colores de las especies

Especie	Característica
H ₂	Gas incoloro
NO ₂	Gas café rojizo
Cu ²⁺	Catión color azul
Zn ²⁺	Catión incoloro



Diagrama ecológico



R1, R4: De acuerdo con la NOM-002-SEMARNAT-1996, que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales a los sistemas de alcantarillado urbano o municipal, este residuo únicamente se neutraliza y se desecha en el drenaje ya que no rebasa el límite establecido (6 ppm).

R2, R3: De acuerdo con la NOM-052-SEMARNAT-2005 y la NOM-002-SEMARNAT-1996 al no rebasar los límites permisibles, únicamente se necesitan neutralizar para después desecharlos en el drenaje.



PRÁCTICA 9

DETERMINACIÓN INDIRECTA DE HIPOCLORITO DE SODIO EN UN BLANQUEADOR COMERCIAL (ÓXIDO-REDUCCIÓN CUANTITATIVA)

1. Introducción

El hipoclorito de sodio es un agente oxidante fuerte que actúa como agente de blanqueo y desinfección. Estas propiedades son aprovechadas para el tratamiento de fibras y la eliminación de microorganismos en el agua. Las soluciones de hipoclorito de sodio pueden ser de dos tipos: blanqueadores de uso doméstico, que contienen entre 5 y 5.5 % de cloro disponible, y soluciones fuertes o comerciales, que contienen entre 12 y 15 % de cloro disponible. El término "contenido de cloro disponible", denominado también cloro activo, compara el poder oxidante del agente con aquel de la cantidad equivalente de cloro elemental empleado para hacer la solución.

Esta titulación potenciométrica es indirecta, es decir, el hipoclorito se hace reaccionar con un exceso de yoduro y el producto I_3^- de esta reacción se valora con tiosulfato. El punto de equivalencia se detecta mediante el cambio de color de la solución en el punto de equivalencia o por medio de una curva de valoración.

2. Objetivo

Cuantificar hipoclorito de sodio en un blanqueador comercial mediante una valoración redox indirecta, en forma potenciométrica y con el uso de un indicador.

3. Actividades previas a la práctica

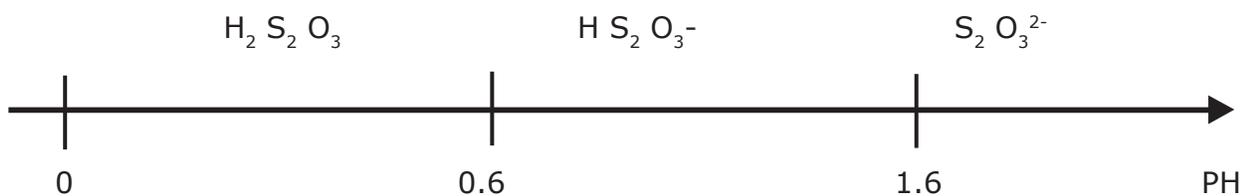
- 1) Investigar acerca de las características, usos y aplicaciones del cloro.
- 2) Explicar cómo se define normalidad en reacciones redox.
- 3) Realizar los cálculos necesarios para preparar las siguientes soluciones:
 - a) 25 ml de yoduro de potasio al 10 % (p/v)
 - b) 25 ml de ácido sulfúrico 3 M
 - c) 50 ml de almidón al 1% (p/v)
 - d) 25 ml de tiosulfato de sodio 0.1 N

4) Balancear las reacciones redox (por método de ion-electrón) que se presentan en las siguientes mezclas:

- a) Hipoclorito de sodio + yoduro de potasio
- b) Triyoduro + tiosulfato de sodio
- c) Yodato de potasio + yoduro de potasio
- d) Ion triyoduro (I_3^-) + tiosulfato

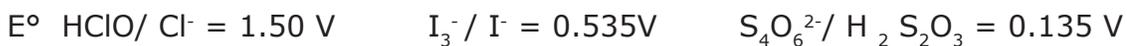


Datos: considerar que KI, Na₂S₂O₃, KIO₃, son electrolitos fuertes en agua.



El ion tiosulfato a pH menores a 0.6 se encuentra como ácido tiosulfónico tal como lo muestra la escala de pH de zonas de predominio.

Pares redox y potenciales normales:



5) Investigar el funcionamiento del almidón como indicador redox.

4. Parte experimental

Equipo

- 1 pH-metro de pluma
- 1 potenciómetro
- 1 electrodo de platino
- 1 electrodo de referencia



Material por equipo

- 4 vasos de volumen pequeño
- 3 vasos de precipitados de 50 mL
- 1 agitador magnético
- 1 bureta de 10 mL
- 1 probeta de 10 mL
- 1 matraz aforado de 50 mL
- 3 matraces aforados de 25 mL
- 1 barra magnética
- 1 espátula
- 1 propipeta
- 1 piseta
- 1 soporte universal con pinzas
- 1 pipeta graduada de 5 mL

Reactivos

- Yoduro de potasio
- Ácido sulfúrico concentrado
- Almidón
- Yoduro de mercurio
- Tiosulfato de sodio
- Agua destilada
- Yodato de potasio



4.1. Procedimiento experimental

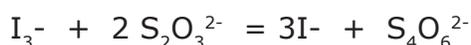
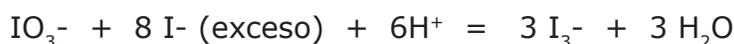
Preparación de soluciones

- 1) Pesar o medir exactamente la cantidad necesaria para preparar las siguientes soluciones:
 - a) 25 mL solución de KI al 10 %.
 - b) 25 mL solución de H₂SO₄ 3 M.
 - c) 100 mL solución de Na₂S₂O₃ 0.1 N. Para los equipos de micro con 50 mL de solución de Na₂S₂O₃ 0.1 N.
 - d) 100 mL solución de KIO₃ (0.017 M) por grupo.
 - e) 50 mL solución de H₂SO₄ (1:10) por grupo.

- 1) Preparación de 50 ml de solución de almidón al 1 % (p/v) por grupo:
 - a) Preparar una papilla con 0.4 g de almidón soluble y unos mililitros de agua destilada a la que se le añaden unos granos de yoduro de mercurio (HgI₂), que actúa como bactericida. Esta papilla se vierte lentamente y con agitación constante sobre 40 mL de agua destilada a ebullición. Una vez disuelto el almidón se deja enfriar la disolución y se añaden 0.75 g de yoduro de potasio y se diluyen a 50 mL.
 - b) Utilizar en valoraciones micro 3 a 5 gotas y en valoraciones macro de 1 a 2 mL de indicador para cada valoración.

Estandarización de la solución de tiosulfato

- 1) Solución de KIO₃ (0.017 M): pesar 0.3567 g de yodato de potasio, disolver y aforar en 100 mL con agua destilada.
- 2) Medir con pipeta volumétrica 2 mL de KIO₃ 0.017 M, agregarles 0.1 g de KI sólido más 0.3 mL H₂SO₄ (1:10), titular esta solución con la solución de Na₂S₂O₃ hasta un color amarillo tenue, en ese momento agregar 3 gotas de indicador de almidón y continuar valorando hasta la desaparición del color.
 - Considerando que la estandarización se realiza por una titulación indirecta, calcular la concentración de la solución de Na₂S₂O₃ en normalidad y molaridad.
 - Las reacciones redox (iónicas) que se efectúan son las siguientes:



Determinación de hipoclorito

Dilución del blanqueador:

- 1) Medir con pipeta volumétrica 5 mL de blanqueador y aforarlo a 50 mL con agua destilada. Medir el pH.

Valoración con indicador

- 1) Pipetear por triplicado 2 mL de la solución problema diluida e introducirlos en tres vasos de volumen pequeño, añadir 2.7 mL de yoduro de potasio al 10 % y lentamente agregar 1.3 mL de ácido sulfúrico 3 M (medir pH de la alícuota).
- 2) Valorar con tiosulfato de sodio 0.1 N hasta que la disolución adquiriera un color amarillo pálido. En este momento adicionar a la disolución de 2 a 3 gotas de almidón al 10 %, lo que provocará la aparición de un color azul oscuro.
- 3) Proseguir la valoración lentamente y con agitación vigorosa hasta la desaparición del color azul. Promediar los volúmenes de equivalencia obtenidos.

Valoración potenciométrica

- 1) Pipetear 2 mL de la solución problema diluida e introducirlos en un vaso de volumen pequeño, añadir 2.7 mL de yoduro de potasio al 10 % y lentamente agregar 1.3 mL de ácido sulfúrico 3 M (medir pH de la alícuota) usando agitación.
- 2) Introducir en la disolución un electrodo de platino y otro de referencia para medir la variación de potencial.
- 3) Valorar con tiosulfato de sodio 0.1 N tomando las lecturas de potencial después de cada adición. Los volúmenes deberán ser agregados con incrementos de 0.5 mL y gota a gota cerca del punto de equivalencia. Agregar el reactivo valorante hasta un volumen igual al doble del volumen del punto de equivalencia.
- 4) Graficar los valores de potencial obtenidos en función del volumen del valorante agregado en la hoja anexa.

5. Puntos mínimos del reporte

- 1) Expresar y balancear cada una de las reacciones en el orden en que fueron ocurriendo. Calcular el valor de las constantes de equilibrio respectivas.
- 2) Calcular el número de milimoles de hipoclorito de sodio en la alícuota de valoración y la concentración éste en la solución diluida del blanqueador.
- 3) Determinar el porcentaje (p/v) de cloro en el blanqueador y comparar con el marbete. Concluir.



- 4) Expresar la tabla de variación de cantidades molares para la reacción de valoración, como una función del volumen de valorante agregado.
- 5) Trazar la curva teórica de valoración de $E = f$ (mL tiosulfato de sodio) y compararla con la experimental.

Curva de valoración de $E = f$ (mL tiosulfato agregado)

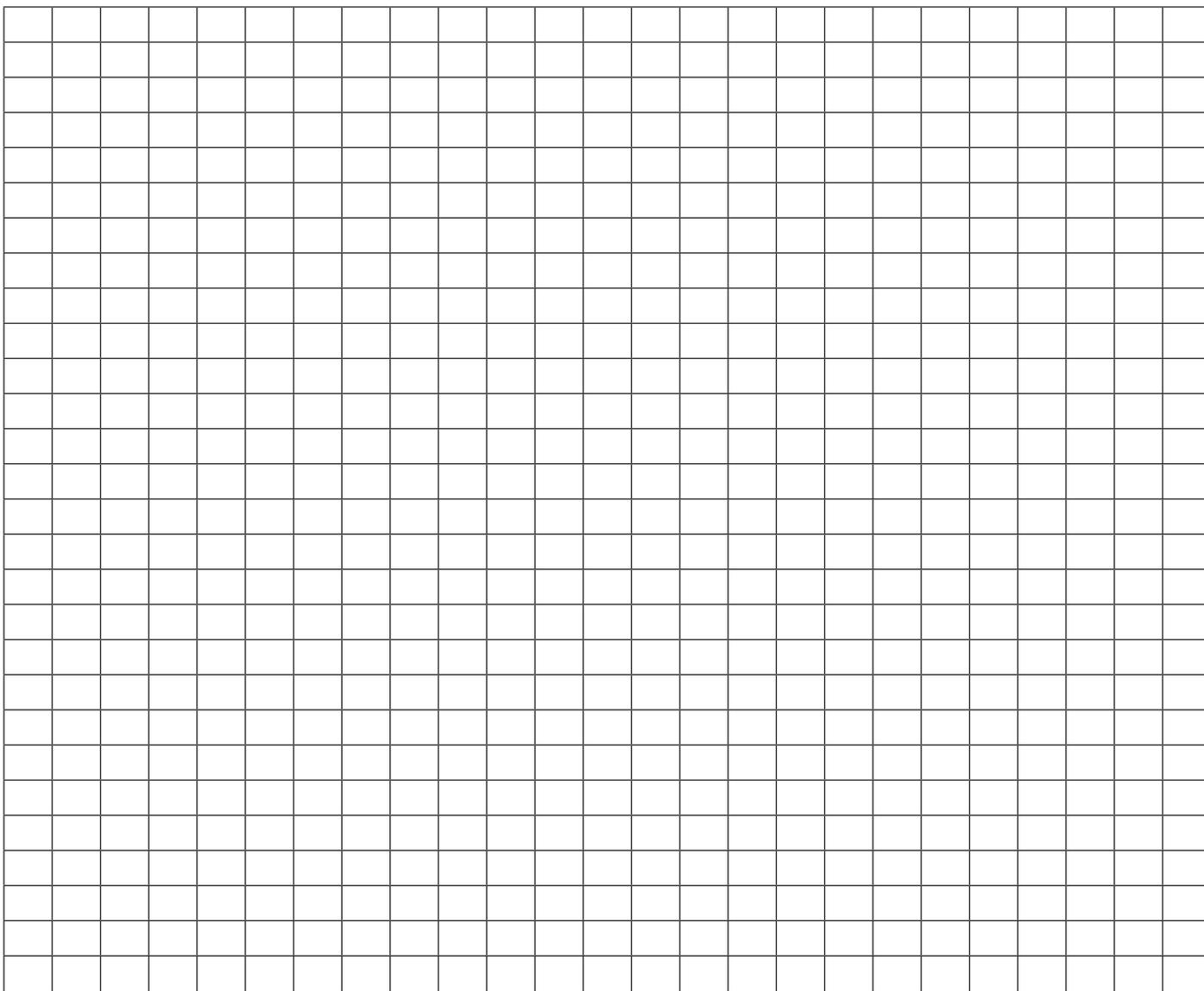


Diagrama ecológico

Preparación de soluciones

Estandarización de la solución de tiosulfato

Medir con pipeta volumétrica

2 ml de KIO_3 0.017M
agregarle 0.1g de KI sólido
más 0.3 mL H_2SO_4 (1:10)

R1

Titular

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ hasta un color
amarillo tenue, en ese
momento agregar 3 gotas
de indicador de almidón y
continuar valorando hasta
la desaparición del color

R2

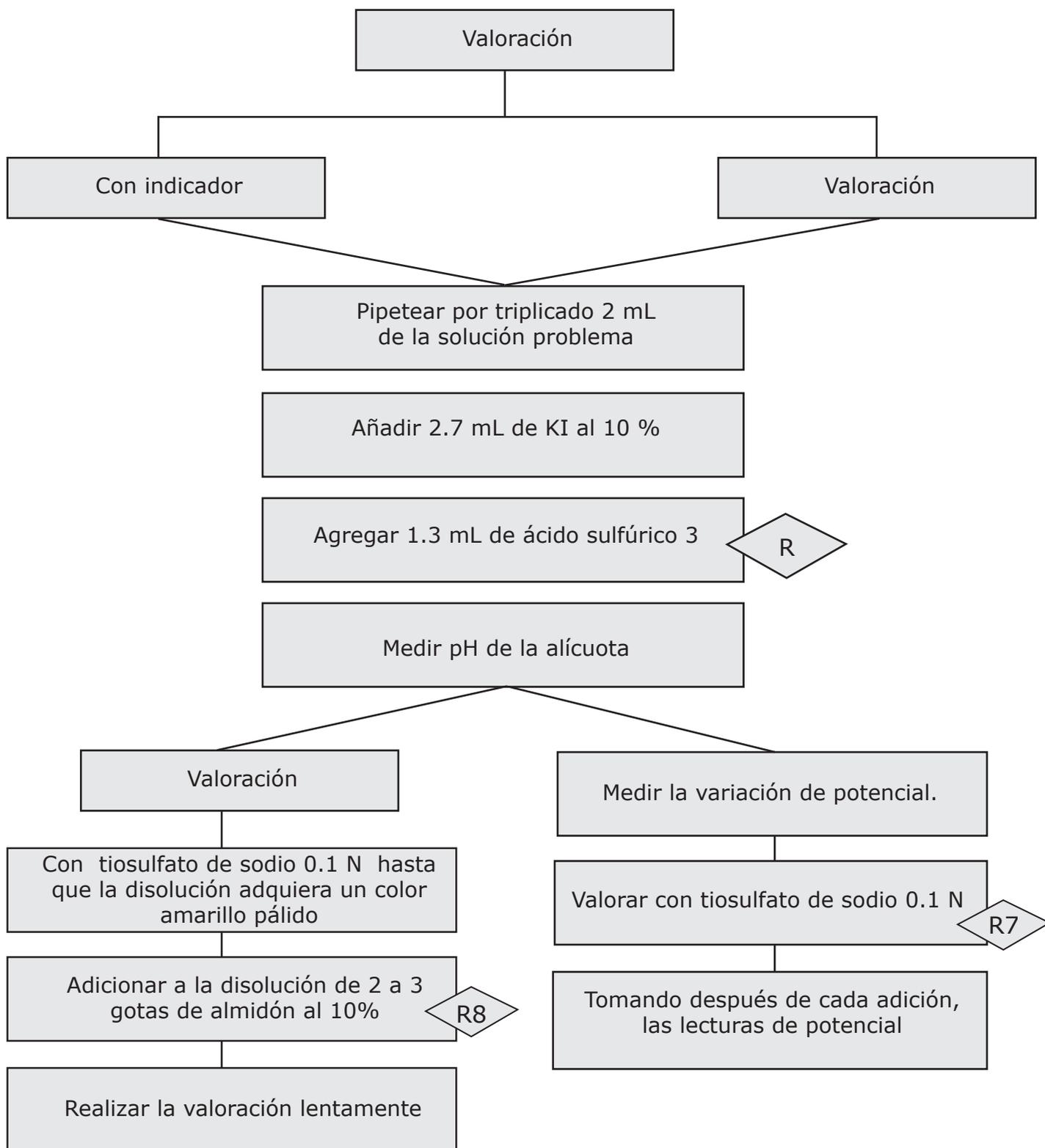
Determinación de hipoclorito

5 mL de blanqueador y
aforarlo a 50 ml con agua
destilada

R3

Medir el pH.





R1: Guardar y etiquetar para tratamiento, y en caso de no exceder los límites permisibles de la norma NOM-002-SEMARNAT-1996 de 0.02 ppm, podrá desecharse en el drenaje.

R3, R4, R6: Neutralizar y verter al drenaje.

R5: Verter al drenaje.



PRÁCTICA 10

DETERMINACIÓN POTENCIOMÉTRICA DE Fe (II) EN UNA MUESTRA COMERCIAL (ÓXIDO-REDUCCIÓN CUANTITATIVA)

1. Introducción

La determinación de hierro mediante una titulación oxidación-reducción (redox) requiere convertir todo el hierro a un estado de oxidación antes de titularlo. Al igual que en las titulaciones ácido-base puede obtenerse experimentalmente una curva de valoración de potencial en función del volumen de titulante que permita la determinación gráfica del punto de equivalencia.

2. Objetivo

Cuantificar Fe (II) en una muestra comercial mediante una valoración redox en forma potenciométrica y con el uso del reactivo valorante (permanganato de potasio) como autoindicador.

3. Actividades previas a la práctica

Un volumen de 20 mL de una solución de nitrato de hierro (II) 0.015 M (pH = 0) se mezcla con 15 mL de una solución de permanganato de potasio 0.004 M (pH = 0).

- 1) Definir a las especies Fe^{2+} y MnO_4^- con base en sus propiedades redox.
- 2) Expresar la semirreacción balanceada (o equilibrio electroquímico) para cada par conjugado redox.
- 3) Expresar la Ley de Nernst para cada par conjugado redox.
- 4) Expresar la ecuación química balanceada redox y determinar el valor de la su constante de equilibrio a partir de los valores de los potenciales estándar. Indicar si la reacción es cuantitativa o poco cuantitativa.
- 5) Plantear el estado de equilibrio del sistema.
- 6) Calcular las concentraciones de equilibrio de las especies involucradas en la ecuación química.
- 7) Calcular la diferencia de potencial eléctrico del sistema.

Datos:

- El nitrato de hierro (II), $\text{Fe}(\text{NO}_3)_2$ y el permanganato de potasio, KMnO_4 se comportan en el agua como electrolitos fuertes.
- Pares redox y potenciales normales:



4. Parte experimental

Equipo

- 1 potenciómetro

Material

- 1 pipeta volumétrica de 10 ml
- 1 mortero con pistilo
- 2 vasos de precipitados de 250ml
- 2 vasos de volumen pequeño
- 1 bureta de 10 ml
- 1 soporte para bureta con pinzas
- 1 piseta
- 1 vidrio de reloj.
- 1 electrodo de platino
- 1 electrodo de calomel
- 1 agitador magnético

Reactivos y soluciones

- Solución de H_2SO_4 0.9 M (1.8 N)
- Solución estandarizada de KMnO_4
- 2 comprimidos de sulfato ferroso comercial (Hemobión 200)

4.1. Procedimiento experimental

1) Preparación de la muestra de Fe (II)

Pesar 2 comprimidos y pulverizarlos en el mortero. Del sólido pulverizado pesar por triplicado el equivalente a una cuarta parte del comprimido. Transferir cada muestra a vasos de volumen pequeño, identificando cada una de las muestras. Agregar 10 mL de solución de ácido sulfúrico (1.8 N). Agitar el sistema hasta la disolución completa del polvo.

2) Calibración del potenciómetro

Conectar el potenciómetro a la corriente eléctrica y calibrarlo en "corto circuito". La diferencia de potencial debe ser nula en "corto circuito".

3) Determinación de Fe (II)



Parte A

Determinación potenciométrica del PE

Sumergir los electrodos en la solución de Fe (II). Realizar la valoración agregando con una bureta la solución de permanganato de potasio. Medir la diferencia de potencial (E) inicial de la solución y la diferencia de potencial para cada adición de la solución de KMnO_4 y anotar los valores de E = función (volumen agregado de KMnO_4).

Parte B

Determinación del PE mediante el uso de KMnO_4 como autoindicador

Realizar la valoración de la solución de Fe (II) agregando con una bureta la solución de permanganato de potasio. Los volúmenes deberán ser agregados con incrementos de 0.5 mL y gota a gota cerca del punto de equivalencia. Medir el volumen en el cual la solución cambia de incoloro a color rosa permanente. Este será el volumen de vire. De ser necesario, debe realizarse la valoración una vez más.

5. Puntos mínimos del reporte

Parte A

- 1) Tabular y graficar los datos experimentales $E = f(\text{mL MnO}_4^-)$.
- 2) Expresar la ecuación química balanceada de la reacción de valoración.
- 3) A partir de los potenciales estándar teóricos calcular el valor de la constante de reacción.
- 4) Determinar el volumen del punto de equivalencia por el método gráfico de las "tangentes" y calcular la molaridad inicial experimental de Fe (II) en la solución valorada.
- 5) Determinar el contenido de Fe (II) en miligramos, por cada pastilla del fármaco y compararlo con el reportado en el marbete.
- 6) Expresar la tabla de variación de cantidades molares (TVCM) para la reacción de valoración como una función del volumen de valorante agregado.
- 7) Calcular el potencial teórico del sistema (referido al electrodo estándar de hidrógeno) de valoración para los siguientes volúmenes agregados de la solución de KMnO_4 : $V = 0$, $V = \frac{1}{2}V_{PE}$, $V = V_{PE}$, $V = 1.5 V_{PE}$.
- 8) Trazar la curva teórica de valoración de $E = f(\text{mL de permanganato})$ y compararla con la experimental.
- 9) Con base en los resultados del inciso anterior, determinar gráficamente en la curva de valoración experimental, el potencial estándar experimental de los pares $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$ y $\text{MnO}_4^-/\text{Mn}^{2+}$ y comparar estos valores con los reportados en la literatura química.



Parte B

- 1) Determinar el volumen de vire en el PE de KMnO_4 y determinar la molaridad inicial de Fe (II) en la solución valorada.
- 2) Determinar el contenido de Fe (II) en miligramos por cada pastilla del fármaco.
- 3) Comparar los valores del contenido de Fe (II) con el método potenciométrico y concluir sobre la validez del método visual, tomando como referencia el método instrumental, en la determinación de Fe (II) en el fármaco.

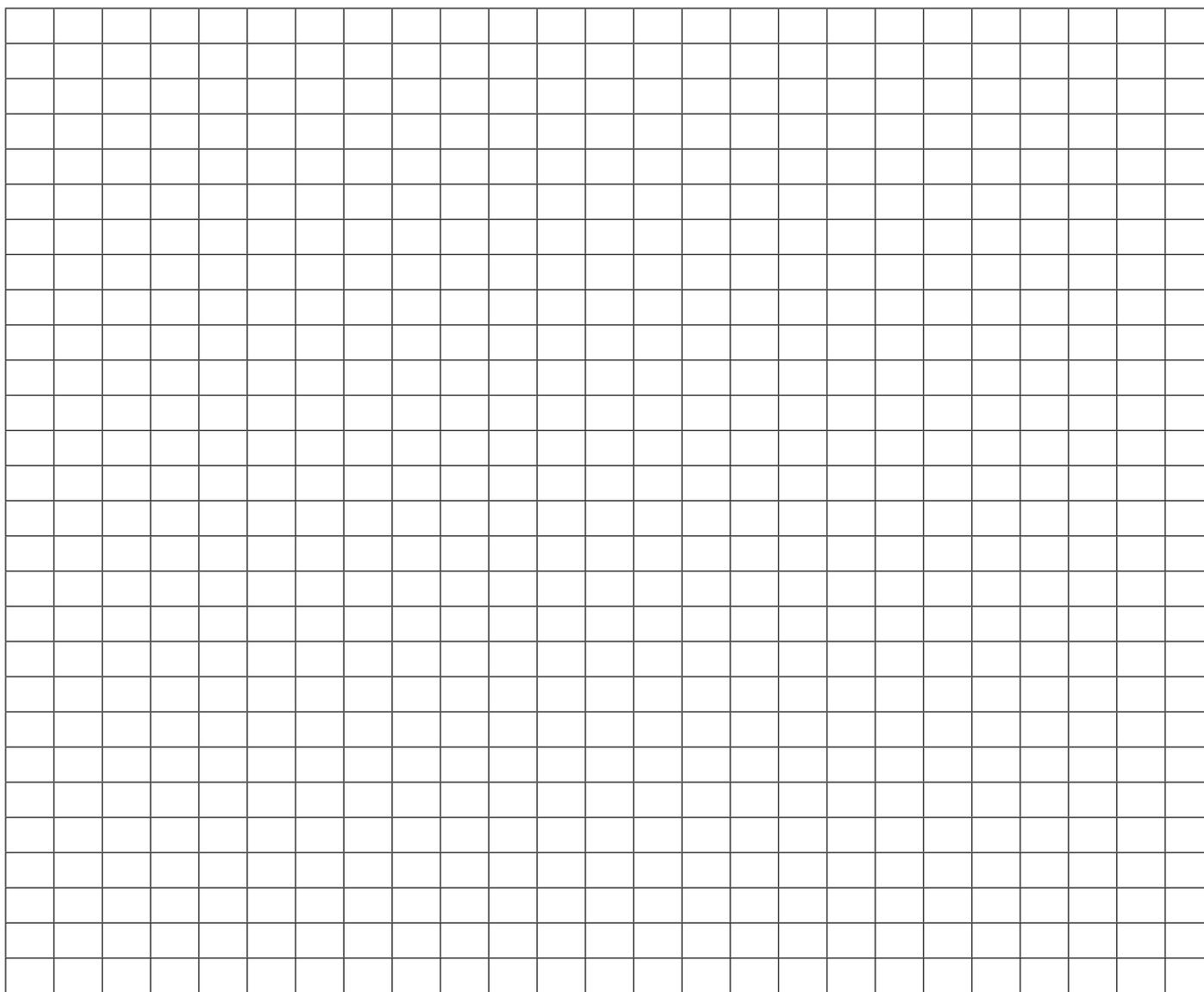
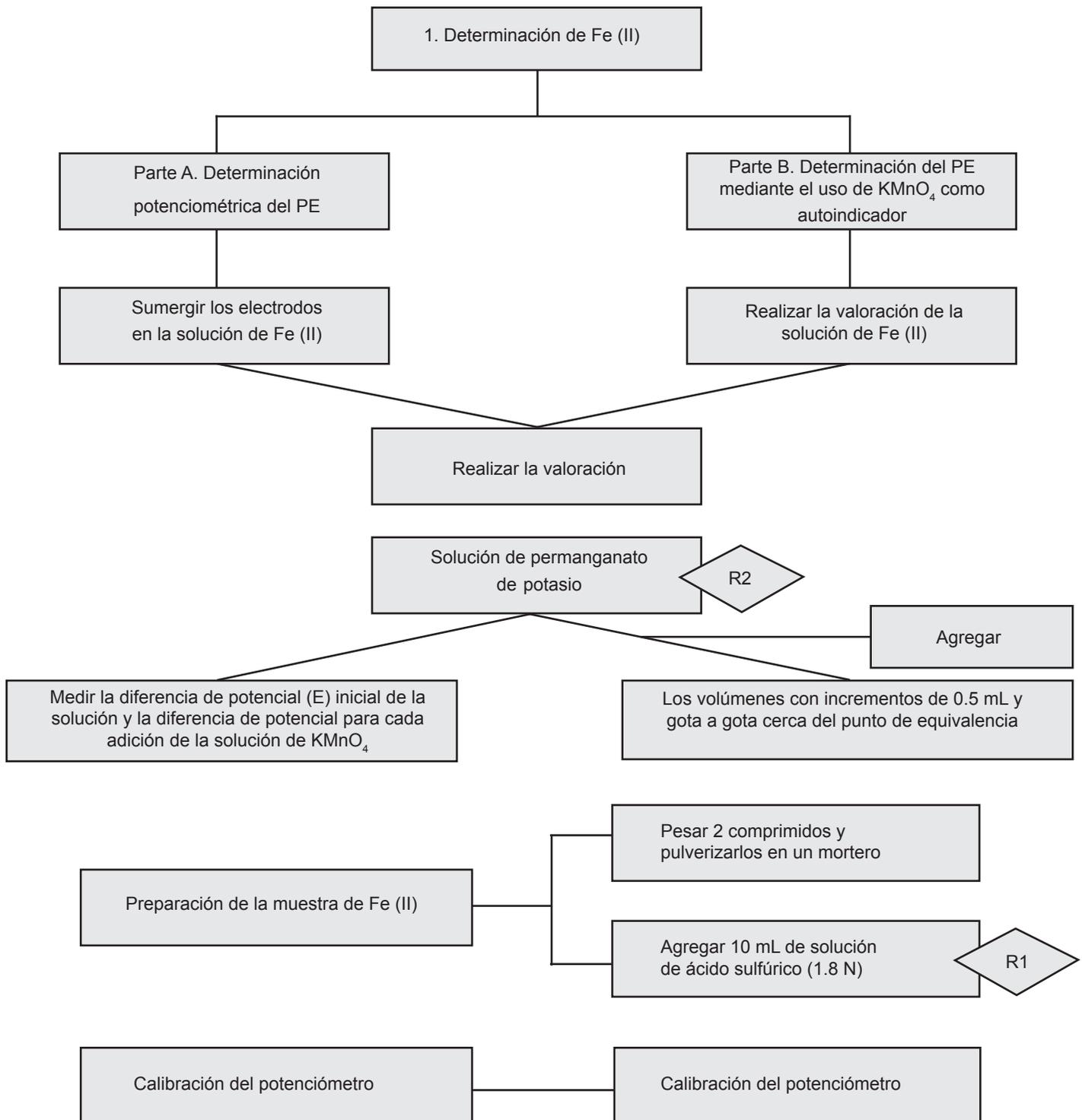
Curva de valoración de E = f (mL permanganato agregado)

Diagrama ecológico



R1: neutralizar y desechar en el drenaje.

R2: Etiquetar y guardar en un frasco para su tratamiento posterior (reducción a Mn^{2+} , una forma más estable).



PROYECTO 3

DETERMINACIÓN DE UN ANALITO EN UNA MUESTRA COMERCIAL MEDIANTE UNA VALORACIÓN REDOX

1. Objetivo

Determinar en una muestra comercial el contenido de un analito, mediante una valoración redox, la cual investigará el estudiante.

2. Diseño experimental

Dado que este experimento es un proyecto, el estudiante investigará y propondrá los siguientes puntos:

1. Material
2. Disoluciones
3. Cálculos de disoluciones
4. Procedimiento

3. Puntos mínimos del reporte

- 1) Expresar la reacción de valoración y calcular su valor de K_{eq} y K_{eq}' .
- 2) Calcular la concentración inicial de un analito determinado en la alícuota utilizada y en la muestra original.
- 3) Comparar los resultados obtenidos en la determinación experimental con los reportados en la etiqueta del producto comercial y concluir.
- 4) Calcular y trazar la curva de valoración $E = f(\text{mL valorante})$ correspondiente.
- 5) Conclusiones generales y bibliografía.



APÉNDICE



CONTENIDO TEMÁTICO DE LA ASIGNATURA DE QUÍMICA ANALÍTICA I

1. Introducción

- 1.1 Importancia de la química analítica en la química industrial.
- 1.2 Ley de acción de masas. Principio de Le Chatelier.
- 1.3 Modelo generalizado donador-receptor partícula.
- 1.4 Naturaleza de las especies en medio acuoso.
- 1.5 Reacciones en solución acuosa. Donadores, receptores y anfolitos. Tipo de reacciones según la partícula intercambiada.

2. Equilibrios ácido-base

- 2.1 Definiciones de ácido, base y anfolito según Brønsted Lowry.
- 2.2 El agua como solvente anfiprótico. El equilibrio y la constante de autoprotólisis del agua (pK_w). Escala de pH.
- 2.3 Definiciones de las constantes de acidez (K_a) y basicidad (K_b).
- 2.4 Definiciones de las constantes de acidez globales.
- 2.5 Clasificación de ácidos y bases en función de su grado de disociación (α).
- 2.6 Estabilidad de ácidos, bases y anfolitos en agua y sus parámetros de estabilidad.
- 2.7 Conceptos de fuerza y acidez.
- 2.8 Ecuaciones para el cálculo de pH en casos límite ($\alpha \geq 0.97$ y $\alpha \leq 0.03$).
- 2.9 Cálculos de pH en sistemas sencillos y complicados por medio del grado de disociación.
- 2.10 Diagramas de distribución de especies (DDE) para sistemas monopróticos y polipróticos. Cálculo e interpretación.

3. Mezclas: equilibrios de interacción y de reacción ácido-base

- 3.1 Mezclas de interacción. Mezcla de un ácido y su base conjugada débiles: solución amortiguadora. Poder de Amortiguamiento. Cálculos de pH en estas soluciones.
- 3.2 Mezclas de reacción. Valoraciones ácido-base de ácidos y/o bases mono y polipróticos. Tabla de variación de cantidades molares (TVCM) para una reacción de valoración cuantitativa. Cálculo de las constantes de reacción. Cuantitatividad y parámetro de cuantitatividad. Predicción de la curva de valoración teórica. Efecto de la concentración de los reactivos y la constante de reacción en el perfil de una curva de valoración, pH vs mL valorante.
- 3.4 Detección del punto de equivalencia pH-métricamente y con indicadores ácido-base. Error relativo de los indicadores.
- 3.5 Montaje experimental para una valoración ácido-base.
- 3.6 Aplicaciones de las valoraciones ácido-base

4. Equilibrios de complejación

- 4.1 Definiciones de donador, receptor, partícula y anfolito en complejos.
- 4.2 Naturaleza de los ligantes más comunes usados en química analítica.
- 4.3 Definiciones de las constantes de disociación (K_c) y las constantes de formación global, β . Relaciones entre los equilibrios de disociación sucesivos y los equilibrios de formación global. Escalas de existencia de pL y pM.



- 4.4 Clasificación de complejos en función de su grado de disociación (α).
- 4.5 Definición de complejos estables e inestables.
- 4.6 Estabilidad de los complejos. Equilibrios y constantes de dismutación y anfolización de un anfolito.
- 4.7 Hidroxocomplejos. Escalas de existencia de pH y pOH.
- 4.8 Ecuaciones para el cálculo de pL o pM en casos límite ($\alpha \geq 0.97$ y $\alpha \leq 0.03$) o por medio del grado de disociación.
- 4.9 Diagramas de distribución de especies (DDE) para sistemas monodonadores polidonadores. Cálculo e interpretación.

5. Mezclas: equilibrios de interacción y de reacción de complejos

- 5.1 Mezclas de interacción. Mezcla de un donador y su receptor conjugado.
- 5.2 Efecto del pH sobre la estabilidad de los compuestos de coordinación. Constantes condicionales (K_{eq}') en función del pH.
- 5.3 Mezclas de reacción. Valoraciones complejométricas.
- 5.4 Tabla de variación de cantidades molares (TVCM) para una reacción de valoración cuantitativa. Cálculo de la constante de reacción termodinámica y condicional. Predicción de la curva de valoración teórica, pM vs mL ligante.
- 5.3 Detección del punto de equivalencia con indicadores metalocrómicos. Error relativo de los indicadores.
- 5.4 Montaje experimental para una valoración complejométrica.
- 5.5 Aplicaciones de las valoraciones complejométricas.

6. Equilibrios de óxido-reducción

- 6.1 Definiciones de oxidante, reductor, anfolito y partícula (e^-) en redox.
- 6.2 Equilibrio electroquímico y su diferencia con equilibrio químico.
- 6.3 Equilibrios electroquímicos como semirreacciones redox.
- 6.4 Definición de potencial
- 6.5 Ley de Nernst. Aplicación de la ecuación de Nernst.
- 6.6 Escala de predicción de reacciones en función del potencial normal (E°).
- 6.7 Estado de equilibrio de mezclas generales de oxidantes y reductores.
- 6.8 Aplicaciones de la ecuación de Nernst en el cálculo de potencial de equilibrio.

7. Mezclas, estado de equilibrio y cálculo de potencial

- 7.1. Mezclas de interacción. Mezcla de un donador y su receptor conjugado.
- 7.2. Mezclas de reacción. Valoraciones redox: directas, indirectas y por retroceso.
- 7.3. Tabla de variación de cantidades molares (TVCM) para una reacción de valoración cuantitativa. Cálculo de la constante de reacción termodinámica.
- 7.4. Predicción de la curva de valoración teórica E vs mL valorante.
- 7.5. Detección del punto de equivalencia con indicadores redox. Error relativo de los indicadores. Tipos de valoración redox en función de la propiedad medida (volumétricas e Instrumentales).
- 7.6. Montaje experimental para una valoración redox. Tipos de electrodos.
- 7.7. Aplicaciones de las valoraciones redox.



SERIES DE PROBLEMAS ESTEQUIOMETRÍA

Problemas del libro: Skoog, D.A., West, D.M., Holler, F.J. & Crouch, S.R. (2005). Fundamentos de química analítica, 8ava edición. (<http://es.slideshare.net/alis590/fundamentos-de-quimica-analitica-skoog-8va-ed>. Thomson, p. 87.

1. Calcular el número de moles de la especie indicada en:

- a) 4.96 g de B_2O_3
- b) 333 mg de $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$
- c) 8.75 g de Mn_3O_4
- d) 167.2 mg de CaC_2O_4

2. Calcular el número de milimoles de la especie indicada en:

- a) 57 mg de P_2O_5
- b) 12.92g de CO_2
- c) 40.0 g de $NaHCO_3$
- d) 850 mg de $MgNH_4PO_4$

3. Calcular el número de milimoles de soluto en:

- a) 2.00 L de 3.25×10^{-3} M $KMnO_4$
- b) 750 mL de 0.0555 M $KSCN$
- c) 250 mL de una solución que contienen 5.41 ppm de $CuSO_4$
- d) 3.50 L de 0.333 M KCl

4. Calcular el número de milimoles de soluto en:

- a) 175 mL de 0.320 M $HClO_4$
- b) 15.0 L de 8.05×10^{-3} M K_2CrO_4
- c) 5.00 L de una solución acuosa que contiene 6.75 ppm de $AgNO_3$
- d) 851. mL de 0.0200 M KOH

5. Determinar la masa en miligramos de:

- a) 0.777 mol de HNO_3
- b) 500 mmol de MgO
- c) 22.5 mol de NH_4NO_3
- d) 4.32 mol de $(NH_4)_2Ce(NO_3)_6$ (548.23 g/mol)

6. Determinar la masa en gramos de:

- a) 7.1 mol de KBr
- b) 20.1 mmol de PbO
- c) 3.76 mol de $MgSO_4$
- d) 9.6 mmol de $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$



7. Determinar la masa en miligramos de soluto en:

- a) 26.,0 mL de sacarosa 0.25 M (342 g/mol)
- b) 2.92 L de 4.76×10^{-3} M H_2O_2
- c) 656 mL de una solución que contiene 4.96 ppm de $Pb(NO_3)_2$
- d) 6.75 mL de 0.0619 M KNO_3
- e) 27 mL de ácido benzoico 8.75×10^{-4} M (122 g/ mol)

8. Determinar la masa en gramos de soluto en:

- a) 450 mL de 0.164 M H_2O_2
- c) 3.50 L de una solución que contiene 21.7 ppm de $SnCl_2$
- d) 21.7 mL de 0.0125 M KNO_3

9. Calcular valor de p ($p = -\log[\text{conc.}]$) y en cada uno de los iones indica dos en los párrafos siguientes:

- a) Na^+ , Cl^- y OH^- en una solución de $NaCl$ 0.0.335 M y $NaOH$ 0.0503 M
- b) Ba^{2+} , Mn^{2+} y Cl^- en una solución de $BaCl_2$ 7.65×10^{-3} M y $MnCl_2$ 1.54M
- c) H^+ , Cl^- y Zn^{2+} en una solución que es 0.600 M en HCl y 0.101 M en $ZnCl_2$
- d) Cu^{2+} , Zn^{2+} y NO_3^- en una solución que es 4.78×10^{-2} M en $Cu(NO_3)_2$ y 0.104 M en $Zn(NO_3)_2$
- e) K^+ , OH^- y $Fe(CN)_6^{4-}$ en solución que es 2.62×10^{-7} M en $K_4Fe(CN)_6$ y 4.12×10^{-7} M en KOH
- f) H^+ , Ba^{2+} y ClO_4^- en una solución que es 3.35×10^{-4} M en $Ba(ClO_4)_2$ y 6.75×10^{-4} M en $HClO_4$.

10. Calcular la concentración molar del ion H: 1° + de una disolución que tiene un pH de:

- a) 4.76. (c) 0.52. (e) 7.32
- b) 4.58. (d) 13.62. (f) 5.76 (h) 052 4.17. Calcule las funciones p de cada ion en una solución que es
- c) 0.0200 M en $NaBr$
- d) 0.0100 M en $BaBr_2$
- e) 3.5×10^{-3} M en $Ba(OH)_2$
- f) 0.040 M en HCl y 0.020 M en $NaCl$
- g) 6.7×10^{-3} M en $CaCl_2$ y 7.6×10^{-3} M en $BaCl_2$
- h) 4.8×10^{-8} M en $Zn(NO_3)_2$ y 56×10^{-1} M $Cd(NO)_2$

11. Convierta las funciones p siguientes en concentraciones molares:

- a) $pH = 9,67$.
- b) $pOH = 0.135$
- c) $pBr = 0,034$
- d) $pCa = 12.35$
- e) $pLi = -0.221$
- f) $pNO_3 = 7.77$
- g) $pMn = 0.0025$
- h) $pCl = 1020$



12. El agua de mar contiene una concentración media de 1.08×10^3 ppm de Na^+ y 270 ppm de SO_4^{2-} . Calcular:

- Las concentraciones molares de Na^+ y SO_4^{2-} tomando la densidad promedio del agua de mar, 1.02 g/mL.
- El pNa y p SO_4 del agua de mar.

13. En aproximación, el suero sanguíneo humano contiene 18 mg de K^+ y 365 mg de Cl^- por cada 100 mL. Calcular:

- La concentración molar de cada una de estas especies. Utilizar 1.00 g/mL como densidad del suero.
- El pK y pCl del suero humano.

14. Se prepara una solución mediante la disolución de 5.76 g de $\text{KCl} \cdot \text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (277.85 g/mol) en agua suficiente para obtener 2 L. Calcular:

- la concentración molar analítica de $\text{KCl} \cdot \text{MgCl}_2$ en esta solución
- la concentración molar de Mg^{2+}
- la concentración molar de Cl^-
- el porcentaje peso/volumen del $\text{KCl} \cdot \text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$



SERIE DE PROBLEMAS ÁCIDO-BASE

1. En cada una de las siguientes soluciones, calcular:

a) El grado de disociación (α), el pH y determinar la fuerza en cada caso, mediante el parámetro K_a/Co :

	Ácido	pKa	Co (M)	K_a/Co	α	pH	Fuerza
1	Clorhídrico	fuerte	0.05				
2	Fluorhídrico	3.18	0.01				
3	Fórmico	3.74	0.05				
4	Acético	4.75	0.02				
5	Ftálico	2.95 5.41	0.2				
6	Fosfórico	2.15 7.20 12.38	0.05				
7	Cloruro de amonio	9.25	0.03				

b) Indicar el orden de fuerza y acidez de cada solución.

c) En los casos 2, 3, 4 y 5 calcular la concentración inicial mínima que se requiere para que el ácido se comporte como débil.

2. En el laboratorio se encuentran tres frascos que contienen aproximadamente 500 mL de diferentes ácidos monopróticos a una concentración 0.2 M cada uno. Se toma una alícuota de 25 mL, se le agregan unas gotas de indicador y se les determina el pH. Los resultados obtenidos se presentan en la siguiente tabla:

Frasco	Ácido	pH	% α	pKa
1	HA	2.3		
2	HB	1.5		
3	HC	4.1		



- Calcular el grado de ionización de cada ácido y su porcentaje.
- Estimar el valor de pK_a de cada uno de los ácidos.
- ¿Cuál es el ácido más fuerte y cuál es el más débil?
- ¿Cuál de las soluciones es más ácida y qué color se observará en cada solución?

Datos: indicador: intervalo de pH: 1.8-3.6 HIn azul In- amarillo

- Calcular el grado de disociación (α), el pH y determinar la fuerza de las siguientes soluciones:

- 100 mL de ácido fórmico (HCOOH) 0.05 M
- 100 mL de ácido fórmico (HCOOH) 0.05 M +100 mL sosa 0.025M
- 100 mL de ácido fórmico (HCOOH) 0.05 M +100 mL sosa 0.05M
- 100 mL de ácido fórmico (HCOOH) 0.05 M +100 mL sosa 0.1M

Datos: HCOOH/ HCOO⁻ $pK_a = 3.75$

- ¿Cuántos gramos de carbonato ácido de sodio (PM = 84 g/mol) deben agregarse a 4 g de carbonato de potasio (PM = 138.2 g/mol) para obtener 500 mL de una solución acuosa con pH = 10.80?

- ¿Qué pH tendrá la solución anterior si se agregan 100 mL de HCl 0.10 M?

- Se requiere preparar 100 mL de solución amortiguadora de fosfatos de pH = 7.8 en concentración total 0.5 M:

- ¿Cuántos gramos de fosfato diácido de sodio y cuántos gramos fosfato monoácido de sodio serán necesarios disolver para preparar dicha solución?
- Calcular la concentración del [HA] y [A⁻] participantes en dicha solución amortiguadora.
- Si a esta solución amortiguadora se le adicionan 3 mL de hidróxido de sodio 0.020 M, calcular el pH del sistema.
- Si a esta solución amortiguadora se le adicionan 2 mL de hidróxido de sodio 0.025 M, calcular el pH del sistema.

Elemento	Sodio	Fósforo	Oxígeno	Hidrógeno
Pesos atómicos	23	31	16	1



6. Se requiere preparar 100 mL de soluciones amortiguadoras de pH = 9.0, 6.8 y 4.0 de una concentración total 0.5 M, para lo cual se cuenta en el laboratorio con soluciones de [ácido bórico]=[borato de sodio]=[fosfato diácido de potasio]=[fosfato monoácido de potasio]=[ácido acético]=[acetato de sodio]= 1 M. Las sales son electrolitos fuertes. Colocar en una escala de pH los pares ácido-base.
- ¿Qué pares ácido-base se utilizarían para preparar cada solución amortiguadora y qué volumen se requiere de cada solución?
 - Calcular la concentración del [HA] y [A⁻] participantes en cada solución amortiguadora.
 - Si a 10 mL de solución amortiguadora se le adiciona 1 mL de hidróxido de sodio 0.05 M, calcular el pH del sistema y verificar si esta solución permite una variación de ± 0.2 unidades de pH.

Par ácido/base	pKa
Ácido bórico/borato	9.23
Fosfato diácido /fosfato monoácido	7.2
Ácido acético/acetato	4.76

7. Una muestra de 10.231 g de limpiador de vidrios que contiene amoníaco se diluyó y aforó en 50 mL de agua. Después, 5.0 mL de esta solución se titularon con 14.20 mL de ácido clorhídrico 0.1063 M.
- Expresar la reacción de valoración y calcular su constante de equilibrio, Keq.
 - Trazar la curva de valoración de pH = f (mL ácido clorhídrico). Considerar el cálculo de pH en cuatro puntos: V = 0, PE/2, PE y DPE.
 - Calcular el porcentaje (p/p) del amoníaco en la muestra analizada.
 - Analizar cuál de los siguientes indicadores químicos sería el más apropiado para detectar el volumen de punto de equivalencia en la valoración:

Indicador	Intervalo	Color ácido	Color básico
Anaranjado de metilo	3.1-4.4	rojo	anaranjado
Rojo de metilo	4.2-6.3	rojo	amarillo
Azul de bromotimol	6.2-7.6	amarillo	azul
Fenolftaleína	8.3-10.0	incoloro	rojo
Timolftaleína	9.3-10.5	incoloro	azul

Datos: amonio/amoniaco pKa=9.25



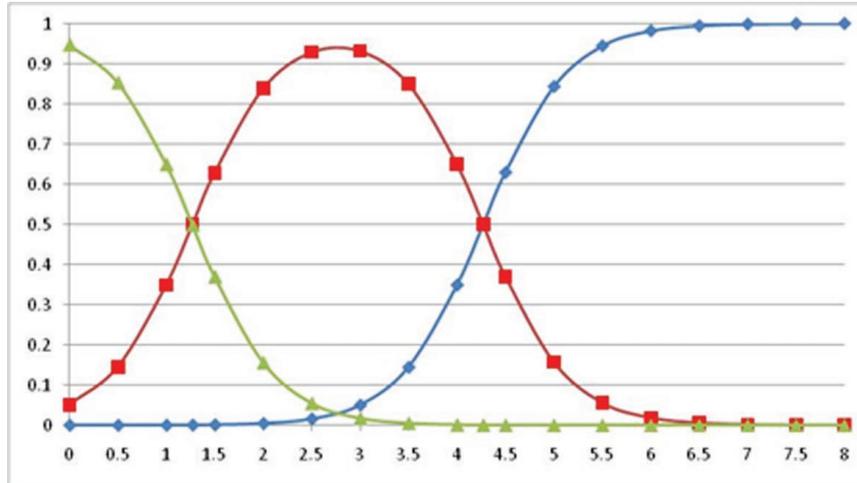
8. Una muestra contiene ácido acético y se intenta determinar su molaridad mediante una valoración ácido-base. Para esto se toma una alícuota de 25 mL de la muestra y se lleva a un aforo de 100 mL. De esta solución se toma otra alícuota de 10 mL y se titula con [hidróxido de sodio] = 0.05 M, siendo el volumen del punto de equivalencia VPE = 5.45 mL.
- Expresar la reacción de valoración y la constante de equilibrio correspondiente.
 - Calcular la concentración inicial molar del ácido acético.
 - Trazar la curva de valoración de $\text{pH} = f(\text{mL valorante})$. Considerar el cálculo de pH en cuatro puntos: $V = 0$, $\text{PE}/2$, PE y DPE.
 - Dibujar el montaje experimental requerido para llevar a cabo dicha valoración, identificando claramente cada uno de las partes.
9. Una muestra de 0.5645 g que contiene carbonato y bicarbonato de sodio de sodio se diluyó y aforó a 250 mL. Después se realizaron dos titulaciones, cada una por triplicado de 20.0 mL de esta solución con ácido clorhídrico 0.0245 M con dos diferentes indicadores:
- Cuando la fenoftaleína viró de rojo a incolora se obtuvo un volumen promedio de 5.2 mL de HCl.
 - Cuando el verde de bromocresol viró de azul a amarillo se obtuvo un volumen promedio de 18.6 mL de HCl.
- Expresar las reacciones de valoración sucesivas y calcular sus respectivas constantes de reacción.
 - Calcular los valores de pH en los puntos de equivalencia.
 - Analizar cuál de los siguientes indicadores químicos sería el más apropiado para detectar el volumen de punto de equivalencia en cada valoración.

Indicador	Intervalo	Color ácido	Color básico
Verde de bromocresol	4-5.6	Amarillo	Azul
Fenolftaleína	8.3-10.0	Incoloro	Rojo



- Calcular el porcentaje de carbonato y bicarbonato de sodio en la muestra.
10. El siguiente diagrama de distribución de especies se obtuvo para las especies $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 / \text{HC}_2\text{O}_4^- / \text{C}_2\text{O}_4^{2-}$:
- Colocar sobre este diagrama la especie que corresponde a cada perfil. Justificar la respuesta.
 - Expresar los equilibrios de disociación sucesivos para $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$.
 - A partir del diagrama señalar y estimar los valores de las constantes de disociación pKa_1 y pKa_2 .





SERIE DE COMPLEJOS

1. Si considera el equilibrio de disociación:



- Representar el par donador–receptor en las escalas de pY y pLi.
- Si se tienen 3 soluciones del complejo $[\text{LiY}^{3-}] = 0.1 \text{ M}, 0.02 \text{ M}$ y 0.005 M .

- a) ¿Cuál es el grado de disociación del complejo en cada solución y cuál es su estabilidad?
- b) Calcular el valor de pY y pLi en el equilibrio.

2. Establecer la escala de pOH y pH para los hidroxocomplejos de Fe (III). Indicar en la escala el donador y receptor de la partícula en cada escala en cuestión. Realizar la deducción de las constantes a utilizar.

Datos:

	$\log \beta_1$	$\log \beta_2$	$\log \beta_3$
Fe(OH) _n :	11.87	21.17	29.67



3. Una sal de sulfato de cobre, cuya pureza se requiere determinar, se titula con EDTA. Para ello se pesan 0.2543 g de la sal, se disuelven y aforan a 50 mL. Tres alícuotas de 10 mL se titulan por separado con EDTA de 0.05 M a pH = 9. El volumen promedio del punto de equivalencia al vire del indicador, NET, fue de 5.8 mL.

- Expresar la reacción de valoración a pH = 1, 4, 9 y 12.
- Expresar y calcular las constantes de reacción condicionales y las constantes de disociación condicionales para cada pH. ¿A qué pH es más cuantitativa la reacción y por qué?
- Expresar las escalas de pCu y de pY.
- A pH = 8, calcular las concentraciones de cobre cuando $v = 0, PE/2, PE$ y $2PE$, y trazar la curva de pCu en función del volumen de EDTA.
- Determinar la pureza de la sal de $CuSO_4$.

Datos: pKa's: H_4Y : 2.0, 2.7, 6.2 y 10.3 CuY^{2-} pKc = 18.5
PM $CuSO_4$ = 159.546 g/mol

4. Se mezclan 20 mL 0.025 M de cobre (II) con V mL de 0.05 M de EDTA. (V = 0, 5, 10 y 15)

- Expresar la reacción de valoración a pH = 5, 9 y 12.
- Expresar y calcular las constantes condicionales y las constantes de disociación condicionales para pH. ¿A qué pH es más cuantitativa la reacción?
- Para cada pH y para adición, calcular las concentraciones de cobre y EDTA en el equilibrio y trazar las curvas correspondientes.

Datos: pKa's H_4Y : 2.0, 2.7, 6.2 y 10.3 CdY^{2-} pKc = 16.5

5. Se realizó el control de calidad de Caltrate® 600 para aceptar o rechazar un lote. El promedio de peso por tableta es de 1.1233 g (marbete: 600 Ca^{+2} mg/tableta). Se pulverizaron 5 tabletas y se pesaron 50 mg del polvo por quintuplicado. Se le agregó HCl concentrado, agua destilada y se ajustó el pH a 10 con amoníaco concentrado. Se usó NET como indicador y se valoró con EDTA 0.1 M gastándose en promedio 6.2 mL.

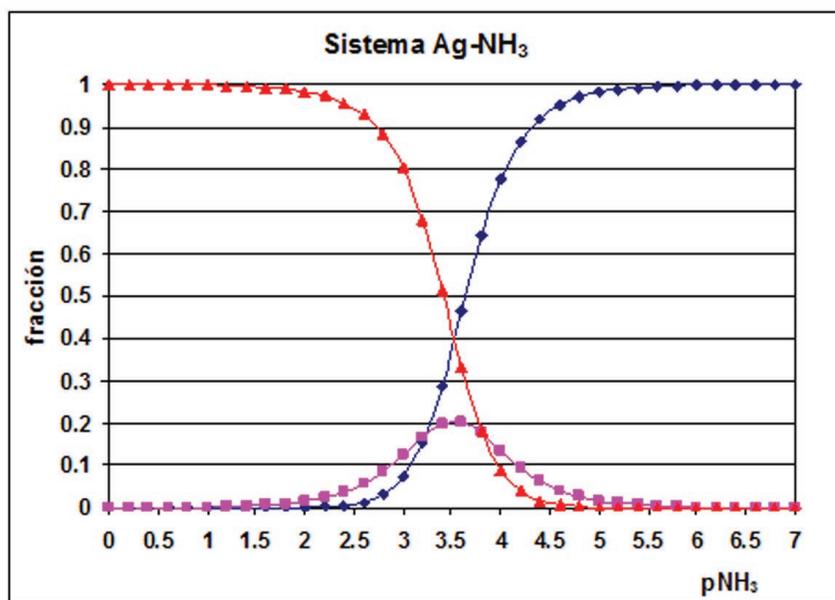
- Expresar la reacción de valoración que ocurrió a pH = 10. Calcular la K_{eq} termodinámica y K_{eq} condicional.
- Calcular el contenido de calcio en mg y % como Ca (II) en la muestra y por tableta. Comparar con el marbete y concluir.
- Explicar y justificar con escala el uso del indicador NET para la detección del punto de equilibrio de la reacción.

Datos: CaY^{2-} pKc = 11.0 H_4Y pKas = 2.0, 2.7, 6.2 y 10.3
NET (H_2In) pKaS: 6.3 y 11.6 H_2In^- : rojo HIn^{2-} : azul In^{3-} : naranja
Complejo Ca-NET: color rojo-vino y pKc = 5.4



6. El siguiente diagrama de distribución se obtuvo para las especies $\text{Ag}(\text{NH}_3)_2^+$, AgNH_3 y Ag^+ :
- Colocar sobre este diagrama la especie que corresponde a cada perfil. Justificar la respuesta.
 - Expresar los equilibrios de disociación sucesivos para $\text{Ag}(\text{NH}_3)_2^+$.
 - A partir del diagrama, estimar los valores de las constantes de disociación, pKc_1 y pKc_2 .
 - Expresar los equilibrios de formación global $\text{Ag}(\text{NH}_3)_2^+$ y AgNH_3 y sus constantes de formación. A partir de los valores pKc_1 y pKc_2 , estimar los valores de β_1 y β_2 .

Nota: recordar que pKc_1 y pKc_2 son las constantes de disociación para los complejos AgNH_3 y $\text{Ag}(\text{NH}_3)_2^+$ respectivamente.



SERIE DE ÓXIDO-REDUCCIÓN

- Se desea valorar el contenido de sulfato ferroso en una presentación farmacéutica, para lo cual se pulverizan 5 tabletas y se toma una muestra de 2.4643 g, se disuelve en medio ácido, se lleva a un aforo de 100 mL. Una alícuota de 10 mL se valora con permanganato de potasio 0.05M y el volumen del punto de equivalencia promedio de tres valoraciones es de 5.60 mL.
 - Expresar y balancear la reacción de valoración y calcular la constante de equilibrio.
 - Establecer la tabla de variación de cantidades molares.
 - Calcular los potenciales de equilibrio para un volumen v de permanganato agregado, cuando $v = 0, 2.3, 5.6$ y 10 mL. Trazar la curva de valoración e indicar el PE.
 - Calcular los miligramos y el porcentaje de sulfato ferroso de contenidos en la muestra.



Datos:

	$\text{MnO}_4^- / \text{Mn}^{2+}$	$\text{Fe}^{3+} / \text{Fe}^{2+}$			P.M. g/mol
E^0 (v)	1.5	0.77		Sulfato ferroso	155.85

2. El ión nitrito puede determinarse por oxidación con un exceso de Ce^{4+} , seguida por una titulación por retroceso del Ce^{4+} que no reaccionó. Una muestra sólida de 4.030 g que sólo contiene NaNO_2 y NaNO_3 se disuelve en 500 mL de agua. Una alícuota de 25 mL de esta solución se hace reaccionar con 50 mL de Ce^{4+} 0.1186 M en medio de ácido fuerte durante 5 minutos, y el exceso de Ce^{4+} se titula por retroceso con 31.13 mL de sulfato ferroso amónico 0.04289 M.
- Expresar las reacciones que ocurren en forma balanceada.
 - Calcular sus constantes de equilibrio.
 - Establecer la tabla de valoración de cantidades molares durante la valoración.
 - Calcular el potencial de equilibrio para en inicio, PE/2, PE DPE.
 - Trazar la curva de valoración e indicar el PE.
 - Calcular el porcentaje en peso del NaNO_2 en el sólido.
3. Un mineral de 0.1344 g que contenía MnO_2 se disolvió y se trató un exceso de yoduro de sodio y se aforó a 50 mL. Cuando se completó la reacción, el yodo liberado necesitó 32.30 mL de tiosulfato de sodio 0.0220 M.
- Balancear la reacción:

$$\text{MnO}_2(\text{s}) + \text{H}^+ + \text{I}^- = \text{Mn}^{2+} + \text{I}_2 + \text{H}_2\text{O}$$
 - Expresar y balancear la reacción de valoración del yodo con el tiosulfato y calcular la constante de reacción.
 - Establecer la tabla de variación de cantidades molares.
 - Calcular los potenciales de equilibrio para un volumen v de tiosulfato agregado, cuando $v = 0$, PE/2, PE y 2PE. Trazar la curva de valoración e indicar el PE.
 - Calcular los miligramos y el porcentaje de MnO_2 contenidos en el mineral.



Datos:

	E° (V)		Peso atómico
$\text{MnO}_{2(s)} / \text{Mn}^{2+}$	1.23	Mn	54.94
I_2 / I^-	0.54	O	16
$\text{S}_4\text{O}_6^{2-} / \text{S}_2\text{O}_3^{2-}$	0.08		

4. El clorato de potasio presente en un explosivo se valoró con sulfato ferroso. Para lo cual, 0.1279 g del explosivo se hicieron reaccionar con 50 mL de sulfato ferroso 0.0893 M. Cuando la reacción fue completa, el exceso de ion ferroso fue valorado por retroceso con 14.94 mL de dicromato de potasio 0.08361N.
- Expresar y balancear las reacciones que se llevan a cabo. Calcular la constante de la reacción de valoración.
 - Establecer la tabla de variación de cantidades molares.
 - Calcular los potenciales de equilibrio para el PE. Esbozar la curva de valoración e indicar el PE.
 - Calcular los miligramos y el porcentaje de clorato de potasio contenidos en el explosivo.

Datos:

	$\text{ClO}_3^- / \text{Cl}^-$	$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} / \text{Cr}^{3+}$	$\text{Fe}^{3+} / \text{Fe}^{2+}$		P.M. g/mol
E° (V)	1.45	1.33	0.77	Clorato de potasio	122.55

5. Una muestra de aire de 24.7 L extraído de las cercanías de un horno de carbón se hizo pasar por pentóxido de yodo (I_2O_5) a 150 °C, donde el CO se convirtió a CO_2 , y se produjo una cantidad químicamente equivalente a yodo, I_2 . El I_2 se destiló a esta temperatura y se recogió sobre una solución de yoduro de potasio, KI. El I_3^- que se produjo, se valoró con 7.76 mL de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.00221 M.
- Expresar las reacciones balanceadas que ocurren. Calcular la constante de la reacción de valoración.
 - Establecer la tabla de variación de cantidades molares.
 - Si el reglamento indica un nivel máximo de CO no mayor de 50 ppm, ¿el aire de este espacio cumple con dicho reglamento?



Datos:

	$\text{IO}_3^-/\text{I}_3^-$	I_3^-/I^-	$\text{S}_4\text{O}_6^{2-}/\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$		P.M. g/mol
E° (V)	1.195	0.54	0.08	Yodato de potasio	214.9
				Yoduro de potasio	166.9



BIBLIOGRAFÍA

1. Cañizares Macías M. P. y Duarte Lisci G. A. Fundamentos de Química Analítica, Teoría y ejercicios. Facultad de Química, UNAM. Segunda edición (2009).
2. Harris, D. C. Análisis Químico Cuantitativo. Ed. Reverté (1999).
3. Skoog Douglas, West Donald, y Holler James. Química Analítica. Octava Edición. McGraw-Hill. México. (2000).
4. Skoog Douglas A., West Donald M., Holler James F. y Crouch Stanley R. Fundamentos de Química Analítica. Octava Edición. Thomson. México. (2005).
5. Day and Underwood. Química Analítica Cuantitativa. Prentice Hall (1989).
6. Christian Gary D. Química Analítica. Limusa. Segunda Edición. (1981).
7. Orozco Fernando. Análisis Químico Cuantitativo. Ed. Porrúa (1985).
8. Pérez Arévalo J. F. y autores. Folleto de teoría de Análisis II. FES-C Sección de Química Analítica.
9. Santillán Marqués J. L. Cálculos químicos para la preparación de soluciones. Trillas 2003.



Química analítica I
(Prácticas de laboratorio)

Siendo la Química Analítica la columna vertebral en el ejercicio profesional de los químicos industriales, las actividades experimentales de laboratorio constituyen una poderosa herramienta para que los alumnos adquieran conocimientos, habilidades y aptitudes, de ahí que este manual, conformado por siete prácticas convencionales y proyectos, permiten a los alumnos trabajar de manera activa y colectiva confirmando los conceptos, teorías y postulados científicos de la clase teórica.

