

47
2ej^o



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

**PROPUESTA DE UN PROGRAMA DE PRACTICAS PARA LA
ASIGNATURA DE QUIMICA ANALITICA I
EN LA CARRERA DE QUIMICO.**

T E S I S
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE
Q U I M I C O
P R E S E N T A
RAYMUNDO RENE RUIZ AGUIRRE

FALLA DE ORIGEN



México, D. F.

**EXAMENES PROFESIONALES
FAC. DE QUIMICA**

1991



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

I N D I C E

	PAGINA
CAPITULO 1	1
INTRODUCCION	
CAPITULO 2	7
EN BUSCA DE MIS ORIGENES ...	
CAPITULO 3	12
PROGRAMA DE LABORATORIO	
CAPITULO 4	151
CONCLUSIONES	

C A P I T U L O 1

I N T R O D U C C I O N

pero los que esperan a Jehová
tendrán nuevas fuerzas; levantarán
alas como las águilas; correrán, y
no se cansarán; caminarán, y no se
fatigarán.

I S A I A S 40:31

El Profesor R. W. Ramette cita en su libro (Equilibrio y Análisis Químico) la máxima favorita de I. M. Kolthoff: "La teoría guía, el experimento decide."

Un sentimiento parecido se apoderó de mí, químico teórico, cuando la Profesora Adelina Pasos y el Doctor Carlos Romo me propusieron que desarrollara como tema de tesis un Programa de Laboratorio para la nueva asignatura de Química Analítica I (Equilibrios Químicos Simples en Fase Homogénea).

El fundamento de tal propuesta fue el hecho de que cursé las cinco asignaturas de Análisis y cuatro correspondientes a Química Analítica.

El haber conocido ambas metodologías didácticas, programas teóricos y prácticos, sistemas de evaluación, etc.; me colocó en una situación "idónea" para que, libre de prejuicios, elaborara un Programa de Prácticas donde incluyera, a título personal, lo que considerara más interesante y pedagógicamente formativo para las futuras generaciones de alumnos que ingresen a la Facultad de Química.

Mi asesora de tesis (Profesora Adelina Pasos) me proporcionó dos documentos vitales para dar forma al Programa de Laboratorio. El primer documento es el "Programa desglosado de la asignatura Química Analítica I. Equilibrios Químicos Simples en Fase Homogénea". Conocido de ahora en adelante como Documento T-01. El documento restante es el "Formato de Prácticas de Laboratorio". Al cual me referire como Documento T-02.

A continuación transcribo el Programa de Teoría tal y como se presenta en el Documento T-01.

- UNIDAD 1 IMPORTANCIA DE LA QUIMICA ANALITICA COMO DISCIPLINA
(2 hr) CIENTIFICA Y CONCEPTOS BASICOS DEL ANALISIS QUIMICO.
- UNIDAD 2 PRINCIPIOS DEL ANALISIS TITULOMETRICO.
(4 hr)
- UNIDAD 3 FUENTES DE ERROR EN LAS TECNICAS TITULOMETRICAS.
(3 hr)
- UNIDAD 4 CONSIDERACIONES GENERALES SOBRE LOS EQUILIBRIOS
(3 hr) QUIMICOS EN SOLUCION.
- UNIDAD 5 FUNDAMENTOS PARA EL ESTUDIO DE LOS EQUILIBRIOS
(2 hr) ACIDO-BASE.
- UNIDAD 6 CALCULOS ALGEBRAICOS DEL pH DE SOLUCIONES ACUOSAS.
(3 hr)
- UNIDAD 7 CURVAS DE TITULACION E INDICADORES ACIDO-BASE.
(6 hr)
- UNIDAD 8 EQUILIBRIO DE INTERCAMBIO PROTONICO EN MEDIO NO
(4 hr) ACUOSO.
- UNIDAD 9 FUNDAMENTOS SOBRE LOS EQUILIBRIOS DE INTERCAMBIO
(3 hr) ELECTRONICO.
- UNIDAD 10 CALCULOS ALGEBRAICOS Y GRAFICOS DEL POTENCIAL REDOX.
(3 hr)
- UNIDAD 11 CURVAS DE TITULACION E INDICADORES REDOX.
(4 hr)

UNIDAD 12 MEDICIONES POTENCIOMETRICAS.

(3 hr)

UNIDAD 13 EQUILIBRIOS DE INTERCAMBIO DE IONES Y MOLECULAS
(4 hr) POLARES (COMPLEJOS).

UNIDAD 14 TITULACIONES COMPLEJIMETRICAS.

(4 hr)

El Programa de teoría comprende, en total, 48 horas efectivas de clase. Además, la presentación de un mínimo de tres exámenes parciales.

Considerando que la evaluación dada por el profesor de laboratorio representa el 50% de la calificación final (Documento T-01, p 21); es deseable que el Programa de Prácticas de Laboratorio conste también de 48 horas.

Así como el Programa de Teoría consta de 14 unidades, el Programa de Laboratorio se encuentra dividido en las siguientes Unidades Temáticas:

UNIDAD TEMATICA 1 : Introducción y Equilibrio Químico.

UNIDAD TEMATICA 2 : Equilibrios Acido-Base.

UNIDAD TEMATICA 3 : Equilibrios Redox.

UNIDAD TEMATICA 4 : Potenciometría.

UNIDAD TEMATICA 5 : Equilibrios de Complejos.

La correspondencia, o vinculación, teoría-práctica queda ilustrada en la siguiente tabla:

UNIDAD TEMATICA (LABORATORIO)	UNIDADES TEORICAS COMPRENDIDAS (TEORIA)	TIEMPO DE TEORIA (HORAS)	TIEMPO DE LABORATORIO (HORAS)
1	1 - 4	12	12
2	5 - 8	15	14
3	9 - 11	10	8
4	12	3	4
5	13 - 14	8	4

Las seis horas restantes asignadas al trabajo de laboratorio quedan ocupadas por las actividades siguientes:

- (a) Presentación ante el grupo (2 hr)
- (b) Reposición de prácticas y/o entrega de calificaciones (4 hr)

En el transcurso de mis estudios, viví (en otras asignaturas) distintas experiencias que deseo incorporar al Programa de Laboratorio.

Me parece importante, en primer lugar, destinar una clase exclusivamente a la discusión de cada Unidad Temática. Creo que existe material suficiente para aclarar dudas y/o proponer nuevas alternativas en el proceso de enseñanza-aprendizaje.

Para el profesor que no considere necesario tener una clase de discusión de resultados, puede elegir por la opción de realizar un examen. Propongo que tal examen sea eminentemente práctico y que las preguntas teóricas (que necesariamente deberán hacerse) no sean determinantes en la evaluación final dada al alumno. Recordar que se imparte una clase de laboratorio. Finalmente (y siempre lo desee como alumno), que el asesor realice Prácticas Demostrativas en donde haga participar al alumno como miembro de un equipo; pero, este equipo está formado por todos los alumnos del grupo.

He tomado estas ideas en la planeación y realización del Programa de Laboratorio.

El objetivo principal del curso práctico (y desde luego del trabajo de tesis) es proporcionar al alumno las técnicas y herramientas básicas para que el estudiante pueda desarrollar, más adelante, su creatividad en el diseño y ejecución experimental.

Tuve la oportunidad de contar con un pequeño grupo piloto (Paty, Iván y Ramón), chico en tamaño pero grande en entusiasmo y dedicación. Ellos son el testimonio viviente de este trabajo.

C A P I T U L O 2

E N B U S C A D E M I S O R I G E N E S . . .

" No es en el clamor de las multitudes en las
calles ni en los gritos y aplausos de las muchedumbres,
sino dentro de nosotros mismos donde están
la victoria y la derrota. "

Henry Wadsworth Longfellow

La Universidad se fundó en 1910 a instancias de Justo Sierra. Las escuelas que la conformaron fueron: Escuela de Ingenieros, la Escuela de Bellas Artes, la Escuela de Medicina, la Escuela de Derecho, la Escuela Preparatoria y la recién creada Escuela de Altos Estudios.

A principios de 1939 inicia la Facultad de Ciencias formada por los siguientes departamentos: Matemáticas, Física, Biología, Química, Astronomía y Geofísica.

Sin embargo, el Departamento de Química solo funcionó un año porque hubo oposición por parte de la Escuela Nacional de Química.

La Escuela Nacional de Química (semilla de nuestra actual Facultad de Química) inició clases por primera vez el 3 de abril de 1916, en el pueblo de Tacuba, gracias a la actitud decidida, perseverante y tenaz de su fundador Don Juan Salvador Agraz. Aunque la inauguración oficial se realizó el 23 de septiembre del mismo año.

Juan Salvador Agraz nace el 3 de octubre de 1881 en Tecolotlán, Jalisco. En 1898 ingresa a la Escuela Duvignau de Lanneau en Francia, donde destacó como el mejor alumno en Química de dicho plantel. Más tarde, en 1890, se inscribe al Institute de Chimie Appliquee de París. Aquí recibe instrucción de científicos de la talla de Moissan, Berthelot, Carnot, Poincaré y otros más.

Regresa a México en 1903, siendo multifacética su labor profesional. Imparte la cátedra de "Filosofía de la Química" en la Escuela de Altos Estudios.

Muere el 2 de mayo de 1949 en la Ciudad de México.

A continuación damos una breve semblanza acerca de la evolución histórica de las asignaturas correspondientes al Análisis Químico (posteriormente Química Analítica) contenidas en el mapa curricular de la carrera de Químico (1927-1987).

<u>PLAN DE ESTUDIOS</u>	<u>NOMBRE DE LA ASIGNATURA</u>	<u>UBICACION CURRICULAR</u>
1927	Análisis Químico Cualitativo	1 ^{er} año
	Análisis Químico Cuantitativo	2 ^o año
	Análisis Industriales	3 ^{er} año
1935	Análisis Químico Cualitativo	1 ^{er} año
	Análisis Químico Cuantitativo	2 ^o año
	Análisis Químico Cuantitativo (especial)	3 ^{er} año
1954	Análisis Químico Cualitativo	1 ^{er} año
	Análisis Químico Cuantitativo	2 ^o año
	Análisis Químico Cuantitativo (especial)	3 ^{er} año
	Análisis Químico Industrial	4 ^o año

<u>PLAN DE ESTUDIOS</u>	<u>NOMBRE DE LA ASIGNATURA</u>	<u>UBICACION CURRICULAR</u>
1964	Análisis I (cualitativo)	1 ^{er} año
	Análisis II (cuantitativo)	2 ^o año
	Análisis III (instrumental)	3 ^{er} año
	Análisis IV (industrial)	4 ^o año
1967	Análisis I	2 ^o semestre
	Análisis II	4 ^o semestre
	Análisis III	5 ^o semestre
	Análisis IV	6 ^o semestre
	Análisis V	7 ^o semestre
1972	Análisis I o Q. Analítica I	2 ^o semestre
	Análisis II o Q. Analítica II	4 ^o semestre
	Análisis III o Q. Analítica III	5 ^o semestre
	Análisis IV o Q. Analítica IV	6 ^o semestre
	Análisis V o Q. Analítica V	7 ^o semestre

<u>PLAN DE ESTUDIOS</u>	<u>NOMBRE DE LA ASIGNATURA</u>	<u>UBICACION CURRICULAR</u>
1987	Equilibrios Químicos Simples en Fase Homogénea	2º semestre
	Equilibrios Simultáneos en Medio Homogéneo y Heterogéneo	3º semestre
	Equilibrios Simultáneos en Sistemas Heterogéneos	4º semestre
	Métodos Ópticos de Análisis	5º semestre
	Métodos Electrométricos y de Separación	6º semestre

Como hemos visto; la reseña histórica nos muestra que la disciplina científica denominada Química Analítica (o Análisis Químico) es parte fundamental e integral de la preparación y formación del profesional de la química en cualesquiera de sus orientaciones.

Podemos añadir, además, que en la época actual y por ser México un país en vía de desarrollo es indispensable enfrentar con éxito los retos tecnológicos que demanda nuestra sociedad.

La química no va a resolver por completo todos estos problemas, pero si debe ser capaz de auxiliar en la solución de una gran parte de ellos.

C A P I T U L O 3

P R O G R A M A D E L A B O R A T O R I O

La tenacidad es el material del corredor; si no la posee, jamás será un corredor de fondo. La tenacidad es lo que le impulsa a terminar la carrera cuando anhela abandonarla, lo que le obliga a apretar el paso cuando está a punto de ser alcanzado o pasado, lo que le hace salir con lluvia para realizar la carrera de entrenamiento que necesita.

REGLAS DE SEGURIDAD

La seguridad en el laboratorio es una necesidad prioritaria en la que es vital la participación de los alumnos y el asesor. Es recomendable que exista un ambiente de confianza y sano compañerismo dentro del laboratorio. A continuación mencionamos algunas reglas que podrían ayudar a cumplir nuestros propósitos. Sin embargo, cada grupo en particular fijará las propias.

1. Se pasará lista de asistencia diez minutos después de dar inicio la sesión correspondiente de laboratorio.
2. Es indispensable el uso de una bata, preferentemente de algodón.
3. Utilice zapatos en el laboratorio, no sandalias ni huaraches, ya que puede haber trozos de vidrio y/o sustancias tóxicas derramadas en el piso que puedan poner en peligro la salud o la integridad física del alumno.
4. Se recomienda el empleo de lentes de protección para los ojos en cualquier actividad práctica.
5. Aprender la ubicación y el uso del extinguidor de incendios, la ducha de seguridad y la pila lavaojos.
6. Al utilizar pipetas, realice el trabajo con una pera de goma de succión en lugar de la boca.
7. Apagar el mechero cuando se manejen disolventes flamables.
8. No se deben oler ni degustar las sustancias químicas.
9. No desperdiciar ni contaminar los reactivos químicos.

10. Si hay generación de humos tóxicos o irritantes, hágalo siempre en la campana de extracción.
11. Cuidé de no vertir sustancias corrosivas en el piso o en la mesa de trabajo.
12. Eliminar los desechos en el sitio adecuado.
13. Si requiere de la solución limpiadora sulfocrómica, hágalo cuidadosamente, ya que es una mezcla altamente peligrosa y corrosiva.
14. Mantenga limpio el lugar de trabajo, así como la balanza analítica asignada.
15. Procure tener accesorios de limpieza tales como franelas, paños, detergentes, escobillones, etc.
16. Se prohíbe ingerir todo tipo de alimentos y bebidas durante el horario de prácticas.
17. No molestar a sus compañeros.
18. Evite en lo posible correr o andar desordenadamente en el laboratorio.
19. En caso de accidente, avisar al asesor; especialmente de aquellos que impliquen cortaduras o quemaduras.
20. Procurar tener un botiquín de primeros auxilios a la mano.

C U A D E R N O D E L A B O R A T O R I O

Cada profesor muestra distintas tendencias o gustos en cuanto a la manera de presentar las notas y datos de cada experimento realizado en el laboratorio. Sin embargo, existe un consenso general en lo siguiente: TODOS LOS DATOS DEBEN ESTAR ESCRITOS A TINTA, EN UN CUADERNO DEDICADO EXCLUSIVAMENTE A LAS PRACTICAS DEL LABORATORIO, EN EL PRECISO MOMENTO QUE SE REALIZA LA OBSERVACION Y/O DETERMINACION. QUEDA ESTRICTAMENTE PROHIBIDO ANOTAR LOS DATOS EN CUALQUIER HOJA SUELTA, UN BOLETO DEL METRO O EN LA PALMA DE LA MANO.

El cuaderno de laboratorio tiene por objetivo registrar todo lo referido a la experiencia práctica; lo que se realizó, lo que se observó, se anotó y concluyó. Un buen cuaderno de laboratorio es aquel que puede ser consultado por una persona sin conocer nada previo a la práctica y poder realizar el experimento, en la misma forma, con la simple lectura del cuaderno.

Algunos consejos útiles para la buena organización del cuaderno de laboratorio son:

- (1) Deben numerarse las hojas del cuaderno de laboratorio; nunca, bajo ningún motivo, deberán arrancarse las hojas.
- (2) Es conveniente dejar en blanco las primeras hojas del cuaderno para anotar un índice de materias que facilite la ubicación de algún tema específico.
- (3) Un arreglo útil es usar la página derecha para la parte descriptiva y los datos, y la izquierda para realizar los cálculos numéricos que se requieren en cada práctica.

- (4) Al inicio de cada sesión de laboratorio debe anotarse la fecha; todas las operaciones realizadas durante el día, así como algunas observaciones hechas en el transcurso del experimento. La anotación de cada nuevo trabajo inicia en una página nueva del cuaderno.
- (5) No es válido hacer correcciones en el cuaderno. Si algo sale mal o falla, por ejemplo: un resultado erróneo, se coloca una raya fina para anularlo; escribir arriba el número correcto y añadir una nota explicativa. Cerciórese de que todos los resultados tengan las unidades correctas.
- (6) Recuerde que cada experimento debe incluir sus conclusiones y tal vez recomendaciones para mejorar la práctica en cualquiera de sus partes e incluso suprimirla totalmente.

P R O G R A M A S E M E S T R A L D E L A B O R A T O R I O

<u>A C T I V I D A D</u>	<u>S E M A N A</u>
Práctica No. 1 Balanza Analítica	1 A
Práctica No. 2 Revisión o Estandarización de la Bureta	1 B
Práctica No. 3 Gravimetría. Precipitación de Cromato de Plomo (Parte I)	2 A
Práctica No. 3 Gravimetría. Precipitación de Cromato de Plomo (Parte II)	2 B
Práctica No. 4 Práctica Demostrativa: Equilibrio Químico	3 A
Discusión y/o Examen UNIDAD TEMÁTICA I	3 B
Práctica No. 5 Preparación de Disoluciones Acido-Base	4 A
Práctica No. 6 Estandarización de Disoluciones Acido-Base	4 B

PROGRAMA SEMESTRAL DE LABORATORIO

<u>ACTIVIDAD</u>	<u>SEMANA</u>
Práctica No. 7 Indicadores Acido-Base	5 A
Práctica No. 8 Titulaciones Acido-Base	5 B
Práctica No. 9 Equilibrios Acido-Base. Prácticas Aplicativas	6 A
Práctica No. 10 Práctica Demostrativa: Equilibrios Acido-Base en Disolventes No Acuosos	6 B
Discusión y/o Examen UNIDAD TEMATICA II	7 A
Práctica No. 11 Preparación de Soluciones Redox	7 B
Práctica No. 12 Estandarización y Empleo de la Solución Redox	8 A
Práctica No. 13 Práctica Demostrativa: Estimación de un Potencial Estándar de Reducción	8 B

P R O G R A M A S E M E S T R A L D E L A B O R A T O R I O

<u>A C T I V I D A D</u>	<u>S E M A N A</u>
Discusión y/o Examen UNIDAD TEMÁTICA III	9 A
Práctica No. 14 Potenciometría. Parte I	9 B
Práctica No. 14 Potenciometría. Parte II	10 A
Práctica No. 15 Determinaciones Complejométricas	10 B
Discusión y/o Examen UNIDADES TEMÁTICAS IV y V	11 A
Reposición de Prácticas	11 B
Reposición de Prácticas	12 A
Entrega de Calificaciones	12 B

PRACTICA No. 1

BALANZA ANALITICA

1. INTRODUCCION

Las primeras balanzas que se utilizaron en trabajos de investigación fueron las balanzas de brazos iguales de dos platos. Borda sugirió un método debido a las dificultades inherentes a la diferencia de longitud de los brazos de la balanza. El nuevo método de Borda conocido como pesada por sustitución se usó en lugar del tradicional pesaje por transposición. Esto dió origen a la actual balanza analítica de un solo plato, que sin embargo no se popularizó sino hasta la década de 1950. Estas balanzas son completamente mecánicas en su operación.

Actualmente las balanzas analíticas electrónicas tienden a desplazar a las mecánicas de un solo plato, tal como éstas lo hicieron con la de dos platos.

La balanza es el instrumento analítico más importante con la que contamos los químicos.

En Química Analítica es de vital importancia conocer la cantidad de materia de los compuestos químicos que manejamos; ya sea para preparar disoluciones patrones, muestras, reactivos químicos, etc.

La balanza analítica nos permite conocer con gran precisión y exactitud la masa no solo de casi cualquier tipo de reactivo, sino también la masa de los recipientes que contengan a las sustancias químicas.

2. PROPOSITOS

Se pretende que al finalizar esta práctica el alumno aprenda el uso y manejo adecuado que requiere la balanza analítica, así como los cuidados que deberá hacerle. También se desea que practique las técnicas de pesaje (directo y por diferencia.)

3. FUNDAMENTOS TEORICOS

En primer lugar es necesario definir los conceptos de masa y peso. Masa es la cantidad de materia presente en una sustancia y es invariable. El peso de una sustancia es la medida de la fuerza ejercida por la aceleración gravitacional terrestre; puesto que la aceleración gravitacional cambia con la altitud y latitud de la Tierra, el peso es variable.

La balanza analítica determina la masa de un objeto ya que la aceleración gravitacional es igual para el objeto y las pesas. Es común que en el laboratorio se emplee el término "peso" cuando en realidad se quiera uno referir a la "masa".

La balanza disponible en el laboratorio es de un solo plato. Este tipo de balanzas analíticas requieren de poco tiempo de operación. Se puede considerar que la balanza monoplato es una balanza de brazos desiguales. De acuerdo a la figura 1, el platillo está suspendido del extremo más corto de la cruz, también de ese lado se encuentra el conjunto de pesas. En el extremo más largo del brazo de la cruz está un amortiguador de contrapeso para mantener el sistema en equilibrio.

Si colocamos un objeto sobre el platillo se induce un efecto de

desequilibrio que se corrige por separación de pesas de la cruz. Al restablecerse el equilibrio se necesita que la masa de las pesas separadas sea igual a la masa del objeto que lo reemplaza. Así, una balanza de brazos desiguales opera bajo condiciones de carga y sensibilidad constantes.

La balanza analítica debe cumplir con varios requisitos:

- (1) La balanza debe ser exacta y precisa; es decir, debe dar resultados correctos y reproducibles al efectuar pesadas pesadas repetidas sobre algún objeto.
- (2) La balanza debe ser sensible y estable.
- (3) El tiempo requerido al pesar un objeto debe ser corto.

NOTAS

- (i) La balanza analítica puede registrar un peso máximo de 160.0000 g.
- (ii) Tenga cuidado al utilizar materiales corrosivos y procure manejarlos en recipientes cerrados.
- (iii) No mueva la balanza de su sitio original.
- (iv) Cualquier anomalía o problema repórtelo al instructor.

4. INDICACIONES GENERALES

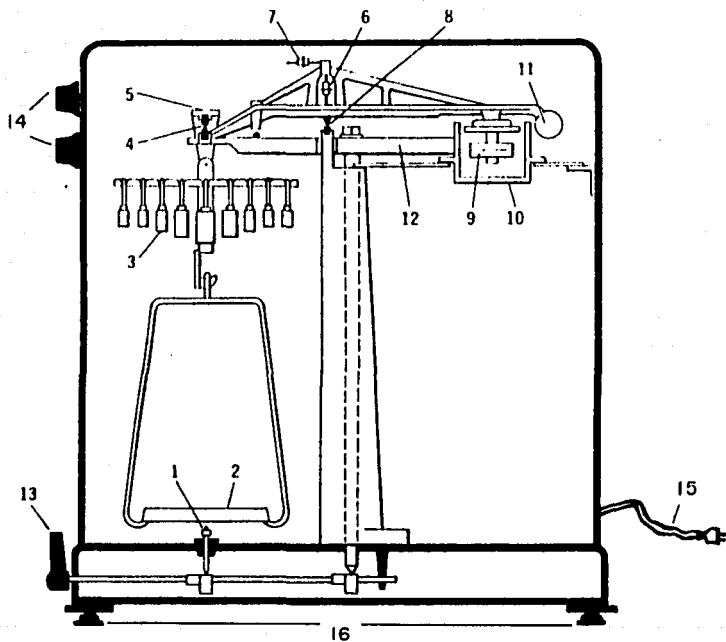
Metodología para determinar la masa de un objeto macizo:

- 4.1 Asegúrese de que la balanza se encuentre conectada a la toma de corriente.

- 4.2 Verificar el nivel de burbuja, en caso de no estar en el nivel se debe ajustar con los tornillos correspondientes.
- 4.3 Comprobar que el platillo de la balanza se encuentre libre y limpio. Es sana costumbre asear el platillo con un cepillo antes de cada pesaje.
- 4.4 Llevar la escala de la balanza a cero (0.0000) con las manijas indicadas.
- 4.5 Mantener las ventanillas cerradas y ajustar a cero. El ajuste se realiza de la manera siguiente: dar inicialmente medio disparo -girando la perilla correspondiente en el sentido de las manecillas del reloj- y observando la escala óptica, llevar a cero usando el botón indicado (el que está en el costado derecho). Enseguida se realiza la misma operación, pero ahora dando disparo completo; es decir, girando la perilla en sentido inverso al de las manecillas del reloj. Con el botón de la escala óptica dejar en cero.
- 4.6 La muestra u objeto a pesar no debe colocarse directamente sobre el platillo, utilice recipientes de vidrio (vasos, vidrios de reloj, pesafiltros, etc.), de plástico, metálicos o de porcelana. En el último de los casos use papel encerado.
- 4.7 La muestra nunca deberá manipularse directamente con las manos, emplear para ello pinzas, espátulas o cucharillas.
- 4.8 Si la muestra es líquida debe pesarse en un recipiente cerrado.

- 4.9 La muestra debe encontrarse a la misma temperatura que la balanza.
- 4.10 Coloque el objeto a pesar lo más centrado posible en el platillo.
- 4.11 Maneje los controles de las pesas lenta y cuidadosamente, manteniendo cerradas las ventanas.
- 4.12 Para encontrar la masa de la muestra opere primero los botones de las pesas a medio disparo. Gire el mando de las pesas que corresponda a un peso mayor que el objeto, hasta que la escala de proyección cambie de dirección con respecto al cero y posteriormente volver el mando hasta la siguiente posición inferior; por ejemplo, si se estima que el objeto pesa alrededor de 40 g gire el mando de las pesas de 10 a 40 g y luego a la posición de 50g. Entonces observe si se ha movido la escala en sentido inverso. Manipule después los controles de las pesas de 1g en forma semejante a la ya descrita.
- 4.13 Para determinar la masa real de la muestra u objeto, dar el disparo completo y mover el botón de ajuste indicado hasta que la marca de la lectura se encuentre en el centro de las marcas. Anotar este valor cuidando de registrar hasta décima de miligramo.
- 4.14 Al terminar de pesar deberá limpiar la balanza analítica y dejarla en cero nuevamente. Cierre las ventanas.
- 4.15 Apague la balanza y coloque su cubierta de plástico.

FIGURA 1



B A L A N Z A A N A L I T I C A M O N O P L A T O

- (1) Freno del platillo.
- (2) Platillo.
- (3) Lote de pesas.
- (4) Cuchilla de zafiro.
- (5) Estribo para las pesas.
- (6) Peso móvil para el ajuste de la sensibilidad.
- (7) Peso móvil para el ajuste inicial del cero.
- (8) Cuchilla principal de zafiro.
- (9) Contrapeso.
- (10) Amortiguador de aire.
- (11) Escala óptica grabada.
- (12) Dispositivo de elevación.
- (13) Leva de parada.
- (14) Perillas de control de las masas patrón.
- (15) Conexión eléctrica.
- (16) Piés constituidos por tornillos para nivelar.

5. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

5.1 MATERIAL

1 balanza analítica	1 vaso de precipitados de 50 ml
1 pinza para crisol	1 crisol de porcelana
1 espátula	1 matraz aforado de 50 ml

5.2 REACTIVOS

Sal de mesa (cloruro de sodio)

EXPERIMENTO "A" . PESAJE DIRECTO

Tome algún material (poe ejemplo, el vaso de precipitados) y determine su masa. Repita el experimento hasta completar diez lecturas del mismo objeto.

EXPERIMENTO "B" . PESADA POR DIFERENCIA

Colocar una cantidad regular de sal común en el pesafiltros (o en el crisol). Si se utiliza el pesafiltros, éste se limpia y se tapa cuidadosamente. Pesar el recipiente exactamente y anotar sus datos en el cuaderno. Apagar la balanza, abrir una ventana y auxiliándose de una espátula tome una cantidad pequeña de sal (entre 200-300 mg), vierta la sal en el vaso de precipitados y proceda a pesar nuevamente el recipiente. La cantidad de sal depositada en el vaso será la diferencia entre estos dos valores. Repetir por triplicado esta experiencia.

6. REGISTRO Y ORGANIZACION DE LOS DATOS

- 6.1 Colocar en forma tabular los resultados obtenidos en los Experimentos "A" y "B" .
- 6.2 Realizar un estudio estadístico simple para los datos del Experimento "A" .

7. ANALISIS DE LOS RESULTADOS EXPERIMENTALES

7.1 Experimento "A"

No. PESADA	OBJETO-1 (gramos)	OBJETO-2 (gramos)	OBJETO-3 (gramos)
1	29.1900	49.7555	26.0309
2	29.1900	49.7557	26.0304
3	29.1903	49.7556	26.0305
4	29.1903	49.7555	26.0306
5	29.1902	49.7559	26.0307
6	29.1904	49.7558	26.0306
7	29.1904	49.7556	26.0309
8	29.1905	49.7557	26.0308
9	29.1903	49.7558	26.0309
10	29.1902	49.7554	26.0310

- OBJETO-1 --- matraz aforado de 50 ml
 OBJETO-2 --- vaso de precipitados de 50 ml
 OBJETO-3 --- crisol de porcelana

7.1 Experimento "B"

MASA INICIAL (gramos)	MASA FINAL (gramos)	MASA NaCl (gramos)
30.4238	29.8905	0.5333
29.8905	29.5253	0.3652
29.5253	29.1181	0.4072

7.2 Experimento "A"

NOTA : Los cálculos estadísticos se encuentran en el ANEXO-1. Nos auxiliamos de un programa de computación.

8. CUESTIONARIO

- 8.1 Establezca semejanzas y diferencias, si las hay, entre la balanza de dos brazos y la balanza monoplato.
- 8.2 ¿ Qué factores pueden afectar la determinación exacta y precisa de la masa de un objeto ? Sea explícito en su respuesta.

- 8.3 En base a sus resultados. ¿Considera Ud. que la balanza analítica sea uno de los instrumentos más exactos de los que disponemos actualmente? ¿Por qué?
- 8.4 Es común ver ahora balanzas electrónicas en los centros de investigación. ¿Cómo se ve afectada la lectura por efectos magnéticos de las muestras presentes?
- 8.5 ¿Qué personaje famoso no hubiese formulado su conocida ley sin ayuda de una balanza?

9. BIBLIOGRAFIA

- 9.1 Ayres, G. H. "Análisis Químico Cuantitativo" . Ediciones del Castillo, S. A. Madrid (1970). pp 19-34, 598-604
- 9.2 Ramette, R. W. "Equilibrio y Análisis Químico" . Fondo Educativo Interamericano, S. A. México (1983). pp 76-8
- 9.3 Queré, A. "Manual de Prácticas de Química Analítica II" . México (1983). pp 1-10
- 9.4 Schoonover, R. M. "A Look at the Electronic Analytical Balance". Analytical Chemistry, 54, 973 A-978 A (1982)

ANEXO "A"

FACULTAD DE QUIMICA

LABORATORIO DE QUIMICA ANALITICA I

EQUILIBRIOS QUIMICOS SIMPLES EN SOLUCION HOMOGENEA

PRACTICA # 1

F. LANZA ANALITICA

MATRAZ AFORADO DE 50 ML

DATOS
29.19
29.19
29.1903
29.1903
29.1902
29.1904
29.1904
29.1905
29.1903
29.1903

MEDIO = 29.1902
DESVIACION ESTANDAR = .0001

MATRAZ AFORADO DE 50 ML 29.1902 (+/-) .0001

VASO DE PRECIPITADO DE 50 ML
#####

////////////////////////////////////
DATOS
49.7555
49.7557
49.7556
49.7555
49.7559
49.7558
49.7556
49.7557
49.7558
49.7554
\\ //////////////////////////////////////

PR MEDIO = 49.7556
DESVIACION ESTANDAR = .0001

VASO DE PRECIPITADO DE 50 ML 49.7556 (+/-) .0001

CRISOL DE PORCELANA

////////////////////////////////////

DATOS
26.0303
26.0304
26.0305
26.0306
26.0307
26.0308
26.0309
26.0308
26.0309
26.031

////////////////////////////////////

F MEDIO = 26.0307
DESVIACION ESTANDAR = .0001

CRISOL DE PORCELANA 26.0307 (+/-) .0001

PRACTICA No. 2

REVISION O ESTANDARIZACION DE LA BURETA

1. INTRODUCCION

El químico (investigador o analista) debe estar seguro completamente de la exactitud y precisión de todos y cada uno de los instrumentos de medición que utiliza.

En sus labores el químico a menudo se ve orillado a realizar las operaciones relacionadas con la medición exacta del volumen; esto es, la calibración y revisión de los recipientes de medida.

Entendemos por calibración el trazado sobre un recipiente nuevo de medición de una marca (raya) correspondiente a un volumen definido. Se denomina revisión o estandarización de los recipientes, la comprobación del hecho de que la marca ya grabada en el recipiente se ha colocado correctamente.

Todos los recipientes de medida (matraces aforados, pipetas volumétricas, buretas, etc.) se fabrican de vidrio. Este material de vidrio debe ser estable térmicamente y no ser dañado o atacado por sustancias químicas.

Puesto que en el análisis químico volumétrico es necesario medir cantidades que pueden ir desde litros hasta centésimas de mililitro, las formas y tamaños de estos contenedores resultan ser muy variadas.

2. PROPOSITOS

En esta práctica el estudiante reafirmará los conocimientos y técnicas aprendidas en la sesión anterior.

Se pretende también que asimile los principios prácticos generales previos a cualquier tipo de investigación o al análisis cuantitativo volumétrico de gran exactitud. Finalmente, que el alumno conozca los factores que puedan interferir en una estandarización correcta del material volumétrico.

3. FUNDAMENTOS TEORICOS

El National Bureau of Standards (NBS) ha fijado patrones de tolerancia para la manufactura de material volumétrico de vidrio Clase A, utilizado en investigación o para el trabajo analítico de gran precisión y exactitud. La tolerancia para este tipo de material es del orden del 0.1% (error relativo).

Existe otro tipo de material, Clase B, con tolerancias poco más amplias que contemplan un límite de error del 0.2%; es decir, el doble que el material Clase A.

Por ejemplo, si tenemos una bureta Clase A cuya capacidad es de 50 ml debe desalojar un volumen entre 49.95 y 50.05 ml. Por lo que el error máximo permitido es de 0.1% .

4. INDICACIONES GENERALES

- 4.1 El alumno deberá presentar un breve resumen del trabajo experimental por realizar, con el fin de discutir la práctica en conjunto con sus compañeros y el profesor.
- 4.2 La bureta debe estar completamente limpia.
- 4.3 Comprobar que la balanza analítica se encuentre en óptimas condiciones de operación.

5. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

5.1 MATERIAL

2 vasos de precipitados de 250 ml	1 cronómetro o reloj
1 balanza analítica	1 termómetro
1 soporte	1 bureta de 50 ml
1 embudo	1 pinza para bureta
2 matraces aforados de 50 ml	1 pinza para crisol

5.2 REACTIVOS

Agua destilada

NOTAS :

- (a) Esta práctica se realizará en equipos de 2 o máximo 3 personas.
- (b) Dejar junto a la balanza analítica asignada al equipo un vaso de precipitados con agua destilada.

EXPERIMENTO "A" . TIEMPO DE VACIADO DE BURETA

1. Verificar que la bureta se encuentre limpia, ya que no tiene caso estandarizar material sucio.
2. Colocar la bureta verticalmente sobre su soporte.
3. Auxiliándose del embudo se vierte el agua destilada (a la cual previamente se le ha medido su temperatura, anotándose ésta en el cuaderno de laboratorio) hasta 3 o 4 cm por arriba del cero de la escala de la bureta.
4. Se abre totalmente la llave de paso por un breve lapso de tiempo para permitir la eliminación de aire contenido en la punta de la bureta.
5. Para ajustar a "cero" ábrase lentamente la llave de paso hasta que el fondo del menisco del nivel del agua coincida con el cero de la escala de la bureta, compruebe que no queden burbujas de aire atrapadas en el cuerpo o en la punta de la bureta.
6. Al tiempo cero ($t=0$) se abre completamente la llave de paso de la bureta y se mide el tiempo que tarda el nivel del menisco en llegar hasta la última marca de graduación en la bureta de 50 ml.

Registrar esta lectura en el cuaderno de laboratorio.

Realizar por triplicado la práctica.

EXPERIMENTO "B" . ESTANDARIZACION DE BURETA

- 1) Repítase hasta el paso 5 del experimento anterior; esto es, ajustar a cero la bureta.
- 2) Previamente, se mide la masa del matraz aforado de 50 ml. No es necesario que se encuentre seco, pero sí limpio.
- 3) Se desalojan 5.00 ml de volumen de agua (o aproximadamente un volumen cercano, considerando hasta centésimas de ml) dentro del matraz aforado de 50 ml; se tapa éste y se pesa nuevamente. Registrar en el cuaderno las masas inicial y final del matraz, así como el volumen de agua vertido.
- 4) Ajustar nuevamente a cero, con agua, la bureta.
- 5) El vertido se hará de 5.00 en 5.00 ml, iniciando siempre de 0.00 ml. Por ejemplo, de 0.00 a 5.00 ml; de 0.00 a 10.00 ml etc. hasta finalizar de 0.00 a 50.00 ml.
- 6) Repetir por tres veces este procedimiento.
- 7) Recuerde de registrar la temperatura del agua destilada.

NOTAS :

- (a) No es necesario vaciar el agua del matraz después de cada determinación.
- (b) Al llegar al volumen deseado y cerrarse la llave, se toca la punta de la bureta con la pared interna del matraz; cuide de no hacer esto en el cuello esmerilado del matraz.

- (c) Para trasladar el matraz, ayúdense con las pinzas o con un paño completamente seco; procure no realizarlo con las manos directamente, ya que esto puede inducir a errores considerables en nuestra estandarización.

6. REGISTRO Y ORGANIZACION DE LOS DATOS

- 6.1 Presentar los resultados del Experimento "A" en una tabla que contenga: la temperatura del agua y el tiempo de vaciado. Registrar el promedio del tiempo de vaciado.
- 6.2 Anotar en forma tabular los datos obtenidos en el Experimento "B". Debe contener la información siguiente: temperatura, volumen vertido, volumen promedio vertido, masa de agua contenida en dicho volumen y masa promedio.
- 6.3 Distribuir, en una tabla, la siguiente información: volumen promedio, masa promedio, factor de corrección, volumen real y diferencia de volúmenes.
- 6.4 Ilustrar en forma gráfica volumen promedio vs. diferencia de volúmenes.

Este gráfico nos servirá para conocer el volumen real que desaloja nuestra bureta conociendo el volumen aparente medido en la bureta de trabajo.

7. ANALISIS DE LOS RESULTADOS EXPERIMENTALES Y CONCLUSIONES

T A B L A 1

TEMPERATURA C	TIEMPO DE VACIADO segundos
19	92
19	90
19	90

Tiempo de Vaciado promedio = 91 s

T A B L A 2

TEMPERATURA C	VOL PRO B ml	MASA PRO g
19	5.00	4.9858
19	10.00	9.9320
19	15.00	14.9078
19	20.00	19.8637
19	25.00	24.8331
19	30.00	29.8716
19	35.00	34.8548
19	40.00	39.8135
19	45.00	44.7832
19	50.00	49.7725

T A B L A 3

VOL PRO B ml	MASA PRO g	FACTOR ml / g	VOL R ml	Δ VOL ml
5.00	4.9858	1.00283	5.00	0.00
10.00	9.9320	1.00283	9.96	- 0.04
15.00	14.9078	1.00283	14.95	- 0.05
20.00	19.8637	1.00283	19.92	- 0.08
25.00	24.8331	1.00283	24.90	- 0.10
30.00	29.8716	1.00283	29.96	- 0.04
35.00	34.8548	1.00283	34.95	- 0.05
40.00	39.8135	1.00283	39.93	- 0.07
45.00	44.7832	1.00283	44.91	- 0.09
50.00	49.7725	1.00283	49.91	- 0.09

VOL R = MASA PRO X FACTOR

Δ VOL = (VOL R) - (VOL PRO B)

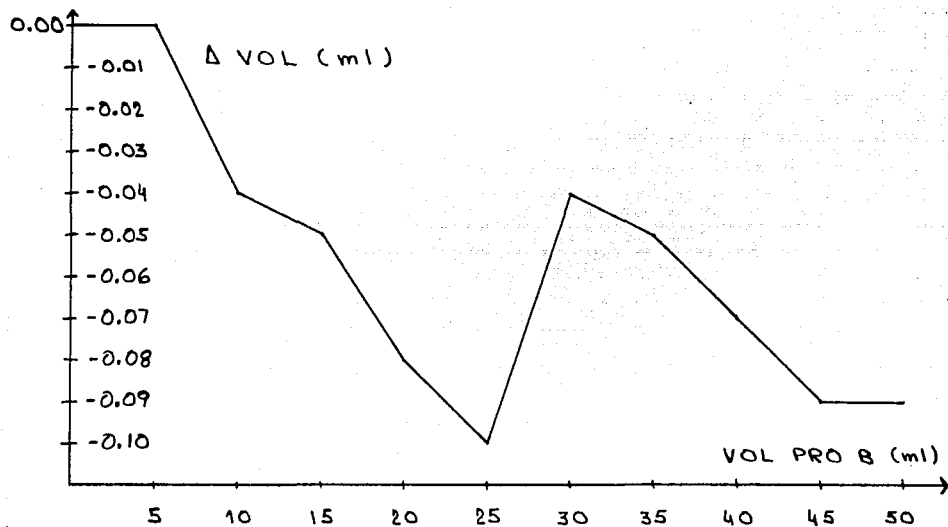
VOL PRO B -- volumen promedio vertido por la bureta

MASA PRO -- masa promedio de agua contenida en cierto volumen

FACTOR -- corrección debida al empuje del aire y la densidad del agua a la temperatura de trabajo.

VOL R -- volumen real desalojado por la bureta

PRACTICA No. 2
REVISION DE BURETA



8. CUESTIONARIO

- 8.1 De acuerdo a los resultados obtenidos. ¿Cómo clasificaría a su bureta?
- 8.2 ¿Qué efecto causa la temperatura sobre el volumen de las disoluciones?
- 8.3 ¿De qué manera influye la temperatura sobre el material de vidrio?
- 8.4 ¿Cree Ud. que un trabajo semejante se realice en los centros de investigación? ¿y en la industria?
- 8.5 Haga una lista de las unidades de concentración más usuales en el trabajo analítico.

9. BIBLIOGRAFIA

- 9.1 Ramette, R. W. "Equilibrio y Análisis Químico". Fondo Educativo Interamericano. México (1983). pp 78-81
- 9.2 Ayres, Gilbert H. "Análisis Químico Cuantitativo". Ediciones del Castillo, S. A. Madrid (1970). pp 275-8
- 9.3 Queré, A. "Manual de Prácticas del Laboratorio de Química Analítica II". México (1983). pp

PRACTICA No. 3

GRAVIMETRIA. PRECIPITACION DE CROMATO DE PLOMO

1. INTRODUCCION

El científico inglés Robert Boyle (1627-1691) es considerado como el fundador de la química. El inició la investigación y el estudio en las soluciones acuosas, empleando como caracteres distintivos los precipitados o la coloración que se formaba al mezclar distintas soluciones.

Fundamentalmente, la ejecución de los análisis químicos cuantitativos pueden realizarse por dos métodos, basados ambos en última instancia en el empleo de la balanza analítica. El primer gran grupo de métodos analíticos cuantitativos de determinación se conocen como gravimetría. Todos los métodos pertenecientes a este grupo se efectúan generalmente así: se añaden sustancias químicas apropiadas disueltas, reactantes, a la disolución de la sustancia que se analiza; uno de los componentes de ésta se convierte en una combinación que: (a) es un producto prácticamente insoluble; (b) posee, dentro de ciertos límites de las condiciones experimentales, una composición definida y precisa; (c) permite una determinación ponderal exacta.

El segundo grupo lo constituye la volumetría, del cual hablaremos más adelante.

2. PROPOSITOS

Pretendemos que en esta práctica el alumno realice una determinación gravimétrica cuantitativa y además que conozca las formas distintas de obtener precipitados. Ilustraremos la práctica con la Precipitación Convencional y Precipitación en Solución Homogénea.

3. FUNDAMENTOS TEORICOS

El análisis gravimétrico consiste esencialmente en que a una muestra que contiene una cantidad desconocida de cualquier sustancia que deseemos determinar, se somete a un proceso químico que proporciona una modificación ponderable de un compuesto puro de composición conocida que nos sirva para la determinación de la masa del constituyente en la muestra original.

El proceso para la formación de las partículas que precipitan se conoce como nucleación. Es inevitable que con los reactivos que manejamos se encuentren libres de trazas de partículas insolubles (polvo, residuos de impurezas, etc.) distribuidas ununiformemente en la disolución. Estas partículas proporcionan un sitio, un núcleo para la adsorción de iones o partículas disueltas. Después de que el granito de polvo ha servido de ladrillo de construcción, el precipitado induce y estimula la adsorción de más iones; por lo que se forma un núcleo cristalino.

A este proceso, en el que interviene una sustancia diferente al precipitado, se le conoce como nucleación heterogénea. No obstante, es posible lograr una nucleación homogénea; si las condiciones cinéticas lo permiten. Esto se puede lograr al chocar los iones hidratados, formándose un enlace químico que desplaza al agua de hidratación. Dependiendo del tamaño de estos agregados es posible tener un crecimiento posterior y dar lugar a la precipitación propiamente dicha.

En la precipitación heterogénea o convencional es importante señalar algunas reglas que optimicen las propiedades de pureza y manejo de los precipitados. El agente precipitante debe añadirse lentamente y agitando vigorosamente, para que las partículas puedan crecer y no precipitar instantáneamente. Es recomendable utilizar soluciones diluidas y que la solución este caliente, ya que se aumenta la solubilidad del compuesto, logrando con esto acelerar el proceso de crecimiento de los cristales.

Una alternativa la constituye la Precipitación en Solución Homogénea. Por este método, se genera químicamente el agente precipitante, de tal forma que aparecen pocos núcleos y la liberación gradual y continua de la especie precipitante induce el crecimiento de los núcleos en vez de formar núcleos adicionales que desfavorecen la naturaleza del precipitado.

4. INDICACIONES GENERALES

INDICACIONES AL PROFESOR:

Es conveniente que durante la realización de la práctica anterior (Estandarización de Bureta), el asesor prepare un litro de cada una de las soluciones requeridas para esta práctica:

Nitrato de Plomo (II) 0.1 M	Cromato de Potasio 0.2 M
Dicromato de Potasio 0.1 M	Bromato de Potasio 0.2 M
Acetato de Sodio 1.0 M	Nitrato Crómico 0.1 M

INDICACIONES AL ALUMNO:

Preparación del crisol de porcelana: Se coloca el crisol en la mufla a 800 C durante 20-25 minutos, se saca y se guarda en el desecador hasta que alcance la temperatura ambiente. Se pesa y se pone nuevamente en el desecador. No olvide utilizar las pinzas para tomar y trasladar el crisol.

5. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

5.1 MATERIAL

1 agitador con gendarme de hule	1 mechero
1 balanza analítica	1 crisol de porcelana
1 vaso de precipitados de 250 ml	1 vidrio de reloj
1 tripie o soporte con anillo	1 pizeta
1 tela de alambre con asbesto	2 pipetas de 10 ml

5.2 REACTIVOS

Véase Indicaciones al Profesor

NOTA : El asesor dividirá al grupo en dos secciones.

EXPERIMENTO "A" . PRECIPITACION CONVENCIONAL

El profesor dará la muestra que deberá contener entre 250 a 300 mg de plomo en un vaso y añadirá agua suficiente para completar un volumen de 50 ml.

Calentar suavemente la disolución -da buen resultado usar un baño maría- hasta que casi ebulla, agite la solución y agregue lentamente 20 ml del agente precipitante (anote sus observaciones en el cuaderno). Cubra el vaso con un vidrio de reloj, dejando el agitador dentro del vaso y caliente con gran cuidado permitiendo que la mezcla hierva muy lentamente. Ocasionalmente agite la disolución en este proceso de digestión y envejecimiento. Si es necesario añada más agua, con la pizeta, a fin de mantener el volumen fijo en la solución. Observe como la sustancia amarilla coagula y decanta; cuando el precipitado ha decantado, la disolución debe estar libre de turbidez y la coloración amarilla o naranja, según sea el caso, indica que hay un exceso de reactivo. En caso de que la coloración sea transparente (incolora) agregue un poco más de la solución precipitante. Dejar enfriar la solución y proceda a filtrarla con un papel filtro de cenizas conocidas, ayudándose con el gendarme de hule para realizar la transferencia total del precipitado.

Lave el precipitado con agua y colóquelo en la estufa para su secado por 30 minutos. Una vez ya seco el precipitado, se pone en el crisol dentro de la mufla para su calcinación. Se mete, una vez ya calcinado el papel filtro, en el desecador hasta que se enfríe. Se pesa y se obtiene la masa del precipitado.

EXPERIMENTO "B" . PRECIPITACION EN SOLUCION HOMOGENEA

El asesor proporcionará la muestra de plomo que deberá contener de 250-300 mg en plomo.

Añada, a la muestra, 20 ml de nitrato crómico y 20 ml de bromato de potasio. Caliente hasta que casi hierva la solución y continúe calentando manteniendo una ebullición muy suave, ante los cambios observados antes y después del calentamiento y noté la formación gradual y el crecimiento del precipitado. Cuando la disolución es clara y naranja, indica que se ha generado un exceso de cromato por la reacción redox, suspenda el calentamiento. Enfríe, lave, filtre, lave nuevamente, seque y calcine; como se ha indicado anteriormente en el Experimento anterior. Finalmente pese y obtenga la cantidad de plomo presente en la muestra.

6. REGISTRO Y ORGANIZACION DE LOS DATOS

6.1 Presentar en forma tabulada sus resultados, anotando las masas iniciales y finales del crisol, así como la cantidad de precipitado recuperado.

- 6.2 Considerando que, teóricamente, se tienen 310.8 mg de Pb (15 ml de una disolución 0.1 M de nitrato de plomo) calcular el porcentaje de plomo recuperado por este método.

7. ANALISIS DE LOS RESULTADOS EXPERIMENTALES

T A B L A 1

EXPERIMENTO	MASA 1 g	MASA 2 g	M PPTADO mg	M PLOMO mg	% Pb
A	30.3205	30.7935	472.9	303.2	97.5
B	26.0307	26.5026	471.8	302.5	97.3

8. CUESTIONARIO

- 8.1 Investigar las principales propiedades de los reactantes y del precipitado.
- 8.2 Basándose en los resultados obtenidos, ¿considera que un método sea superior al otro?
- 8.3 ¿Qué sugiere para mejorar la práctica?
- 8.4 ¿Qué otro método gravimétrico puede utilizarse para determinar plomo?
- 8.5 Investigar los efectos contaminantes del plomo en el medio ambiente.

9. BIBLIOGRAFIA

- 9.1 Ramette, R. W. "Equilibrio y Análisis Químico". Fondo Educativo Interamericano. México (1983). pp 668-70
- 9.2 Ramette, R. W. "Precipitation of Lead Chromate from Homogeneous Solution". J. Chem. Educ., 49, 271 (1972)

PRACTICA No. 4

PRACTICA DEMOSTRATIVA: EQUILIBRIO QUIMICO

1. INTRODUCCION

La idea de una "afinidad química", entendiendo ésta como la tendencia de las sustancias a participar en una combinación química, procede de la época alquimista. Geber elabora un arreglo de algunos metales dependiendo del comportamiento y actividad frente al azufre, mercurio y oxígeno.

T. Bergman, en 1775, enuncia el concepto de "afinidad electiva" en un tratado intitulado "De Attractionibus Electivis" y concluye que las combinaciones químicas son el resultado de las afinidades electivas, las cuales dependen intrínsecamente de la naturaleza de los reactantes. Por ejemplo, si se adiciona la sustancia R, a otra sustancia PQ, produce el compuesto PR y se elimina a Q, entonces se concluye que la sustancia R tiene una mayor afinidad por P que la sustancia Q.

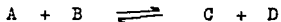
C. F. Wenzel realizó valiosos experimentos que no fueron percibidos por sus contemporáneos. Intentó estimar la afinidad química midiendo la velocidad a la cual distintos metales fueran atacados por distintos ácidos. Wenzel notó que la tasa de velocidad de disolución dependía de la cantidad del ácido. Sin embargo, estos trabajos permanecieron inéditos.

C. L. Berthollet percibió que existían "reacciones reversibles", que parecían contradecir las predicciones dadas por las tablas de afinidades electivas. Concluye que las cantidades relativas presentes en una combinación química (reactantes y productos) influyen sobre el sentido de la reacción.

En esa época el término equilibrio -que debe entenderse como un balance de fuerzas químicas- era idéntico al de equilibrio mecánico.

Durante la mitad del siglo XIX (1850-1862), se puso de manifiesto la reversibilidad de ciertas reacciones químicas, por ejemplo en la reacción de esterificación, existe una reacción inversa equilibradora de la primera que limitaba la reacción química.

Así llegamos al año 1864 donde G. M. Gulberg y P. Waage publicaron la "Ley de Acción de Masas". Ellos introducen el concepto de masa activa. Ambos concluyen que la "masa activa" depende de la cantidad de sustancia requerida para producir un cierto grado de insaturación y de la esfera de acción de dicha cantidad de materia. Aplican sus ideas a las "reacciones incompletas" o reversibles, para las cuales se postula que las fuerzas químicas dan lugar a la reacción son proporcionales al producto de las masas activas de los reactantes y el estado de equilibrio se produce al igualarse las fuerzas químicas por la reacción de oposición. Por ejemplo, si tenemos la reacción



la fuerza química en la dirección de izquierda a derecha es:
 $k(A)(B)$

y la fuerza química en dirección contraria es:

$$k' (C) (D)$$

y la condición de equilibrio establece que

$$k (A) (B) = k' (C) (D)$$

donde (A), (B), (C) y (D) representan las masas activas de las sustancias A, B, C y D respectivamente. Las constantes k y k' son los coeficientes de afinidad.

Las masas activas representan actualmente las concentraciones.

Un químico notable fue J. G. vant' Hoff. El deriva la ley de acción de masas a partir de consideraciones cinéticas, es decir, postula un equilibrio dinámico. Al llegar una reacción química a las condiciones de equilibrio significa que las velocidades de formación y descomposición son iguales. Aporta, además, la descripción de la variación del valor de la constante de equilibrio con la temperatura.

H. L. Le Chatelier propone, en 1884, la "Ley de los Equilibrios Químicos", que su formato original es:

" Tout systeme en équilibre chimique stable soumis a l influence d une cause extérieure qui tend a faire soit sa température, soit sa condensation (pression, concentration, nombre de molécules dans l unité de volume) dans sa totalité ou seulement dans quelques-unes de ses parties, ne peut éprouver que des modifications intérieures, qui, si elles se produisaient seules, ameneraient un changement de température ou de condensation de signe contraire a celui résultant de la cause extérieure. "

El científico francés deseaba que la química se erigiera sobre

leyes y principios tan generales como la mecánica y la termodinámica.

J. W. Gibbs presentó el equilibrio químico a partir de potenciales termodinámicos.

En 1907, G. N. Lewis -aplicando criterios termodinámicos- introduce los conceptos de actividad y fugacidad para suplir los términos menos adecuados de concentración y presión. Lewis define entonces la condición de equilibrio como aquella en la que el estado de un sistema presenta una actividad, o fugacidad, igual en cualquier fase del sistema (para cualquier sustancia dada).

2. PROPOSITOS

La intención es mostrar toda una amplia gama de experimentos que en apariencia no tienen conexión alguna, pero se unifican en una ley general, la Ley del Equilibrio Químico.

3. FUNDAMENTOS TEORICOS

Existen diversos caminos para llegar a explicar el concepto de equilibrio químico, mencionaremos solo algunos.

- (A) A nivel macroscópico, decimos que un sistema se encuentra en equilibrio si sus parámetros (presión, temperatura, concentración, etc.) no cambian con el tiempo.
- (B) A escala molecular, o microscópica, afirmamos que se da la situación de equilibrio cuando la velocidad de la reacción

en un sentido es igual a la velocidad en sentido contrario. Este es un criterio cinético.

- (C) Termodinámicamente hablando, se llega en equilibrio si la energía libre de Gibbs (para el sistema considerado) es numéricamente igual a cero.
- (D) Un sistema, que puede ser una reacción química, está en equilibrio si las concentraciones de las especies presentes cumplen numéricamente con el valor de la constante de equilibrio.

Para reacciones en solución existe una relación numérica o matemática entre la energía asociada al sistema (energía libre de Gibbs) y la situación de equilibrio (constante de equilibrio). Puede mostrarse, aunque no lo haremos aquí por quedar fuera del conocimiento del alumno, que la relación $\Delta G^\circ = -RT \ln K$ puede obtenerse a partir de la energía libre del sistema en función del grado de avance, o extensión, de la reacción.

Para el lector interesado en el desarrollo matemático de esta expresión le recomendamos las lecturas de las referencias bibliográficas 9.3 y 9.4.

4. INDICACIONES GENERALES

- 4.1 Se le pide al alumno que este siempre atento a cada experimento. Anotar en el cuaderno todo lo que crea conveniente y recordar que es muy importante su participación en esta práctica.

5. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

5.1 MATERIAL

- | | |
|--------------------------------|-----------------------------|
| - 1 gradilla | - 10 tubos de ensaye |
| - 1 pipeta volumétrica 5 ml | - 2 pipetas volumetricas 25 |
| - 1 pinza para tubo | - 1 probeta de 50 ml |
| - 1 bureta de 50 ml | - 1 pinza para bureta |
| - 4 matraces erlenmeyer 250 ml | - 1 soporte |
| - 1 mechero | - 1 pizeta |
| - 2 vasos de 250 ml | - 5 espátulas |

5.2 REACTIVOS

- | | |
|------------------------|--------------------------|
| - HCl 0.1 M | - Indicadores ácido-base |
| - H_3PO_4 0.1 M | - $KMnO_4$ |
| - NaOH 0.1 M | - NaOH 3 M |
| - HCl (1:1) | - NaI 1 M |
| - H_2SO_4 1.5 M | - H_2O_2 30 % |
| - $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ | - K_2SO_8 |
| - NH_4OH (1:4) | - NH_4Cl |
| - $FeCl_3$ | - KSCN |
| - NaF | - Na_2SO_3 |

EXPERIMENTO "A" . EQUILIBRIOS ACIDO-BASE

(a) Se colocan dos volúmenes de 5 ml cada uno de HCl en tubos de ensaye. Se repite el procedimiento solo que ahora emplee NaOH. Añada el indicador verde de bromocresol a los tubos que contienen al ácido y la base. Observe y anote el color final en

cada tubo. En seguida, coloque unas gotas de rojo de metilo, anote la coloración que prevalece en cada tubo.

(b) Se toma una alícuota de 25 ml de HCl 0.1 M y se coloca en un matraz erlenmeyer. Escorra nuevamente 25 ml del mismo ácido en otro matraz. Diluya ambas soluciones con 25 ml de agua. En un matraz ponga 2 o 3 gotas de verde de bromocresol y en el otro unas gotas de fenolftaleína. Titular, con la solución de NaOH 0.1 M, ambas muestras hasta el vire de cada uno de los indicadores. Anote el volumen requerido en cada caso.

(c) Coloque por separado, en matraces erlenmeyer, dos alícuotas de 25 ml cada una de H_3PO_4 . Diluir con un volumen igual de agua destilada cada muestra. En un matraz agregue unas gotas de verde de bromocresol y en el otro fenolftaleína. Titule, semejante a la experiencia anterior, la muestra que contiene al verde de bromocresol. A continuación, pida a uno de los alumnos que proceda a titular la muestra restante. Pregunte al grupo que volumen se espera para alcanzar el punto final. Compare los resultados que se obtuvieron en estas demostraciones.

EXPERIMENTO "B" . EQUILIBRIOS REDOX

Añada unos pocos cristales de $KMnO_4$ en dos tubos de ensaye distintos (T-A y T-B). En uno de los tubos (T-A, por ejemplo) agregue 5 ml de NaOH 3 M. Disuelva los cristales y añada 1 ml de NaI (anote el color de la solución antes y después de añadir el yoduro de sodio). Caliente la solución a ebullición y observe la formación de un precipitado (señalar las características de

éste); decante y lave el precipitado. Disuelva el precipitado con la mínima cantidad de HCl (1:1) posible, diluya con unos 5 ml de agua destilada y caliente suavemente. Coloque una poca cantidad de Na_2SO_3 y caliente hasta ebullición (trate de identificar el gas que se desprende durante la reacción). A la solución resultante se le divide en dos porciones iguales. A una de ellas se le agrega 5 ml de NaOH 3 M, espere unos minutos y adicione 1 ml de H_2O_2 al 30% (no olvide anotar todas sus observaciones). A la otra parte de la disolución se le añade 5 ml de H_2SO_4 y unos cristales de $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$. Caliente suavemente la solución, anote los cambios ocurridos en el seno de la solución. Compare esta última solución- en color- con la solución testigo (T-B).

EXPERIMENTO "C" . EQUILIBRIOS DE COMPLEJACION

(1) Colocar unos cristales de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ en un tubo. Diluya con 5 ml de agua destilada y añada gota a gota una solución de amoníaco. Divida esta solución en dos partes iguales, uno de ellos servirá como testigo. A una de las soluciones se le añade HCl (1:1) gota a gota, anote sus observaciones y compare los colores resultantes.

(2) Poner una pequeña cantidad de FeCl_3 en un tubo de ensaye, diluya con 5 ml de agua destilada y adicione KSCN (registrar la coloración adquirida por la solución). A continuación añada unos cristales de NaF, anote sus observaciones.

8. CUESTIONARIO

- 8.1 Presentar un informe escrito acerca del Equilibrio Químico. Presentar por escrito todas las reacciones descritas durante la sesión experimental.

9. BIBLIOGRAFIA

- 9.1 Lindauer, M. W. The Evolution of the Concept of Chemical Equilibrium from 1775 to 1923. J. Chem. Educ., 39, 384-90 (1962)
- 9.2 Paty, Michel Le Chatelier y la Ley de los Equilibrios Químicos. Mundo Científico, 2, 808-10 (1985)
- 9.3 Barrow, G. M. Free Energy and Equilibrium: The Basis of $\Delta G^\circ = -RT \ln K$ for Reactions in Solution. J. Chem. Educ., 60, 648-50 (1983)
- 9.4 Acree, W. E. Jr. Comment on Free Energy and Equilibrium. J. Chem. Educ., 63, 150 (1986)
- 9.5 Dudeney, Alvan W. L. Inorganic Reaction Chemistry. J. Chem. Educ., 48, 376-8 (1971)
- 9.6 Ramette, R. W. Equilibrio y Análisis Químico. Fondo Educativo Interamericano. México (1983). pp 85-128

PRACTICA No: 5

PREPARACION DE DISOLUCIONES ACIDO-BASE

1. INTRODUCCION

El hombre aprendió, mucho tiempo atrás, la fabricación de bebidas alcohólicas (cerveza, vino, sake, etc.). El primer ácido conocido por el hombre fue el acético, ya que después de la fermentación alcohólica ocurre la ácida.

Desde la antigüedad son conocidas la sosa y la potasa (carbonatos de sodio y potasio, respectivamente).

Durante la época de la Alquimia se prepararon los siguientes ácidos minerales: sulfúrico, nítrico, clorhídrico y agua regia.

En la etapa conocida, por los historiadores de la química, como Yatroquímica; Francois de le Boe Sylvius atribuía las enfermedades al desequilibrio que se producía entre las cantidades de ácido y álcali en los procesos biológicos. Tachenius explicaba que las sales eran resultado de combinar los ácidos con álcalis. Glauber, principal representante de la química técnica en el siglo XVIII, desarrolló métodos de obtención de ácidos minerales.

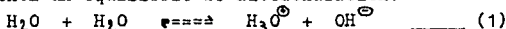
En 1923, J. N. Brønsted (y simultáneamente T. M. Lowry) propusieron un concepto sobre los equilibrios ácido-base. Un ácido es una especie química capaz, en condiciones adecuadas, de donar uno o más protones. Una base es una sustancia que puede aceptar uno o más protones.

2. PROPOSITOS

El propósito principal es el que el alumno sea capaz de preparar cualquier tipo de disolución que se le solicite y de que reafirme sus conocimientos sobre estequiometría en disolución.

3. FUNDAMENTOS TEORICOS

Para entender los equilibrios ácido-base es necesario considerar al disolvente mismo. Así tenemos que el agua presenta un equilibrio de autoionización:



la constante de equilibrio, a 25 C, de la ecuación (1) es:

$$K_w = [\text{H}_3\text{O}^{\oplus}] [\text{OH}^{\ominus}] = 10^{-14} \quad (2)$$

donde "Kw" es el producto iónico del agua

Ahora, para completar nuestro estudio, debemos hacer algunas consideraciones: (i) tenemos un ácido débil, HA, y su base conjugada A (omitimos la carga eléctrica por comodidad); (ii) el ácido se encuentra lo suficientemente diluido, de tal forma que el coeficiente de actividad es unitario; esto es, la actividad es igual a la concentración; (iii) el ácido HA es monoprótico y neutro (esto se hace para simplificar su notación); (iv) sea "Co" la concentración analítica molar total de la especie HA; y (v) usaremos H^+ en lugar de $\text{H}_3\text{O}^{\oplus}$.

De acuerdo a lo anterior, tenemos que en el equilibrio:



con su constante de equilibrio correspondiente

$$K_a = \frac{[\text{H}^+][\text{A}]}{[\text{HA}]} \quad (4)$$

podemos obtener las siguientes ecuaciones a partir de (3):

$$(\text{balance de materia}) \quad C_0 = [\text{HA}] + [\text{A}] \quad (5)$$

$$(\text{balance de carga}) \quad [\text{H}^+] = [\text{A}] + [\text{OH}^-] \quad (6)$$

manejando adecuadamente las ecuaciones (2), (4), (5) y (6) obtenemos la ecuación general siguiente:

$$[\text{H}^+]^3 + K_a [\text{H}^+]^2 - (K_w + C_0 K_a) [\text{H}^+] - K_a K_w = 0$$

Conforme a la naturaleza de nuestro ácido es factible obtener ecuaciones menos complicadas y simplificar la ecuación cúbica hasta, incluso, una ecuación lineal.

Sería un buen ejercicio para el estudiante que realizando consideraciones estrictamente químicas pueda llegar a las expresiones o ecuaciones más conocidas.

4. INDICACIONES GENERALES

Va usted a trabajar con reactivos que pueden entrañar peligro si no se manejan en la forma debida.

El ácido clorhídrico desprende vapores irritantes de cloruro de hidrógeno, por lo que se aconseja manipularlo junto a la campana de extracción.

T A B L A D E A C I D O S

ACIDO	DENSIDAD	PUREZA	MOLARIDAD
clorhídrico	1.18 g/ml	36 %	11.7
fosfórico	1.75 g/ml	88 %	15.7
acético			17.3

Deben prepararse 1000 ml de HCl, 250 ml de H_3PO_4 y 250 ml de ácido acético (CH_3COOH). Todos en una concentración cercana o aproximada a 0.1 M.

Además, deberá preparar soluciones 0.1 M de NaOH (1000 ml) y acetato de sodio 0.1 M (250 ml).

Cada alumno preparará sus propias soluciones de HCl y NaOH. Las demás disoluciones se prepararán por equipo.

5. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

5.1 MATERIAL

Equipo

- | | |
|---------------------------------|-----------------------|
| - 1 vidrio de reloj | - 1 espátula |
| - 2 vasos de pptados 100 ml | - 1 pizeta |
| - 2 vasos de pptados 250 ml | - 2 pipetas de 10 ml |
| - 2 matraces aforados de 250 ml | - 3 envases de vidrio |

Individual

- | | |
|-------------------------------|------------------------|
| - 1 vaso de pptado 100 ml | - 1 triple |
| - 2 matraces aforados de 1 l | - 1 mechero |
| - 1 tela de alambre | - 1 embudo |
| - 1 recipiente de aluminio | - 1 pera de goma |
| - 1 cápsula de porcelana | - 1 agitador de vidrio |
| - 1 vaso de pptados de 250 ml | - 1 pipeta de 10 ml |
| - 1 botella de plástico | - 1 envase de vidrio |

5.2 REACTIVOS

- | | |
|---------------------------------|----------------------|
| - ácido clorhídrico concentrado | - hidróxido de sodio |
| - ácido fosfórico concentrado | - acetato de sodio |
| - ácido acético | - agua destilada |

EXPERIMENTO "A" . PREPARACION DE HIDROXIDO DE SODIO 0.1 M

Calentar, poco más de 1 litro, agua destilada hasta que hierva por espacio de 10 minutos, tapar y dejar que se enfríe (mientras disminuye la temperatura del agua puede Ud. preparar las disoluciones restantes).

Pesar de 4.5 a 5 g de sosa en una balanza granataria, enjuague 2 o 3 veces con agua destilada en una cápsula de porcelana. Colocar la sosa en el matraz aforado y añadir el agua recién hervida pero ya fría hasta que la sosa se disuelva por completo. Afore hasta la marca. Se recomienda vaciar esta solución al recipiente de plástico.

EXPERIMENTO "B" . PREPARACION DE ACIDO CLORHIDRICO 0.1 M

Vertir alrededor de 15 ml del ácido concentrado en un vaso de 100 ml; con la ayuda de la pera de goma succione 8.6 ml del ácido y colóquelos en el matraz aforado de 1000 ml -al cual se le han añadido previamente 300 ml de agua destilada- complete a la marca de aforo con agua destilada y agite hasta que se homogenice por completo.

EXPERIMENTO "C" . PREPARACION DE ACETATO DE SODIO 0.1 M

Pesar alrededor de 2.1 g de esta sal, disolverla en agua y llevarla a la marca del matraz aforado de 250 ml.

EXPERIMENTO "D" . PREPARACION DE ACIDO FOSFORICO 0.1 M

El procedimiento es muy parecido al del ácido clorhídrico, auxiliándose de la pera de goma extraer 1.6 ml de H_3PO_4 , completar el volumen de aforo con agua destilada. Recuerde que en el matraz debe existir un volumen de agua cercano a 100 ml antes de agregar el ácido correspondiente.

EXPERIMENTO "E" . PREPARACION DE ACIDO ACETICO 0.1 M

Similar al experimento anterior, solo que el volumen de ácido acético debe ser de 1.5 ml.

Rotule muy bien sus envases con los nombres y las concentraciones de todas las soluciones que ha preparado.

8. CUESTIONARIO

- 8.1 Mostrar con cálculos teóricos las cantidades que deben ponerse de cada reactivo para alcanzar las concentraciones requeridas. Compare con las cantidades prácticas puestas.
- 8.2 ¿Es realmente necesario hervir previamente el agua para preparar la solución de hidróxido de sodio? ¿Por qué?
- 8.3 ¿Cuál es la razón, al preparar las disoluciones de los ácidos, añadir el ácido al agua? ¿Por qué no al revés?
- 8.4 Algunas Tablas Termodinámicas indican que el ácido más fuerte es el ácido perclórico. ¿Qué ácido es el más poderoso en solución acuosa?
- 8.5 ¿Qué sugiere para hacer de esta práctica una experiencia más útil y agradable.

9. BIBLIOGRAFIA

- 9.1 Lockemann, G. Historia de la Química. Tomo I. UTEHA. México (1960)
- 9.2 Ramette, R. W. Equilibrio y Análisis Químico. Fondo Educativo Interamericano, S. A. México (1983). pp 265-95
- 9.3 Haiman, B. The Brønsted Concept of Acids and Bases in Quantitative Analysis. J. Chem. Educ., 25, 494-7 (1948)
- 9.4 Burke, J. D. On Calculating H^+ . J. Chem. Educ., 53, 79-80 (1976)

PRÁCTICA No. 6

ESTANDARIZACIÓN DE DISOLUCIONES ÁCIDO-BASE

1. INTRODUCCIÓN

Mencionamos (ver Práctica No. 3) que existen dos caminos para realizar análisis químicos. Nos ocuparemos del segundo grupo que recibe el nombre general de Análisis Volumétrico, o para decirlo más correctamente: Análisis Titulométrico.

TITULACION: Procedimiento para determinar una sustancia A mediante la adición de incrementos de una sustancia B (casi siempre en la forma de una solución patrón), tomando las disposiciones para determinar el momento en que la totalidad de A ha reaccionado, lo cual permite conocer la cantidad de A a partir de la de B añadida en cantidad conocida hasta este punto, conociendo la relación de reacción entre A y B a partir de la estequiometría o en otra forma. El proceso contrario -adición de incrementos de A a B- raras veces se aplica, excepto en la normalización de soluciones.

(Definición de la IUPAC). (1)

Para llevar a cabo una determinación titulométrica se requiere que: (a) la reacción química involucrada se realice rápidamente; (b) la reacción debe corresponder estrictamente a las relaciones estequiométricas dadas por la ecuación química correspondiente.

Solo así podemos conocer exactamente el resultado del análisis; (c) sea posible la preparación de una solución reactivo adecuada de concentración exactamente conocida, o bien poder conocer con gran exactitud, como sea y donde sea, el título de dicha solución; (d) es preciso que el punto final de la titulación sea lo más cercano posible al punto de equivalencia -así denominado ya que entonces se ha consumido precisamente la cantidad de reactivo equivalente a la sustancia buscada- y, además que este punto final sea netamente perceptible por algún cambio brusco en cualquiera de las propiedades de la solución.

Dejemos las últimas palabras al Profesor Friedrich Mohr:

"Valorar por volumetría es, en realidad, pesar sin balanza y, sin embargo, todos los resultados son los mismos que los que da la balanza. En última instancia, todo se reduce a una pesada. La exactitud de una pesada normal se repite en cada una de las experiencias hechas con el líquido así preparado. Con un litro de líquido reactivo se pueden efectuar varios centenares de análisis. Pero la preparación de dos o más litros de líquido reactivo no requiere ni más tiempo ni más pesadas que la de un litro. Se pesa, pues, con antelación durante los ratos de ocio y al analizar se utilizan las pesadas."

- (1) Queré, A. Laboratorio de Química Analítica II. Manual de Prácticas. México (1983). p 26

2. PROPOSITOS

Se pretende introducir, de manera formal, al alumno a la ejecución de una de las técnicas químicas más solicitadas y utilizadas, tanto en la industria como en los centros de investigación, denominada Análisis Titulométrico.

3. FUNDAMENTOS TEORICOS

Se denomina patrón o estándar primario a aquella sustancia de gran pureza que podemos utilizar para conocer la concentración o composición de un reactivo titulante.

Para que un reactivo químico pueda clasificarse como patrón primario debe cumplir varios requisitos:

- (1) La sustancia debe ser de una pureza absoluta (100%) o no deberá contener más de 0.02% de impurezas.
- (2) Si el reactivo no es completamente puro, las impurezas que arrastra no deben interferir en el tipo de reacción que se lleve a cabo respecto a la sustancia predominante.
- (3) Deben ser identificadas, mediante ensayos sencillos, todas las impurezas contenidas en nuestro estándar.
- (4) Estos reactivos deben ser muy estables; no deben reaccionar con el oxígeno ni con el dióxido de carbono atmosférico, ni absorber humedad, tampoco debe interactuar químicamente con el recipiente que lo contiene.
- (5) Debe ser estable a la temperatura a la cual se deseca en la estufa de calentamiento.

- (6) Es deseable que el estándar presente una masa equivalente elevada, con el fin de que los errores cometidos durante su pesada sean mínimos respecto a los errores que resulten de la titulación.
- (7) Al reaccionar con la sustancia a normalizar se deben satisfacer todos los señalamientos dados anteriormente (revisar la parte de Introducción).
- (8) Finalmente, sería conveniente que el patrón elegido fuese de fácil adquisición y económicamente accesible.

4. INDICACIONES GENERALES

- 4.1 Revisar cuidadosamente los resultados obtenidos durante la Práctica No. 2 (Estandarización de la Bureta). Tener a la mano el gráfico correspondiente.
- 4.2 Presentar un resumen acerca de la práctica.
- 4.3 Preparar con anterioridad la hoja de resultados y cálculos tal como se indica en el punto 6.
- 4.4 La bureta debe estar perfectamente limpia; antes de hacer las titulaciones, realizar un enjuague de bureta con la solución titulante.
- 4.5 El alumno deberá presentarse dos horas antes para colocar sus estándares primarios en la estufa. Para el biftalato de potasio la temperatura no debe exceder de 110 C, mientras que para el carbonato de sodio los 250 C. Llevarlos al desecador hasta que alcancen la temperatura ambiente.

5. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

5.1 MATERIAL

- | | |
|-----------------------------|--------------------------------|
| - 1 balanza analítica | - 1 soporte |
| - 1 bureta | - 1 embudo |
| - 1 pinzas para bureta | - 2 espátulas |
| - 2 vasos de pptados 250 ml | - 3 matraces erlenmeyer 250 ml |
| - 2 vidrios de reloj | - 1 termómetro |
| - 1 estufa | - 1 desecador |
| - 2 pesafiltros | - 1 pizeta |

5.2 REACTIVOS

- | | |
|----------------------|------------------------|
| - ácido clorhídrico | - agua destilada |
| - hidróxido de sodio | - fenolftaleína |
| carbonato de sodio | - verde de bromocresol |
| biftalato de potasio | - anaranjado de metilo |

EXPERIMENTO "A" . ESTANDARIZACION DE LA SOLUCION DE NaOH

Pesar por diferencia la muestra de biftalato de potasio, KHP, colocándola en un matraz erlenmeyer de 250 ml, añadiendo 50 ml destilada y 2 o 3 gotas de fenolftaleína.

Cada muestra se titula con la solución de NaOH hasta la aparición, en la solución, de una coloración rosa.

Anotar el volumen consumido de la solución de NaOH.

Repetir por triplicado la experiencia.

EXPERIMENTO "B" . ESTANDARIZACION DE LA SOLUCION DE HCl

Pesar, por separado, tres muestras de carbonato de sodio, la cantidad recomendada es de 250 a 400 mg; diluir con 50 ml de agua destilada, agregue 3 gotas de anaranjado de metilo y titule con la solución de HCl (lentamente y con agitación constante). Al vire de color -amarillo a naranja- suspenda la titulación, caliente la solución (para eliminar el dióxido de carbono). Continúe la titulación hasta que la solución adquiera otra vez la coloración naranja.

Escriba en el cuaderno las cantidades utilizadas en cada titulación.

6. REGISTRO Y ORGANIZACION DE LOS DATOS

- 6.1 Presentar en forma tabular los resultados del Experimento A. Se debe utilizar el gráfico para encontrar el volumen real gastado por cada reactivo.
- 6.2 Con los resultados anteriores calcular exactamente la concentración de la solución de NaOH.
- 6.3 Similar a 6.1; pero ahora para el Experimento B. No olvide obtener los promedios tanto para 6.1 como para 6.3.
- 6.4 Calcule la concentración del ácido clorhídrico.

NOTA: No olvide etiquetar cada frasco con la información siguiente: nombre del alumno, nombre del reactivo, título de la solución y fecha de preparación.

7. ANALISIS DE LOS RESULTADOS EXPERIMENTALES Y CONCLUSIONES

T A B L A 7 - 1

MUESTRA No.	MASA KHP mg	V NaOH ml	V-CORR ml
1	383.1	21.70	21.61
2	614.4	34.40	34.35
3	651.4	36.55	36.49

T A B L A 7 - 2

V-CORR ml	MF-KHP g/mol	[NaOH] mol/l
21.61	204.23	0.0868
34.35	204.23	0.0876
36.49	204.23	0.0874

CONCENTRACION PROMEDIO DE LA SOLUCION DE NaOH = 0.0873 M

T A B L A 7 . 3

PRUEBA	M-Na ₂ CO ₃	V-HCl	V-CORR	MF-Na ₂ CO ₃	[HCl]
No	mg	ml	ml	g/mol	mol/l
1	232.3	29.00	28.95	105.99	0.0757
2	354.0	44.00	43.91	105.99	0.0760
3	254.7	32.20	32.16	105.99	0.0747

CONCENTRACION PROMEDIO DE LA SOLUCION DE HCl = 0.0755 M

8. CUESTIONARIO

- 8.1 Proponga una alternativa, en el empleo de patrones primarios e indicadores, para estandarizar ácidos y álcalis.
- 8.2 Explique con detalle todos los cálculos estequiométricos involucrados en esta práctica.
- 8.3 Realizar una investigación sobre las propiedades físicas, químicas y biológicas de todos los reactivos utilizados.
- 8.4 Realizar gráficamente la curva de titulación del KHP.
- 8.5 Trazar la curva de titulación del carbonato de sodio por medio del ácido clorhídrico.

9. BIBLIOGRAFIA

- 9.1 Ayres, G. H. Análisis Químico Cuantitativo. Ediciones del Castillo, S. A. Madrid (1970). pp 319-21, 333-6
- 9.2 Ramette, R. W. Equilibrio y Análisis Químico. Fondo Educativo Interamericano. México (1983). pp 356-65
- 9.3 Queré, A. Laboratorio de Química Analítica II. Manual de Prácticas. México (1983). pp 26-41

PRACTICA No. 7

INDICADORES ACIDO-BASE

1. INTRODUCCION

Roberto Boyle fue el primer químico en utilizar diferentes extractos y jugos de plantas (tornasoles, violetas, rosas, etc.) como indicadores, tanto en forma de "papel indicador" como en solución. Una característica que Boyle le atribuye a los ácidos es su capacidad de colorear de rojo el zumo de la planta.

Acerca de los indicadores de punto final de titulación, ya en 1658, J. R. Glauber al neutralizar carbonato de potasio por adición de ácido nítrico, utilizó el cese de la efervescencia como indicador de fin de reacción. Pero en 1767 W. Lewis propone que el punto final de esa reacción se puede determinar al cambio de color producido por jarabes vegetales. Durante 100 años más los químicos emplearon los zumos de las plantas naturales en las titulaciones ácido-base, en particular los jarabes de violetas y tornasoles.

El primer indicador sintético usado fue la fenolftaleína en 1877, al año siguiente se empleó el anaranjado de metilo. En 1893 se mencionan 14 indicadores sintéticos. El comportamiento diferente de estos nuevos indicadores resulta obvio al aumentar su número, y estas observaciones permiten proponer una teoría de indicadores.

Expresando la ecuación (3) en forma logarítmica, tenemos:

$$\text{pH} = \text{pK}_i + \log \left(\frac{[\text{In}^-]}{[\text{HIn}]} \right) \text{ ---- (4)}$$

ahora bien, el detector para percibir el vire de color en el indicador es el "ojo humano" y se ha podido demostrar que un color puede observarse, en presencia del otro, cuando la relación de uno a otro es de (1/10); esto es, si $[\text{In}^-] = 10 [\text{HIn}]$ o al contrario; $[\text{HIn}] = 10 [\text{In}^-]$. Así, pues, el rango o intervalo de viraje del color, expresado en unidades de pH, resulta ser: $\text{pH} = \text{pK}_i \pm 1$ ----(5)

lo cual da un intervalo de viraje igual a dos unidades de pH. Por lo tanto, ya que en toda determinación titulométrica deseamos conocer el punto de equivalencia; debemos elegir aquel indicador cuyo punto de viraje presente el mismo, o muy semejante, valor de pH que el punto de equivalencia del sistema que se titula.

4. INDICACIONES GENERALES

- 4.1 Entregar por escrito, en el cuaderno, un breve bosquejo sobre la experiencia práctica por realizar.
- 4.2 Establezca la tabla de variación de concentraciones para la reacción de un ácido fuerte con una base fuerte.
- 4.3 Trazar la curva teórica de titulación de la reacción anterior. Considere la concentración inicial del ácido 0.1 M. Formule las ecuaciones para calcular el pH, en cualquier punto de la titulación, en función de la fracción de reactivo titulante.

4.4 Buscar los valores de pK_i para los siguientes indicadores: verde de bromocresol, rojo de metilo y fenolftaleína.

4.5 Sobre el gráfico 4.3 indique los intervalos de viraje de indicadores ya mencionados.

5. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

5.1 MATERIAL

- | | |
|---------------------------------|-----------------------|
| - 1 bureta de 50 ml | - 1 pinza para bureta |
| - 1 pipeta volumétrica de 25 ml | - 1 soporte |
| - 3 matraces erlenmeyer | - 2 vasos de pptados |
| - 1 probeta de 50 ml | - 1 embudo |

5.2 REACTIVOS

- | | |
|--------------------|------------------------|
| - Solución de HCl | - verde de bromocresol |
| - Solución de NaOH | - rojo de metilo |
| - Agua destilada | - fenolftaleína |

EXPERIMENTO "A" . TITULACION CON VERDE DE BROMOCRESOL

Con ayuda de la pipeta volumétrica escurra 25 ml de la solución de HCl, agrage alrededor de 50 ml de agua destilada y añada 2 o 3 gotas de verde de bromocresol. Titular con la disolución de NaOH hasta obtener el punto final de la valoración (puesto de manifiesto por el cambio de color, de amarillo a azul, en la disolución). Anotar en el cuaderno el volumen requerido en la titulación. Repetir por triplicado.

EXPERIMENTO "B" . TITULACION CON ROJO DE METILO

Similar al anterior, solo que ahora el indicador utilizado es el rojo de metilo, añadir 5 gotas del indicador. La coloración de la solución varía de rojo a amarillo.

EXPERIMENTO "C" . TITULACION CON FENOLFTALEINA

Repetir, nuevamente, el procedimiento. Agregue 3 gotas de fenolftaleína, el punto final de la titulación es al alcanzar la disolución un color rosa. Registrar sus resultados.

6. REGISTRO Y ORGANIZACION DE LOS DATOS

- 6.1 Registrar la siguiente información: concentraciones del HCl y NaOH.
- 6.2 Organizar los resultados en una tabla.
- 6.3 Obtener los valores promedio para cada indicador.
- 6.4 Comparar los resultados obtenidos con la concentración real del ácido clorhídrico.
- 6.5 Encontrar los errores absolutos y relativos en cada indicador.

7. ANALISIS DE LOS RESULTADOS EXPERIMENTALES Y CONCLUSIONES

HCl = 0.0755 M

NaOH = 0.0873 M

INDICADOR No.	V-NaOH ml	V-CORR ml	[HCl] mol/l
1	21.70	21.61	0.0755
1	21.50	21.41	0.0748
1	21.45	21.36	0.0746
2	21.60	21.51	0.0751
2	21.70	21.61	0.0755
2	21.80	21.71	0.0758
3	21.75	21.66	0.0756
3	21.80	21.71	0.0758
3	21.80	21.71	0.0758

Valores promedio de la concentración de la solución de HCl

indicador (1) : [HCl] = 0.0750 M

indicador (2) : [HCl] = 0.0755 M

indicador (3) : [HCl] = 0.0757 M

Errores Absolutos y Relativos en cada titulación:

(1) 0.04 % y 0.53 %

(2) 0.00 % y 0.00 %

(3) 0.03 % y 0.30 %

8. CUESTIONARIO

- 8.1 Escriba los nombres y las estructuras químicas de los indicadores empleados en esta práctica.
- 8.2 De acuerdo al gráfico 4.5 y a los resultados obtenidos. ¿Qué indicador sería el más adecuado para este tipo de titulación (ácido fuerte por base fuerte)?
- 8.3 ¿Por qué no se sugiere, en esta práctica, la titulación contraria, es decir, base fuerte por ácido fuerte?
- 8.4 Elabore una tabla con una serie de indicadores ácido-base en orden creciente de su valor de pK_i .
- 8.5 Investigar a que se le denomina Indicador Universal.

9. BIBLIOGRAFIA

- 9.1 Ramette, R. W. Equilibrio y Análisis Químico. Fondo Educativo Interamericano. México (1983). pp 332-4, 351-6
- 9.2 Ayres, G. H. Análisis Químico Cuantitativo. Ediciones del Castillo, S. A. Madrid (1970). pp 323-7

PRACTICA No. 8

TITULACIONES ACIDO-BASE

1. INTRODUCCION

Glauber conoció la naturaleza del análisis titulométrico ácido-base. Pero, Homberg realizó inicialmente ensayos cuantitativos.

Gay-Lussac (1778-1850) es considerado como el auténtico fundador del análisis titrimétrico. Estandarizaba ácidos minerales con cantidades conocidas de carbonato de sodio, utilizando tornasol como indicador, para poder determinar más adelante muestras con una proporción desconocida de carbonatos.

F. Mohr amplió de manera considerable este campo y propuso la preparación y utilización de "soluciones normales" para acabar con las soluciones de concentraciones arbitrarias.

No he podido resistir la tentación de ilustrar, con un solo ejemplo, el espíritu y deseos de conocimientos por parte de nuestros primeros científicos.

" Liquor fixus y spiritus acidus nitri son diferentes en su naturaleza, adversarios y enemigos uno del otro, y cuando ambos se unen, y uno de ellos ha vencido y aniquilado al otro, no se puede hallar en sus cuerpos muertos ni un líquido fiero, ni un spiritus acidus, pero éstos han sido hechos de nuevo como ambos eran antes y de donde fueron derivados, es decir, salitre ordinario. " RUDOLPH GLAUBER, Siglo XVII

2. PROPOSITOS

La intención principal es la que el estudiante sepa aplicar en forma correcta e integral todo lo aprendido durante las últimas prácticas.

3. FUNDAMENTOS TEORICOS

Revisar las prácticas anteriores, ya que el material teórico se ha dado previamente.

4. INDICACIONES GENERALES

- 4.1 Presentar un resumen acerca de la práctica.
- 4.2 Trazar las siguientes curvas teóricas de titulación y calcule el pH en función de X (fracción de reactivo titulante). En ambos casos considerar la concentración inicial de los ácidos igual a 0.1 M.
 - (a) ácido ortofosfórico con hidróxido de sodio.
 - (b) ácido acético con hidróxido de sodio.
- 4.3 Calcule teóricamente los puntos de equivalencia de las reacciones anteriores.
- 4.4 Deberá traer para la próxima sesión de laboratorio los artículos siguientes: jugo de naranja y limpiador de vidrios con amoníaco.

5. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

5.1 MATERIAL

- | | |
|---------------------------------|------------------------|
| - 1 pipeta volumétrica de 25 ml | - 1 bureta |
| - 3 matraces erlenmeyer 250 ml | - 1 pinzas para bureta |
| - 1 soporte | - 1 embudo |
| - 3 vasos de pptados 250 ml | - 1 pizeta |
| - 1 probeta de 50 ml | |

5.2 REACTIVOS

- | | |
|-------------------------------|------------------------|
| - Solución de ácido fosfórico | - verde de bromocresol |
| - Solución de ácido acético | - fenolftaleína |
| - Solución de NaOH 0.0873 M | - agua destilada |

EXPERIMENTO "A" . DETERMINACION DE ACIDO ACETICO

Colocar, en un matraz erlenmeyer, 25 ml de la disolución de ácido acético (con la pipeta volumétrica), añada 30 o 40 ml de agua destilada y 3 gotas de fenolftaleína. Titule con la solución estandarizada de NaOH hasta que disolución adquiriera el color característico del indicador en su forma alcalina (rosa). Anote en su cuaderno el volumen gastado en la valoración. Repetir hasta tener tres resultados.

EXPERIMENTO "B" . DETERMINACION DE ACIDO FOSFORICO

Vierta 25 ml de ácido fosfórico - con la pipeta volumétrica- en un matraz erlenmeyer. Diluya con 25 ml de agua destilada y agregue 3 gotas de verde de bromocresol. Valorar con la solución

patrón de sosa hasta que se presente el vire de color en la disolución. Escriba en su cuaderno el volumen de sosa requerido en la titulación. Repetir una vez más el experimento.

Siguiendo la misma técnica anterior, haremos un cambio en el indicador. Añada 3 gotas de fenolftaleína. Es necesario tener dos lecturas con este indicador.

NOTA : En la primera parte se titula el primer punto de equivalencia; mientras que en la segunda se obtiene el segundo punto equivalente.

6. REGISTRO Y ORGANIZACION DE LOS DATOS

- 6.1 Presentar en forma tabular sus resultados, de tal forma que registre la concentración desconocida del ácido acético.
- 6.2 Ilustre sus resultados (mediante una tabla). Compare entre sí los datos obtenidos en la concentración del ácido fosfórico por medio de los dos indicadores.
- 6.3 Obtener el valor promedio de las concentraciones de ambos ácidos.

7. ANALISIS DE LOS RESULTADOS EXPERIMENTALES Y CONCLUSIONES

EXPERIMENTO "A"

reacción : $\text{CH}_3\text{COOH} + \text{NaOH} \rightleftharpoons \text{H}_2\text{O} + \text{CH}_3\text{COONa}$

[NaOH] : 0.0873 M

T A B L A 7 . 1

MUESTRA ml	V-NaOH ml	V-CORR ml	[CH ₃ COOH] mol/l
25	28.80	28.74	0.1004
25	28.75	28.70	0.1002
25	28.80	28.74	0.1004

T A B L A 7 . 2

MUESTRA ml	V-NaOH ml	V-CORR ml	[H ₃ PO ₄] mol/l
25	28.00	27.94	0.0976
25	27.95	27.89	0.0974

T A B L A 7 . 3

MUESTRA ml	V-NaOH ml	V-CORR ml	[H ₃ PO ₄] mol/l
25	52.37	52.27	0.0913
25	52.45	52.35	0.0914

NOTA : Al realizar esta práctica, ya se nos había agotado el indicador verde de bromocresol. Lo sustituimos por el rojo de metilo.

Notamos tal discrepancia en los resultados obtenidos que preparamos nuevamente el verde de bromocresol y repetimos todo el Experimento "B" .

T A B L A 7 . 4

MUESTRA	V-NaOH	V-CORR	H ₃ PO ₄
ml	ml	ml	mol/l
25	26.30	26.21	0.0915
25	26.35	26.26	0.0917
25	52.40	52.30	0.0913
25	52.45	52.35	0.0914

Concentración promedio del ácido acético = 0.1003 M

Concentración promedio del ácido fosfórico = 0.0915 M

8. CUESTIONARIO

- 8.1 Consulte su tabla de indicadores y señale los que usaría en cada titulación. ¿Por qué de su elección?
- 8.2 En su gráfico (curva teórica de titulación) señale la zona de vire del indicador (es) que contestó en la pregunta anterior. ¿Cambia de opinión? ¿Por qué?
- 8.3 Diga los usos más importantes, así como sus principales propiedades del ácido acético y el ácido fosfórico.
- 8.4 Un alumno, quizá algo distraído, pretende titular el tercer punto de equivalencia del ácido fosfórico y pide la ayuda de usted. Le solicita que seleccionen un indicador para esta reacción y revisan la tabla o lista de ellos. ¿Qué actitud asume Ud.? ¿Cuál es su respuesta?

9. BIBLIOGRAFIA

- 9.1 Lockemann, G. Historia de la Química. Tomo I. UTEHA. México (1960)
- 9.2 Ramette, R. W. Equilibrio y Análisis Químico. Fondo Educativo Interamericano. México (1983). pp 332-350
- 9.3 Ayres, G. H. Análisis Químico Cuantitativo. Ediciones del Castillo, S. A. Madrid (1970). pp 299-323

PRACTICA No. 9

EQUILIBRIOS ACIDO-BASE. PRACTICAS APLICATIVAS

1. INTRODUCCION

Algunas veces creemos, o cuando menos lo pensamos, que la química solo está presente en los laboratorios o salones de clase. Nos hemos preguntado por curiosidad alguna vez, ¿dónde existen, fuera de la Facultad de Química, fenómenos que involucren equilibrios ácido-base?

Pues están por doquier, casi en cualquier actividad se puede asociar este tipo de equilibrio. En la casa; por ejemplo, están presentes en algunas bebidas (sodas, jugos, etc.), en ciertos limpiadores caseros, y por supuesto en los frutos denominados cítricos. Por no hablar de todos los procesos bioquímicos que realizan en nuestras células, por ejemplo en la producción de ATP.

A nivel de nación; algunos economistas manifiestan que la producción de ácido sulfúrico puede servir como indicador del grado de desarrollo de un país.

Y que decir de la "lluvia ácida" que es un desastre ecológico para nuestro planeta, siendo sus primeras víctimas los grandes bosques nórdicos y canadienses; así como el daño por corrosión en los monumentos históricos.

En fin, no terminaríamos de hablar sobre el impacto que la química ha tenido, tiene y tendrá sobre la vida del hombre.

2. PROPOSITOS

Se pretende, con estas prácticas, ampliar la concepción química en los alumnos; así como las posibles aplicaciones prácticas o tecnológicas de los conocimientos adquiridos. Se realiza una titulación por retroceso para que el alumno adquiriera un conocimiento global de las técnicas volumétricas.

3. FUNDAMENTOS TEORICOS

Remitimos al lector a las Prácticas 5, 6 y 7.

4. INDICACIONES GENERALES

4.1 No olvide llevar sus productos comerciales.

4.2 Después de su primer experimento, lave y enjuague muy bien sus matraces erlenmeyer.

5. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

5.1 MATERIAL

- | | |
|--------------------------------|------------------------|
| - 1 pipeta volumétrica 25 ml | - 1 pinzas para bureta |
| - 1 pipeta volumétrica 10 ml | - 1 bureta |
| - 3 matraces erlenmeyer 250 ml | - 1 embudo |
| - 4 vasos de pptados de 250 ml | - 1 soporte |
| - 1 pizeta | |

5.2 REACTIVOS

- disolución de HCl
- disolución de NaOH
- jugo de naranja
- limpiador de vidrios

EXPERIMENTO "A" . DETERMINACION DE ACIDEZ EN JUGO DE NARANJA

En un matraz erlenmeyer escurra un volumen de 25 ml (medidos con la pipeta volumétrica) de su muestra. Añada 10 ml de la solución de NaOH -también con una pipeta volumétrica- y 2 o 3 gotas de fenolftaleína. La disolución debe adquirir una coloración rosa; en caso de no ser así, agregar otros 10 ml de la solución de NaOH.

Titule, el exceso de sosa, con HCl hasta que aparezca otra vez la coloración original del jugo de naranja (amarilla). Registre en su cuaderno de laboratorio el volumen requerido de HCl. Repetir por triplicado.

Al terminar esta práctica proceda a lavar muy bien sus matraces.

EXPERIMENTO "B" . DETERMINACION DE AMONIACO EN LIMPIADORES CASEROS

Vierta con su pipeta volumétrica 10 ml de la solución limpiadora y diluya con 30 ml de agua destilada, añada 3 gotas de anaranjado de metilo. Titular añadiendo cuidadosamente el HCl hasta que la solución adquiriera una coloración rojiza. Anotar sus resultados en el laboratorio. Repetir por triplicado.

6. REGISTRO Y ORGANIZACION DE LOS DATOS

- 6.1 Anotar las concentraciones de los reactivos utilizados: solución de HCl y solución de NaOH.
- 6.2 Por medio de una tabla informe sus resultados del Experimento "A" . Calcule la acidez total expresada en moles por litro para el jugo de naranja.
- 6.3 Presentar sus datos en forma tabulada para el Experimento "B" . Calcular la concentración de amoníaco en moles/l .

7. ANALISIS DE LOS RESULTADOS EXPERIMENTALES Y CONCLUSIONES

7.1

HCl = 0.1000 M

NaOH = 0.0873 M

T A B L A 7 . 2

V-JUGO ml	V-NaOH ml	V-HCl ml	V-CORR ml	ACIDEZ TOTAL moles/litro
25.00	10.00	8.45	8.42	0.0012
25.00	10.00	8.40	8.37	0.0014
25.00	10.0	8.50	8.47	0.0010

Acidez total (promedio) = 0.0012 moles/litro

T A B L A 7 . 2

MUESTRA	V-HCl	V-CORR	NH ₃
ml	ml	ml	mol/l
10.00	5.40	5.39	0.0539
10.00	5.40	5.39	0.0539
10.00	5.35	5.34	0.0534

Valor promedio NH₃ = 0.0537 M

8. CUESTIONARIO

- 8.1 Desglose, paso a paso, cada uno de los cálculos.
- 8.2 Mencione cuando menos otros cinco productos comerciales que puedan aplicarse a esta práctica.
- 8.3 ¿Qué errores se pueden cometer en estas determinaciones?
- 8.4 ¿Qué sustancias son los principales constituyentes en los jugos comerciales?
- 8.5 ¿Qué sugiere para mejorar esta práctica?

9. BIBLIOGRAFIA

- 9.1 Vie Le Sage, Renaud, Las Lluvias Acidas: Un Holocausto Ecológico. Mundo Científico, 2, 648-50 (1978)
- 9.2 Hinkle, Peter C. y McCarty, R. E., Cómo Fabrican ATP las Células. Investigación y Ciencia, 20, 58-75 (1978)

NOTA : Queremos agradecer a BEECHAM FARMACEUTICA la ayuda brindada para la realización de esta práctica.
Donaron el ácido clorhídrico 0.1000 N y el indicador naranja de metilo.

PRÁCTICA No. 10

PRÁCTICA DEMOSTRATIVA: EQUILIBRIOS ÁCIDO-BASE EN DISOLVENTES NO ACUOSOS

1. INTRODUCCION

Es tal la importancia del agua como disolvente, que una primera clasificación de las soluciones es: "Disolvente Acuoso" y "Disolventes No Acuosaos".

Dentro de los disolventes no acuosaos podemos encontrar solventes no polares como el tetracloruro de carbono y el benceno; mientras que los disolventes polares pueden ser el ácido acético glacial, el amoníaco, etc.

Otra clasificación para las soluciones no acuosaas es la de: Disolvente Protónico (puede existir intercambio de protones) y Disolvente No Protónico (no es posible el cambio de protones).

El uso de disolventes distintos al agua enriquece nuestra concepción acerca de la interacción soluto-disolvente.

Cuando se varía de un solvente a otro, pueden cambiar las constantes de equilibrio ácido-base, redox, de complejación. Además, es posible la aparición de especies químicas que no pueden existir en el medio acuoso.

Las propiedades físicas más importantes de los disolventes para determinar su comportamiento son: el punto de fusión, el punto de ebullición y la constante dieléctrica.

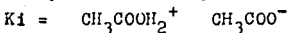
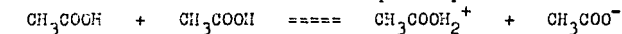
Para crear fácilmente soluciones iónicas es necesario que el disolvente posea una constante dieléctrica elevada.

2. PROPOSITOS

El propósito principal es que el alumno aplique el modelo teórico ácido-base de Bronsted-Lowry a disolventes no acuosos.

3. FUNDAMENTOS TEORICOS

El ácido acético es un disolvente que se puede autoionizar:

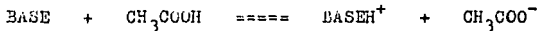


$$pK_i = 14.45$$

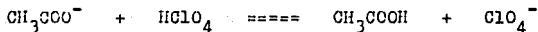
$$pH = -\log [\text{CH}_3\text{COOH}_2^+]$$

El tratamiento matemático es semejante al que se realiza en el medio acuoso.

Para nuestros fines, consideremos que el disolvente (ácido acético) puede ceder un protón a una base:



y el ion acetato puede titularse entonces con el ácido perclórico:



4. INDICACIONES

- 4.1 Preparar un resumen acerca de los disolventes no acuosos.
- 4.2 Permanecer atentos al desarrollo del experimento.

5. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

5.1 MATERIAL

- | | |
|-------------------------------|-----------------------|
| - 1 balanza analítica | - 1 espátula |
| - 2 vasos de pptado de 150 ml | - 2 barras magnéticas |
| - 1 agitador magnético | - 1 bureta |
| - 1 pinzas para bureta | - 1 soporte |

5.2 REACTIVOS

- | | |
|-----------------------------|-------------------------|
| - Muestra farmacéutica | - HClO_4 0.1 N |
| - Acido acético glacial | - Trimebutina base |
| - Indicador violeta cristal | |

EXPERIMENTO "A" . DETERMINACION DE UN PRINCIPIO ACTIVO EN UN PRODUCTO FARMACEUTICO

Pesar con gran exactitud 200 mg de trimebutina base y 10.800 g de "placebo" (blanco). Mezclar perfectamente y añadir a la mezcla 100 ml de ácido acético glacial. Agitar durante 30-45 minutos y titular con ácido perclórico 0.1 N; utilizar el indicador violeta cristal hasta que vire de color. Anotar el volumen gastado (V1).

Pesar exactamente 11.0000 g de la muestra farmacéutica y colocarla en un vaso de precipitados. Agregar 100 ml de ácido acético glacial y mezclar por 30-45 minutos. Titular con el ácido perclórico 0.1 N hasta que el indicador -violeta cristal- cambie de color. Registre el volumen utilizado del ácido (V2).

6. REGISTRO Y ORGANIZACION DE LOS DATOS

- 6.1 En forma tabular registre los resultados del experimento.
6.2 Informar, en base a sus resultados, de la pureza de la muestra farmacéutica.

7. ANALISIS DE LOS RESULTADOS EXPERIMENTALES Y CONCLUSIONES

T A B L A 7 - 1

ENSAYO	V-HClO ₄ (ml)	V-CORR (ml)
patrón	6.00	6.00
muestra	5.95	5.95

$$\text{Pureza de la muestra} = ((5.95)/(6.00)) \times 100 = 99.2 \%$$

8. CUESTIONARIO

- 8.1 ¿Qué valor se reporta de la constante dieléctrica para el ácido acético?
- 8.2 La especificación de control de calidad indica que el porcentaje de principio activo será de $99.0 \pm 0.5 \%$. En base a los resultados, que concluye Ud.
- 8.3 Realizar un trabajo monográfico sobre algún disolvente no acuoso.

9. BIBLIOGRAFIA

- 9.1 Charlot, G. Química Analítica General. Tomo I. Soluciones Acuosas y No Acuosas. Toray-Masson, S. A. Barcelona (1971). pp 225-37
- 9.2 Huheey, J. E. Química Inorgánica: Principios de Estructura y Reactividad. Segunda Edición. Harla, S. A. México (1981). pp 314-29

PRACTICA No. 11

PREPARACION DE SOLUCIONES REDOX

1. INTRODUCCION

" Los compuestos del manganeso, en particular, su óxido, la pirolusita (MnO_2), eran conocidos y se empleaban desde hace mucho tiempo en las industrias vidriera y alfarera. En 1540 el metalúrgico italiano V. Biringuccio escribió que la pirolusita era morena, no se fundía y coloreaba el vidrio y la cerámica de violeta. También notaron una propiedad asombrosa de la pirolusita, la de eliminar la turbiedad de los vidrios verdes y amarillos. El científico austriaco J. Keim, con toda probabilidad, fue el primero, quien logró obtener un poco de manganeso metálico. En 1770 calentó la mezcla de una parte de pirolusita y dos de flujo negro (es decir, una mezcla del carbón y K_2CO_3). J. Keim obtuvo unos cristales de metal frágil blanco tirando a azul. Al parecer, era el manganeso contaminado, pero el científico sólo llegó a deducir que el metal obtenido no contenía hierro y no terminó su estudio. "

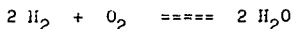
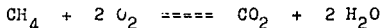
En 1774 J. Gahn al trabajar una muestra enviada por Scheele descubrió en el fondo de su crisol una sustancia metálica que pesó un tercio de la muestra original de pirolusita. Gahn comunica a Scheele el descubrimiento de un nuevo semimetal sin poner nombre a este nuevo elemento. El primer nombre dado a este metal fue "manganesium", procedente del antiguo nombre de la pirolusita ("lapis manganensis").

2. PROPOSITOS

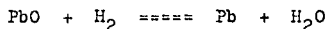
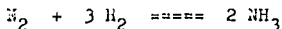
Reafirmar todas las habilidades y conocimientos adquiridos en las prácticas anteriores. Lo novedoso que aporta esta experiencia es la preparación de soluciones amortiguadoras de pH.

3. FUNDAMENTOS TEORICOS

Se entiende por "oxidación", en el sentido estricto de la palabra, el proceso químico de la fijación de oxígeno. Por ejemplo, la combustión es una oxidación.



Sin embargo, el proceso de reducción es la fijación de hidrógeno o la cesión de oxígeno, por ejemplo



Empero, las reacciones en las que se fijan o se donan átomos de oxígeno o de hidrógeno no son los únicos procesos químicos que forman parte de los equilibrios de óxido-reducción.

Actualmente se entiende por "oxidación" la pérdida de electrones (la especie química que los pierde aumenta su estado de oxidación); y "reducción" como la ganancia de electrones (disminuyendo su número de oxidación la especie química que se reduce). En toda reacción química la oxidación de una especie química es acompañada siempre de la reducción de otra.

Es importante señalar que esto ocurre porque el electrón no es estable, como tal, en las soluciones acuosas. En otros disolventes, amoníaco líquido, por ejemplo, el electrón se encuentra estabilizado.

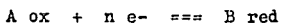
Para asignar los números de oxidación de cada elemento en un compuesto cualquiera, se toma en cuenta la electronegatividad de los elementos químicos. Aconsejamos consultar el libro del Profesor R. W. Ramette.

Para conocer la fuerza o tendencia relativa a ganar o perder electrones, de las diversas especies químicas, nos auxiliamos del Potencial Estándar Redox.

Este potencial toma como referencia al del hidrógeno:

$E^\circ \text{H}^+/\text{H}_2 = 0.00 \text{ volts}$, bajo ciertas condiciones ($T = 298 \text{ K}$, presión parcial del hidrógeno gaseoso = 1 atm, y la actividad del ion $\text{H}^+ = 1$).

Por tanto, el modelo de Nernst queda -para cualquier pareja oxidante/reductor- de la siguiente manera:



$$E = E^\circ_{\text{ox/red}} + (0.591/n) \log \frac{|\text{ox}|^n}{|\text{red}|^n} \quad \text{a } 25 \text{ }^\circ\text{C}$$

Para poder calcular los potenciales de equilibrio y la constante de equilibrio de la reacción, es necesario conocer los potenciales normales redox para ambos pares (recuerde que si una especie se oxida es porque se reduce al mismo tiempo).

4. INDICACIONES GENERALES

- 4.1 El alumno debe presentar un resumen sobre equilibrios redox.
- 4.2 El alumno realizará los cálculos necesarios para preparar soluciones amortiguadoras de pH 4 y 7 en concentración 0.25 M.
- 4.3 Se aconseja manejar con precaución los reactivos químicos.
- 4.4 La disolución de KMnO_4 debe guardarse al abrigo de la luz y en un frasco color ámbar.
- 4.5 El alumno presentará, en la próxima sesión, muestras de agua oxigenada comercial.
- 4.6 Guarde las soluciones amortiguadoras para las prácticas de Potenciometría.

5. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

5.1 MATERIAL

- | | |
|------------------------|------------------------------|
| - 2 vasos de 250 ml | - 1 balanza granataria |
| - 1 balanza analítica | - 1 espátula |
| - 1 matraz aforado 1 l | - 2 matraces aforados 250 ml |
| - 1 pizeta | - 1 mechero |
| - 1 tela de alambre | - 1 tripie |
| - 3 vasos de 400 ml | - 1 agitador |
| - 1 frasco color ámbar | - 1 estufa |
| - 1 desecador | - 2 frascos de plástico |
| - 1 vaso de 100 ml | - 1 probeta de 25 ml |

5.2 REACTIVOS

- | | |
|----------------------------|-----------------------------|
| - KMnO_4 | - agua destilada |
| - CH_3COOH | - CH_3COONa |
| - KH_2PO_4 | - K_2HPO_4 |

EXPERIMENTO "A" . PREPARACION Y ESTANDARIZACION DE UNA SOLUCION DE PERMANGANATO DE POTASIO

Pesar en una balanza granataria 16 g de KMnO_4 , se disuelven en agua y llevar a la marca del aforo en el matraz de un litro. Caliente a baño maría hasta ebullición durante 2 horas. Filtre la solución a través de un filtro de vidrio poroso y envásela en el frasco ámbar al amparo de la luz.

EXPERIMENTO "B" . PREPARACION DE UNA SOLUCION AMORTIGUADORA DE pH = 7

Pesar por separado 4.7 g de K_2HPO_4 y 4.9 g de KH_2PO_4 . Disolver ambas sales en unos 150 ml de agua destilada, colocar esta solución en un matraz de aforo de 250 ml y complete con agua destilada hasta la marca de enrase. Agite enérgicamente, guarde la solución en un envase de plástico.

No olvide etiquetar adecuadamente ambos frascos.

NOTA : No podemos incluir los puntos 6 y 7, ya que estos puntos los evaluaremos más adelante.

8. CUESTIONARIO

- 8.1 Calcule, suponiendo que se obtuvo una solución 0.1 M, la normalidad del KMnO_4 para reacciones en medio ácido y en medio alcalino.
- 8.2 ¿Por qué debemos hervir, cuando menos una hora, la solución de permanganato de potasio?
- 8.3 ¿A qué se debe que la solución buffer de pH 7 sea a base de fosfatos? ¿Qué reactivos emplearía Ud. y por qué?
- 8.4 Investigue las principales propiedades del KMnO_4 .
- 8.5 ¿Qué reactivo se recomienda para estandarizar la solución de KMnO_4 ?

9. BIBLIOGRAFIA

- 9.1 Ramette, R. W. Equilibrio y Análisis Químico. Fondo Educativo Interamericano. México (1983). pp 407-18
- 9.2 Ayres, G. H. Análisis Químico Cuantitativo. Ediciones del Castillo, S. A. Madrid (1970). pp 417-25
- 9.3 VanderWerf, Calvin A., A Consistent Treatment of Oxidation-Reduction, J. Chem. Educ., 25, 547-51 (1948)

PRACTICA No. 12

ESTANDARIZACION Y EMPLEO DE LA SOLUCION REDOX

1. INTRODUCCION

F. A. Descroizilles realizó, en 1788, la primera titulación redox. Añadía fracciones de soluciones de hipoclorito (líquidos clorados de blanqueo) a una solución de índigo - de título conocido- hasta el momento preciso que el índigo se decoloraba. Durante una buena parte del siglo XIX no fue posible disponer de indicadores redox de fin de reacción. En consecuencia, sólo los métodos de permanganimetría y yodometría fueron usados; ya que éstos presentan la ventaja de funcionar como indicadores propios del punto final en las titulaciones.

Se debe a Gay-Lussac el empleo del primer indicador redox. Determinaba soluciones de hipoclorito con ácido arsenioso, en el seno de la reacción se encontraban unas gotas de índigo y éste al decolorarse indicaba la terminación de la valoración.

Margueritte inició la utilización en 1846 de las soluciones de permanganato de potasio para la determinación del hierro. Siendo de ese modo el fundador del método de permanganimetría; que fue después ampliamente estudiado por otros científicos.

Bunsen mostró la determinación de sustancias oxidables y reductibles empleando una solución de yodo-yodurada.

Más adelante se usaron otros métodos entre los que podemos mencionar al dicromato de potasio, bromato de potasio, etc.

2. PROPOSITOS

Introducir al alumno a la práctica de los equilibrios de óxido-reducción. Mostrarle la utilidad de los métodos redox en el trabajo del laboratorio como el de la industria.

3. FUNDAMENTOS TEORICOS

Aprovechamos el gran poder oxidante del manganeso (VII), en forma de permanganato, para ilustrar estas prácticas.

En soluciones ácidas el potencial estándar para el "Mn" es:

$$E^{\circ} \text{Mn(VII)/Mn(II)} = + 1.51 \text{ volts}$$

por lo que, termodinámicamente, puede oxidar al agua:



$$E^{\circ} \text{O(-II)/O(0)} = + 1.23 \text{ volts}$$



Aunque esta reacción es termodinámicamente favorable; la cinética de la reacción es tan lenta que en ausencia de "material reductible" no es apreciable.

El permanganato es un extraordinario agente oxidante, y con la gran ventaja de que el mismo funciona como autoindicador de fin de reacción.

Para poder realizar una titulación redox es necesario cumplir con los requisitos siguientes:

- (a) La reacción debe ser rápida (o instantánea), lo que significa que debe tener una cinética química favorable.
- (b) La reacción debe corresponder exactamente a la estequiometría dada por la ecuación balanceada de la reacción.
- (c) El punto final de la titulación debe ser muy claro y preciso, lo más cercano posible al punto de equivalencia. Aquí, como en los equilibrios ácido-base, podemos recurrir al empleo de indicadores o en algunos casos (como el que utilizaremos) el agente titulante puede ser su propio indicador.

4. INDICACIONES GENERALES

- 4.1 El alumno presentará un resumen sobre la práctica por realizar.
- 4.2 Sea cuidadoso al estandarizar la solución de permanganato, ya que debe realizarse a una temperatura mayor de 60 C.
- 4.3 La lectura del volumen en la bureta debe realizarse en la parte superior del menisco.

5. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

5.1 MATERIAL

- | | |
|-----------------------------------|------------------------|
| - 3 matraces erlenmeyer de 250 ml | - 1 bureta |
| - 1 pipeta volumétrica de 5 ml | - 1 pinzas para bureta |
| - 1 tela de alambre | - 1 pesafiltro |
| - 2 vasos de pptados de 250 ml | - 1 soporte |
| - 1 embudo | - 1 pizeta |
| - 1 espátula | - 1 tripie |
| - 1 mechero | - 1 probeta de 50 ml |
| - 1 vaso de pptados de 100 ml | - 1 termómetro |

5.2 REACTIVOS

- | | |
|--|-------------------------------------|
| - Solución de KMnO_4 | - $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ |
| - $\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ | - agua oxigenada comercial |
| - H_2SO_4 | - agua destilada |

EXPERIMENTO "A" . ESTANDARIZACION DE LA DISOLUCION DE PERMANGANATO DE POTASIO

Pesar, por diferencia, 200 mg de oxalato de sodio (secado previamente en la estufa a 230 C) y disolver en 200 ml de agua destilada. Adicione 10 ml de H_2SO_4 concentrado. Caliente la solución alrededor de los 70 C y añada lentamente la solución de KMnO_4 con la bureta; con agitación constante hasta la aparición de un color rosa pálido que persista por 15 segundos.

La temperatura al finalizar la titulación no debe ser menor de 60 C. Registre el volumen gastado de la solución titulante y repita por triplicado el experimento.

EXPERIMENTO "B" . DETERMINACION DE LA PUREZA EN UNA SAL FERROSA

Pesar cerca de 250 mg de la sal ferrosa, añadir 100 ml de agua destilada y 10 ml de ácido sulfúrico; se diluye hasta un volumen final de 200 ml con agua destilada. Titular con la solución de KMnO_4 , el punto final de la valoración se encuentra cuando permanece, durante un minuto, una coloración débilmente anaranjada. Anote el volumen requerido en la valoración. Repita por triplicado la experiencia.

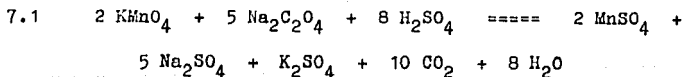
EXPERIMENTO "C" . DETERMINACION DE PEROXIDO DE HIDROGENO EN AGUA OXIGENADA

Medir, con la pipeta volumétrica, 5 ml de la muestra comercial de agua oxigenada. Adicione 20 ml de H_2SO_4 (1:4) y diluya hasta 200 ml. Titule, en frío, con la solución de permanganato de potasio; no agite con fuerza la solución. Continuar la adición del agente titulante hasta que la disolución adquiera una coloración rosa tenue. Apuntar el volumen necesario para alcanzar el punto final. Repetir hasta tener tres registros.

6. REGISTRO Y ORGANIZACION DE LOS DATOS

- 6.1 Escribir la reacción química que se lleva a cabo en el Experimento "A" .
- 6.2 Escribir los resultados del Experimento "A" en forma tabulada y ordenada.
- 6.3 Calcular, en base a sus resultados, la concentración promedio de la solución de permanganato de potasio.
- 6.4 Escribir la reacción efectuada en el Experimento "B" .
- 6.5 Ordene sus resultados en una tabla donde enfatice la pureza resultante en el experimento.
- 6.6 Compare entre la pureza obtenida por experimentación y la reportada en el frasco del reactivo.
- 6.7 Ilustre la reacción efectuada en el Experimento "C" .
- 6.8 Escribir sus resultados en forma tabular. Calcular el porcentaje de peróxido de hidrógeno y obtener su valor promedio.

7. ANALISIS DE LOS RESULTADOS EXPERIMENTALES Y CONCLUSIONES

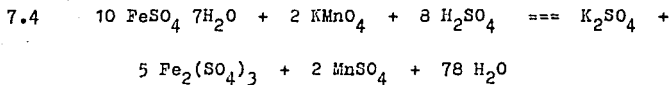


$$\text{masa fórmula } \text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 = 134.00$$

7.2

T A B L A " A "

$\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ mg	V-KMnO ₄ ml	V-CORR ml	KMnO ₄ mol/l
687.3	21.30	21.22	0.0967
483.3	15.10	15.03	0.0960
353.1	11.00	10.96	0.0962

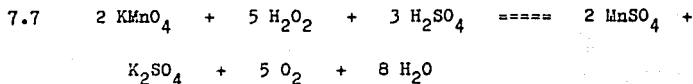
7.3 Concentración promedio : $\text{KMnO}_4 = 0.0963 \text{ M}$ masa fórmula $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} = 278.02$

7.5

T A B L A " B "

$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ mg	V-KMnO ₄ ml	V-CORR ml	SAL FERROSA mg	PUREZA %
622.5	4.56	4.56	610.4	98
329.7	2.45	2.45	327.9	99
357.1	2.70	2.70	361.4	101

- 7.6 Pureza Promedio Experimental = 99.3 %
 Pureza Reportada en Etiqueta = 99.0 %



7.8

T A B L A " C "

V-MUESTRA ml	V-KMnO ₄ ml	V-CORR ml	H ₂ O ₂ mg/ml
5.00	20.50	20.42	33.4
5.00	20.70	20.62	33.8
5.00	20.65	20.57	33.7

Concentración Promedio del Peróxido de Hidrógeno = 33.6 mg/ml

8. CUESTIONARIO

- 8.1 Calcule teóricamente los potenciales en el punto de equivalencia y las constantes de equilibrio para las tres reacciones efectuadas en la práctica.

- 8.2 Para estandarizar la solución de permanganato se calentó ésta; sin embargo, en las determinaciones realizadas no se hizo. ¿Cuáles fueron las causas de esto?
- 8.3 Algunos químicos prefieren, en la determinación de Fe (II), añadir ácido fosfórico. ¿Por qué lo hacen?
- 8.4 Después de leer el artículo del Profesor Worley conteste:
(a) ¿Qué método experimental utiliza para determinar el porcentaje de peróxido de hidrógeno? ¿Qué errores podemos cometer al titular las muestras de agua oxigenada comercial?

9. BIBLIOGRAFIA

- 9.1 Ramette, R. W. Equilibrio y Análisis Químico. Fondo Educativo Interamericano. México (1983). pp 407-18
- 9.2 Ayres, G. H. Análisis Químico Cuantitativo. Ediciones del Castillo, S. A. Madrid (1970). pp 417-20
- 9.3 Worley, J. D. Hydrogen Peroxide in Cleasing Antiseptics., J. Chem. Educ., 60, 678 (1983)

PRACTICA No. 13

PRACTICA DEMOSTRATIVA: ESTIMACION DE UN POTENCIAL
ESTANDAR DE REDUCCION

1. INTRODUCCION

Andrés Manuel del Río (1765-1849) nació en Madrid, llegó a México en 1794. Persona de amplios conocimientos, fue compañero de Alexander von Humbold en la Academia de Minas de Freiberg. En 1801, al analizar un mineral conocido como "plomo pardo", que provenía de Zimapán, descubrió una nueva sustancia metálica a la que denominó "pancromio" debido a la diversidad de colores en sus óxidos; más tarde le llamó "eritronio" por el color rojo de sus sales alcalinas. Sin embargo, un error en su análisis lo llevó a creer que se trataba de cromato de plomo; perdiendo de esta forma el honor de ser reconocido universalmente como el descubridor del vanadio.

Correspondió al investigador sueco N. G. Sefström, discípulo de Berzelius, anunciar el descubrimiento del nuevo elemento al que dió el nombre de Vanadio (en honor de Vanadis, diosa nórdica de la belleza). Esto ocurrió en 1830, 29 años más tarde del trabajo de Andrés Manuel del Río.

F. Wöhler estuvo muy cerca de arrebatarle la gloria al científico sueco.

2. PROPOSITOS

La intención es mostrar experimentalmente la fuerza relativa redox de una serie de agentes oxidantes y reductores. También se ilustra la manera de estimar un potencial estándar de reducción auxiliándose de las tablas de potenciales normales y unas reacciones sencillas.

3. FUNDAMENTOS TEORICOS

Es común, en los textos, clasificar a las especies redox, según su potencial normal de reducción, en una escala de fuerza relativa creciente. Por ejemplo:

$$E^{\circ} (\text{Fe (III)/Fe (II)}) = + 0.77 \text{ v}$$

$$E^{\circ} (\text{Ce (IV)/Ce (III)}) = + 1.70 \text{ v}$$

$$E^{\circ} (\text{Cr (III)/Cr (II)}) = - 0.41 \text{ v}$$

Cr (III)	Fe (III)	Ce (IV)	E
- 0.41	+ 0.77	+ 1.70	volts
Cr (II)	Fe (II)	Ce (III)	

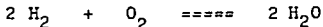
A partir de los valores del potencial normal de reducción (y de la naturaleza de los reactantes, ya que por ejemplo no es creíble una reacción redox entre el Ce (IV) y el Fe (III)) es posible predecir termodinámicamente una reacción. Sin embargo, en ciertos casos no se observa la reacción química redox. Esto es porque cinéticamente la combinación no es favorable, en

este caso se habla de "barreras cinéticas" que influyen en la reacción. Para ilustrar este hecho consideremos a las especies siguientes:

$$E^{\circ} (\text{O}_2 (\text{O}) / \text{O} (-\text{II})) = + 1.23 \text{ v}$$

$$E^{\circ} (\text{H} (\text{I}) / \text{H}_2 (\text{O})) = 0.00 \text{ v}$$

por lo que de acuerdo a la termodinámica es factible la reacción siguiente:



pero en la práctica es tan lenta la reacción (en ausencia de un catalizador, ya que presente éste la reacción es explosiva y violenta) que no vale la pena esperar a registrar tal combinación.

Los valores de los potenciales normales estándar nos permiten predecir la estabilidad relativa de una especie química que posea más de dos números de oxidación.

Todos los conceptos anteriores nos serán de utilidad para interpretar cabalmente los resultados experimentales de la práctica.

4. INDICACIONES GENERALES

- 4.1 Para preparar la solución de sulfato de pervanadilo - $(\text{VO}_2)_2 \text{SO}_4$ - se disuelve el pentóxido de vanadio en ácido sulfúrico diluido.
- 4.2 Es muy importante que tome nota de cada reacción.

5. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

5.1 MATERIAL

- | | |
|---------------------------------|---------------------|
| - 10 tubos de ensaye | - 1 gradilla |
| - 10 vasos de pptados de 100 ml | - 1 pinza para tubo |
| - 1 pizeta | - 1 pipeta de 5 ml |
| - 8 pipetas de 1 ml | - 2 goteros |
| - 1 tripie | - 1 mechero |
| - 1 recipiente metálico | - 1 tela de alambre |

5.2 REACTIVOS

- | | |
|---|--------------------|
| - $(VO_2)_2 SO_4$ 0.05 M en H_2SO_4 1 M | - agua destilada |
| - zinc en polvo | - Na_2SO_3 |
| - ácido oxálico 0.2 M | - $NaNO_2$ |
| - $NaCl$ 0.2 M | - $NaBr$ 0.2 M |
| - solución saturada de cloro | - $NaNO_3$ 0.2 M |
| - solución saturada de bromo | - Na_2SO_4 0.2 M |

EXPERIMENTO "A"

Marque los tubos de ensaye del 1 al 6. En cada uno de ellos coloque 5 ml de la solución amarilla de vanadio (V).

Tubo-1 : Ponga una pequeña cantidad de zinc en polvo, observe y anote la(s) coloración(es) de la solución hasta que ésta ya no varíe perceptiblemente de color.

Tubo-2 : Agregue unos cristales de sulfito de sodio. Observe y anote.

Tubo-3 : Añadir 1-2 ml de ácido oxálico.

Tubo-4 : Colocar 1-2 ml de nitrito de sodio.

Tubo-5 : Agregar 1-2 ml de cloruro de sodio.

Tubo-6 : Añada 1-2 ml de bromuro de sodio.

Para los tubos 3 al 6: ¿Existen cambios en las soluciones?
¿En cuáles?

Caliente los tubos 2 al 6 a ebullición suave, es recomendable utilizar un baño maría. Anote lo sucedido a cada tubo de ensaye.

EXPERIMENTO "B"

A 20 ml de la solución de vanadio (V) adicione un exceso de sulfito de sodio y caliente suavemente hasta que termine el desprendimiento del gas. A continuación divida el volumen de la solución resultante en cuatro porciones iguales. Numere los tubos restantes (7-10).

Tubo-7 : Adicionar, gota a gota, la disolución de cloro saturada. Observe y anote.

Tubo-8 : Agregue gota a gota la solución saturada de bromo. Registre sus observaciones.

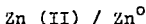
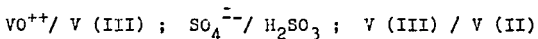
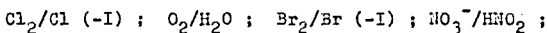
Tubo-9 : Añadir 1-2 ml de la solución de NaNO_3 0.2 M.
¿Qué nota?

Tubo-10 : Coloque 1-2 ml de la solución de Na_2SO_4 0.2 M.
¿Ocurre algo?

Caliente suavemente los tubos en los que no se aprecia cambio alguno en la solución. Anote sus observaciones y apreciaciones.

6. REGISTRO Y ORGANIZACION DE LOS DATOS

6.1 TABLA-1. Potenciales Estándar de Reducción. Elaborar una tabla con los valores de potencial normal de reducción, en forma decreciente para cada uno de los siguientes pares redox (mencione la fuente):



6.2 TABLA-2. Reactividad frente al Vanadio (V). Mostrar en forma tabular los resultados experimentales asociados al Experimento "A".

6.3 De acuerdo a los resultados anteriores, deduzca el valor máximo del potencial normal para el par $\text{V} (\text{V}) / \text{V} (\text{IV})$.

6.4 TABLA-4. Reactividad sobre el Vanadio (IV). Indique en forma de tabla, los resultados de la reacción del $\text{V} (\text{IV})$ con los posibles agentes oxidantes. Esto se realizó durante el Experimento "B"

- 6.5 Establecer el valor mínimo posible del potencial estándar para el par $V(V) / V(IV)$.
- 6.6 Estime, de acuerdo a 6.3 y 6.5, el valor aproximado del potencial normal del par $V(V) / V(IV)$. Compare este valor con el que aparece en las tablas.

7. ANALISIS DE LOS RESULTADOS EXPERIMENTALES

Por desgracia no se nos pudo proporcionar el reactivo más importante para la práctica que es el Vanadio (V). Debido a este hecho no realizamos la experiencia de laboratorio. Sin embargo, sigo pensando que es una Práctica Demostrativa de mucha utilidad para entender los equilibrios redox; de allí mi insistencia en que se quede esta práctica.

8. CUESTIONARIO

- 8.1 Realizar y completar teóricamente el trabajo práctico desarrollado durante esta experiencia. Balancear todas las reacciones, calcular las constantes de equilibrio.
- 8.2 Un litro de solución A se prepara por disolución de 8 g de óxido de vanadio (V) en ácido sulfúrico diluido. 25 ml de la solución A se hierve con un volumen igual de una solución de sulfito de sodio al 10% hasta que termina el desprendimiento de óxido de azufre (IV). La solución restante se titula con permanganato (0.02 M) y se requieren 22.00 ml para oxidar al vanadio a $V(V)$.

En seguida, 5 ml de la solución A se trata con amalgama de zinc en un recipiente cerrado hasta que el color ya no cambia. La capa acuosa se transfiere cuantitativamente a un matraz erlenmeyer que contiene aproximadamente 50 ml de solución de sulfato de hierro (III). La titulación de la solución resultante con permanganato (0.02 M) necesita 13.20 ml. Determine los estados de oxidación del vanadio después de la reducción en los dos casos.

9. BIBLIOGRAFIA

- 9.1 Trifonov, D. N. y Trifonov, V. D. Cómo Fueron Descubiertos los Elementos Químicos. Editorial Mir. Moscú (1984). pp 123-5
- 9.2 Lockemann, Georg Historia de la Química. Tomo II. UTEHA. México (1960). p 39
- 9.3 Wentworth, R. A. D. Estimating the One-Electron Reduction Potential for Vanadium (V) by Chemical Techniques. J. Chem. Educ., 62, (1985), 440-1
- 9.4 Earnshaw, Alan y Harrington, John T. Química de los Elementos de Transición. Serie Oxford de Química. El Manual Moderno. México (1977). pp 119-20

PRACTICA No. 14

POTENCIOMETRIA

1. INTRODUCCION

Pertenece a los denominados Métodos Físico-Químicos de Análisis figura la potenciometría.

La práctica electrométrica (potenciométrica) arranca a finales del siglo XIX y principios del XX. Los trabajos analíticos pioneros fueron realizados por R. Beherend, F. W. Küster y A. Thiel entre 1893-1900; más adelante A. Dutoit (1911) contribuye notablemente al establecimiento de esta metodología. Sin embargo, el desarrollo más amplio ocurre después de finalizar la Primera Guerra Mundial.

Las titulaciones potenciométricas ocuparon en aquella época, y más aún hoy, un lugar preponderante dentro del análisis químico cuantitativo.

Actualmente, tanto en los centros de investigación (Universidades y/o Institutos) como en la práctica industrial es bastante común realizar este tipo de análisis. Probablemente se prefiera, entre otras cosas, por la mayor precisión y exactitud en los resultados, y el menor tiempo en que se realizan las determinaciones (comparado con los métodos tradicionales).

2. PROPOSITOS

Pretendemos que el alumno sea capaz de manejar correctamente el equipo potenciométrico. Asimismo, que pueda establecer la conveniencia de utilizar este método -u otro- para la resolución de problemas específicos.

3. FUNDAMENTOS TEORICOS

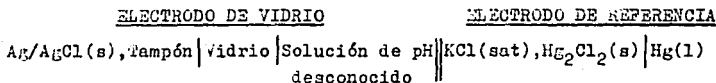
Se conoce que algunos tipos de vidrio, dependiendo de su composición, al ponerse en contacto con las soluciones acuosas son capaces de intercambiar (fijando o cediendo) protones en la interfase. Se considera como si el vidrio fungiera como un intercambiador iónico. Un tipo de vidrio sumamente utilizado es el manufacturado por la Corning Glass Works con el nombre de Corning 015, cuya composición es, en porcentaje de fracción mol, 72.2% de SiO_2 , 6.4% de CaO y 21.4% de Na_2O . El potencial adquirido por la zona superficial, compare con la ecuación de Nernst, del vidrio corresponde a:

$$E_{sv} = 0.0592 \text{ pH} + k \quad \text{---- (1)}$$

En la práctica, un electrodo de vidrio consta de un bulbo de vidrio de paredes delgadas que contiene un electrodo de Ag/AgCl , colocado dentro de una solución amortiguadora de pH conocido. La celda completa queda con un electrodo de referencia, el más utilizado es el electrodo de calomel.

Así, al sumergir y poner en contacto el electrodo de vidrio con una solución de pH desconocido se crea una diferencia de potencial.

De acuerdo al siguiente esquema:



El potencial total de la celda es la suma de los potenciales parciales en cada fase:

$$E = E_1 + E_2 + E_3 + E_4 + E_5 \quad \text{----- (2)}$$

E_1 = es el potencial de electrodo interno plata/cloruro de plata en el cuerpo de la armazón del electrodo de vidrio. Este potencial permanece constante, porque el electrodo está sellado, no habiendo mezcla con la solución externa.

E_2 = es el pequeño potencial desarrollado sobre la superficie interior del vidrio sensible al pH. Es también una constante, porque está siempre en contacto con la solución interior fija.

E_3 = es el potencial establecido en la superficie externa del vidrio que responde al pH, y varía de acuerdo a la ecuación (1), si el vidrio se encuentra en buena forma.

E_4 = es el potencial que se establece necesariamente, cuando la solución de pH desconocido hace contacto con la solución interna del electrodo de referencia por la vía porosa; es el potencial de empalme.

E_5 = es el potencial del electrodo de referencia del calomelano saturado. Es una constante, porque el mercurio está siempre en contacto con la misma solución de relleno.

De tal forma que el potencial toma la forma siguiente:

$$E_{sv} = 0.0592 \text{ pH} + E_k + E_4$$

donde todos los términos constantes se han agrupado en E_k .

Las ventajas del electrodo de vidrio son su exactitud y precisión en los resultados, su uso relativamente fácil, la rapidez con el que se alcanza el equilibrio y su funcionamiento en presencia de agentes oxidantes o reductores, coloides, proteínas, etc.

Las desventajas son su fragilidad, su alto costo y la facilidad con que se raya, esto altera la caída de potencial dando resultados incorrectos.

Los electrodos de vidrio modernos abarcan la mayor parte de la escala de pH.

4. INDICACIONES GENERALES

- 4.1 El alumno debe presentar un escrito claro y breve sobre las prácticas a realizar.
- 4.2 Hacer el estudio teórico de las curvas de titulación: (1) ácido clorhídrico con hidróxido de sodio; y (2) ácido fosfórico con hidróxido de sodio. Considerar, en ambos casos, la concentración inicial del reactivo de 0.0250 M. Elabore la tabla de variación de concentraciones de las especies químicas que participan en cada una de las reacciones. Calcule el pH para puntos claves en las titulaciones.

- 4.3 Trazar en una hoja de papel milimétrico la curva teórica (pH vs volumen de sosa añadido). No tomar en cuenta el efecto de dilución. Suponga que se dispone de 100 ml de cada ácido y que la concentración de la sosa es de 0.1 M.
- 4.4 Esta práctica se trabajará en equipos de 2 o 3 personas.
- 4.5 El equipo de trabajo es delicado. Tome en cuenta que el electrodo de vidrio es frágil y sumamente costoso.
- 4.6 La experiencia de laboratorio consta de dos sesiones de trabajo. En la primera se llevarán a cabo los experimentos "A" y "B". Los experimentos "C" y "D" se realizarán en la segunda sesión.

5. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

5.1 MATERIAL

- | | |
|-----------------------------------|------------------------|
| - 1 bureta de 50 ml | - 1 pinza para bureta |
| - 1 soporte | - 1 embudo |
| - 4 vasos de optados de 250 ml | - 1 pizeta |
| - 1 pipeta volumétrica de 25 ml | - 1 pH-metro |
| - 1 electrodo de vidrio combinado | - 1 agitador magnético |

5.2 REACTIVOS

- | | |
|--------------------------|--|
| - Solución de HCl | - Solución de H_3PO_4 |
| - Solución de NaOH | - Soluciones amortiguadoras de pH = 4 y pH = 7 |
| - Indicadores ácido-base | |
| - Bebida de cola | - Solución de ácido monoprótico |

Antes de realizar la práctica es necesario preparar el equipo de potenciometría. Cedo el escrito al Profesor Alain Queré que nos informa sobre:

"PREPARACION DEL EQUIPO POTENCIOMETRICO ANTES DE LA TITULACION"

Antes de utilizar un equipo potenciométrico para la determinación del pH, es necesario efectuar las conexiones necesarias y calibrar el equipo constituido por el "pH-metro" y sus electrodos. Esta calibración que se denomina frecuentemente "estandarización del pH-metro", consiste en ajustar la lectura del medidor potenciométrico en el valor de pH conocido de un patrón constituido por una solución reguladora de pH preparada para este efecto, en la que se sumergen los electrodos.

-1- La extremidad del cable del electrodo de vidrio combinado consta de dos clavijas. La de mayor tamaño, se conecta al potenciómetro en la entrada designada por la palabra "GLASS" ejerciendo una ligera presión y se sujeta mediante el tornillo colocado para este efecto.

La clavija de menor tamaño se conecta en la entrada designada por "Ref."

Nota: Antes de efectuar estas conexiones, el electrodo debe estar sujetado después de introducirlo en su lugar previsto en el soporte situado en la parte lateral del potenciómetro.

-2- La perilla de selección de funciones "pH o mV" se coloca en la posición "pH" y se sitúa la escala de corrección de temperatura en la lectura de 20 C.

-3- Con la perilla de selección de funciones "OFF, STD BY, READ", en la posición "OFF", se controla que la aguja del medidor indica la lectura 7.00 . De no ser el caso, debe llamarse al profesor para que efectúe el ajuste apropiado (denominado ajuste del cero mecánico). A continuación puede conectarse a la red el enchufe del cable de alimentación eléctrica del potenciómetro.

-4- La perilla señalada en el paso anterior se posiciona en "STD BY".

-5- Se afloja el tornillo del soporte del electrodo que permite su deslizamiento vertical sobre la varilla. Con precaución, el soporte del electrodo se mueva hasta que el bulbo y un centímetro del cuerpo del electrodo estén sumergidos en la solución reguladora de pH conocido suministrada por el asesor. Nota: Se recomienda enjuagar el cuerpo y el bulbo del electrodo con agua destilada, mediante la pizeta, antes de sumergir el electrodo en la solución reguladora de pH. El agua adherida al electrodo se seca con precaución mediante un pedazo de papel absorbente limpio.

-6- La perilla señalada en el paso -3- se coloca en la posición "READ" (lectura).

-7- La perilla "STANDARDIZATION" se desbloquea y se gira hasta que la aguja del medidor marque el mismo valor que el pH de la solución reguladora utilizada. Se espera unos minutos para asegurarse que el equilibrio entre el electrodo y la solución reguladora no está sujeto a fluctuaciones. La misma perilla se vuelve a bloquear.

-8- La perilla de selección de funciones se regresa a la posición "STD BY". El electrodo se retira de la solución amortiguadora de pH y se enjuaga de nuevo con agua destilada y luego se seca con un pedazo de papel absorbente limpio.

En este momento, el equipo potenciométrico está listo para efectuar mediciones de pH.

Nota: es importante subrayar que la perilla de selección de funciones siempre debe estar en la posición "STD BY" antes de retirar el electrodo de la solución en la que se encuentra sumergido.

EXPERIMENTO "A" . TITULACION POTENCIOMETRICA DE UN ACIDO FUERTE CON UNA BASE FUERTE

Continuando con el escrito del Profesor Queré:

-1- En un vaso de precipitado de 250 ml, se transfieren, con una pipeta volumétrica, 25 ml de la solución patrón de HCl preparada y normalizada (durante las Prácticas 5 y 6). La misma pipeta se enjuaga con agua destilada y se descartan los enjuages. Con esta pipeta se transfieren tres volúmenes de 25 ml de agua destilada al vaso de precipitado de manera que el volumen total esté igual a 100 ml.

-2- Tomando precauciones de no producir salpicaduras, se introduce la barra magnética en el vaso de precipitado. (Se deja deslizar sobre la pared inclinada del vaso).

-3- El vaso de precipitado se coloca centrado sobre el agitador magnético. (Se verifica previamente que la perilla de control de velocidad de agitación está en cero). El enchufe del cable de alimentación eléctrica del agitador se conecta a la red.

-4- Con precauciones, se sumerge el electrodo combinado en la solución ácida a titular. Se controla que el contacto líquido de la referencia externa se encuentre por debajo del nivel de la solución a titular. También se controla que la parte inferior del bulbo de vidrio esté situada en un nivel en que no se corran riesgos de que la barra magnética pueda golpearla.

-5- La perilla de selección de funciones se coloca en la posición "READ", lo cual permite registrar el pH inicial de la solución a titular.

Nota: No es necesario regresar la perilla en la posición "STD BY" durante todo el tiempo de la titulación, aún cuando no se efectúen lecturas.

-6- La bureta se llena con la solución de sosa patrón preparada y normalizada (durante la Práctica 6). Se efectúa el ajuste del nivel a cero y se controla que no se encuentren burbujas de aire presentes en el cuerpo de la bureta.

-7- Antes de empezar la titulación, se añaden dos gotas del indicador adecuado (ver resultados de la Práctica 7) a la solución de HCl. Se registra el color de la solución.

-8- Se procede a titular con la solución de sosa. Se controla que la punta de la bureta no esté situada a un nivel mayor de 3 a 4 cm arriba de la superficie de la solución a titular de

manera que la caída del reactivo titulante no provoque salpicaduras. Durante la titulación, se ajusta la velocidad de agitación de manera que su intensidad esté moderada sin ser muy lenta (aproximadamente posición 3 de la perilla de ajuste de velocidad del agitador).

El volumen de sosa a gastar para alcanzar el punto de equivalencia es conocido desde la Práctica 6. Si las dos soluciones tienen una concentración muy cercana a 0.10 N, este volumen debe ser aproximadamente igual a 25 ml.

En este caso, desde el principio de la titulación se añaden incrementos iguales a dos mililitros y después de cada uno de ellos, se espera 15 a 20 segundos y se registra el valor de pH leído. (Al principio de la titulación la variación de pH es muy pequeña).

Cuando se observa que entre dos incrementos sucesivos de dos ml, la variación de pH es de 0.2 unidad, se va reduciendo el volumen de los incrementos siguientes a 1 ml.

Cuando se observa que el incremento de pH entre dos adiciones sucesivas de 1 ml es mayor o igual a 0.3 unidad, se reduce el volumen del incremento siguiente de sosa añadida.

Por lo que se refiere al color de la solución, debe registrarse a partir de qué momento se observa un cambio y hasta qué momento el nuevo color alcanzado deja de variar.

A partir del momento que el pH es del orden de 3, las adiciones deben hacerse gota a gota, leer el volumen de titulante gastado con estimación del centésimo de mililitro (usar la cartulina) y registrar el pH después de la adición de cada gota.

Cuidado: en la vecindad del punto de equivalencia, la variación de pH es muy rápida y el equilibrio de potencial del electrodo de vidrio se alcanza más lentamente. En el intervalo de pH comprendido entre pH=5 y pH=9, las lecturas de pH pueden llegar a ser difíciles de realizar por lo cual no debe perderse tiempo esperando que se alcance el equilibrio. Después de pasar de pH=10, el volumen de los incrementos de sosa añadida puede ir aumentando paulatinamente. Después de pasar pH=11, los incrementos pueden tener un volumen de 2 a 3 ml, hasta que el volumen total de sosa gastada alcance los 50 ml.

Observación: durante la titulación se registran en el cuaderno de laboratorio los datos sucesivos de volumen gastado y pH correspondiente después de cada incremento de sosa añadida. Al mismo tiempo, uno de los miembros del equipo de trabajo debe llevar las lecturas efectuadas a la gráfica $\text{pH} = f(\text{ml sosa})$, de manera que el control del volumen de los incrementos sucesivos se efectúe más fácilmente.

-9- Al terminar la titulación se regresa la perilla de control de funciones en la posición "STD BY", se levanta el electrodo y se enjuaga con agua destilada mediante la pizeta; se seca con papel absorbente limpio, se retira el vaso de precipitado del agitador magnético, se retira la barra magnética del vaso y se enjuaga con agua destilada.

La solución que se acaba de titular puede descartarse.

En este momento, es aconsejable efectuar un control de la calibración del equipo potenciométrico utilizando de nuevo la solución reguladora de pH conocido.

Repetir nuevamente el Experimento "A".

EXPERIMENTO "B" . TITULACION POTENCIOMETRICA DE UN
ACIDO POLIPROTICO

-1- En un vaso de precipitado de 250 ml, se transfieren 25 ml de la solución de ácido fosfórico mediante la pipeta volumétrica.

La pipeta volumétrica se enjuaga con agua destilada y se transfieren 3 volúmenes de 25 ml de agua destilada a la misma solución de ácido fosfórico.

-2- Se siguen las instrucciones -2- a -4- del procedimiento anterior.

-3- Se añaden 2 gotas del indicador mezclado verde de bromocresol-anaranjado de metilo (se registrarán los cambios de color observados durante la titulación hasta que se alcance el primer punto de equivalencia y que se añada un exceso de sosa titulante no mayor de 2 ml).

-4- Se procede a titular con la solución de sosa siguiendo las instrucciones del inciso -8- de la práctica anterior. Después de pasar el primer punto de equivalencia por adición de aproximadamente dos ml de sosa, se añaden dos gotas del indicador mezclado azul de timol-fenolftaleína (1:3) y se sigue observando y registrando los nuevos cambios de color hasta que se alcance y pase ligeramente el segundo punto de equivalencia. La adición de sosa se detiene al alcanzar un volumen total de 50 ml (o más, dependiendo de las concentraciones).

EXPERIMENTO "C" . DETERMINACION DEL pKa DE UN ACIDO
DEBIL MONOPROTICO

- (1) El profesor le proporcionará, en un vaso de precipitado de 250 ml, una muestra de un ácido monoprotico débil desconocido.
- (2) Conservando los linesmientos de las titulaciones anteriores, proceda a valorar la solución del ácido débil.
- (3) No es necesario emplear un indicador en esta titulación.

Notas:

- (a) Elaborar una tabla donde aparezcan los siguientes datos:
V-NaOH pH
- (b) Elegir tres parejas de valores, los que usted quiera, y proceda a calcular la "función de formación" (\bar{n}).
- (c) Estime, conociendo " \bar{n} ", el valor de la constante de equilibrio de acidez (K_a).
- (d) Repetir el experimento.

Para contestar los incisos (b) y (c) es necesario revisar el artículo del Profesor Carlos Castillo (ver BIBLIOGRAFIA).

EXPERIMENTO "D" . DETERMINACION DE ACIDO FOSFORICO
EN BEBIDAS DE COLA

Nota: Al inicio de la sesión de laboratorio, ponga a ebullición 100 ml de su muestra de bebida de cola (aproximadamente 20 minutos).

(1) Siga las instrucciones dadas en el EXPERIMENTO "B", tanto en aquella determinación como en ésta se desea conocer la cantidad de ácido fosfórico presente en la solución. No es necesario que utilice indicadores.

(2) Repetir nuevamente la experiencia.

6. REGISTRO Y ORGANIZACION DE LOS DATOS

6.1 Para los Experimentos "A" y "B" :

6.1.1 Presentar los resultados, por separado, en forma tabular y gráfica en ambos experimentos.

6.1.2 Anotar los volúmenes en los cuales se dió el vire de color en los indicadores utilizados en la práctica.

6.1.3 Encontrar el punto de equivalencia práctico (se puede determinar usando la técnica de las pendientes o cualquier otro). Comparar con el volumen teórico.

6.2 Experimento "C"

6.2.1 Ordenar los datos experimentales en la tabla siguiente:

V-NaOH	pH	ñ	Ka	pKa
--------	----	---	----	-----

Recordar que debe elegir tres pares de resultados.

6.2.2 Obtener el promedio del valor de pKa.

6.3 Experimento "D"

6.3.1 Representar los datos obtenidos en forma gráfica.
pH vs volumen de sosa añadida.

6.3.2 Determine los dos puntos de equivalencia y calcule la concentración de ácido fosfórico en su bebida de cola.

NOTA : Estas prácticas fueron las últimas que realizamos, ya que el equipo potenciométrico estuvo disponible hasta el final del semestre.

Por desgracia, abrieron el carro donde teníamos el material y el cuaderno de resultados de prácticas de laboratorio; mismos que se los llevaron.

No nos fue posible repetir los experimentos porque el equipo potenciométrico sería revizado.

8. CUESTIONARIO

- 8.1 Realizar un esquema del electrodo de vidrio.
- 8.2 ¿Qué otras alternativas se presentan (elección de los electrodos) para la determinación de la acidez?
- 8.3 ¿Existe una diferencia significativa entre determinaciones por medio de indicadores y potenciométricamente?
- 8.4 Desgloce, paso a paso, las ecuaciones que emplea el Profesor Castillo y sus colaboradores para determinar el pKa de un ácido débil monoprótico.
- 8.5 ¿Qué sustancias pueden interferir en la determinación exacta y correcta de la cantidad de ácido fosfórico presente en las bebidas de cola?

9. BIBLIOGRAFIA

- 9.1 Queré, Alain Laboratorio de Química Analítica II. Manual de Prácticas. México (1983). pp 43-47
- 9.2 Castillo, C. S. et al An Alternative Method for the Determination of pKa. J. Chem. Educ., 61, 1067 (1984)
- 9.3 Murphy, J. Determination of Phosphoric Acid in Cola Beverages. J. Chem. Educ., 60, 420-1 (1983)
- 9.4 Ramette, R. W. Equilibrio y Análisis Químico. Fondo Educativo Interamericano. México (1983). pp 369-80

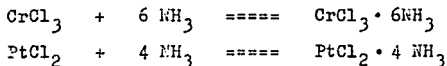
PRACTICA No. 15

DETERMINACIONES COMPLEJIMETRICAS

1. INTRODUCCION

Los cimientos que constituyen la edificación de la química de los compuestos de coordinación (complejos) fueron creados por Alfred Werner. Este científico (Premio Nobel de Química en 1913) pudo explicar satisfactoriamente varios resultados experimentales que mantenían confundidos a los químicos de aquella época (finales del siglo XIX).

Muchos elementos químicos presentaban "valencias fijas", por ejemplo el sodio y el potasio tienen como valencia (+1); en los halógenos -cloro, bromo, yodo y flúor- es de (-1); en oxígeno (-2). Algunos elementos tenían dos o más valencias; tal es el caso del cobre (+1) o (+2); el cobalto (+2) o (+3), etc. Este concepto era la base para determinar la proporción en la cual se encuentran presentes los elementos para formar un compuesto químico. Así, en los compuestos NaBr y KI la proporción de metal a halógeno es uno a uno (1:1), mientras que el cloro puede reaccionar con el cobalto para formar CoCl_2 en relación (1:2) o CoCl_3 en relación (1:3). Estas valencias se conocían como "valencias primarias". Sin embargo, se conocían algunos compuestos que no obstante tener sus valencias completas eran capaces de adicionar algunas moléculas de amoníaco:

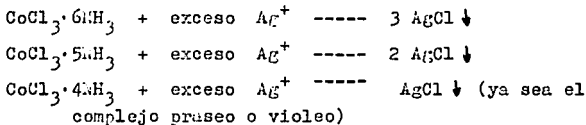


Un suceso experimental que llamo la atención de Werner era el hecho de que se habían sintetizado cuatro complejos de cloruro de cobalto (III) con amoníaco:

COMPLEJO	COLOR	NOMBRE ORIGINAL
$\text{CoCl}_3 \cdot 6\text{NH}_3$	Amarillo	Complejo lúteo
$\text{CoCl}_3 \cdot 5\text{NH}_3$	Púrpura	Complejo purpúreo
$\text{CoCl}_3 \cdot 4\text{NH}_3$	Verde	Complejo praseo
$\text{CoCl}_3 \cdot 4\text{NH}_3$	Violeta	Complejo violeo

Observe que existen dos compuestos con la misma fórmula molecular, $\text{CoCl}_3 \cdot 4\text{NH}_3$, pero tienen diferentes propiedades; por ejemplo, la diferencia en el color.

Si a los complejos anteriores se les añade nitrato de plata muestran variaciones considerables.



Esto indica que cada compuesto tenía un número diferente de aniones cloro ionizables.

Werner concluye, a partir de estos resultados experimentales que el cobalto muestra una "valencia secundaria" de seis (la terminología actual para valencia primaria y secundaria es número de oxidación y número de coordinación respectivamente),

y proporciona la fórmula química para estas sales como:
 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6] \text{Cl}_3$, $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}] \text{Cl}_2$, $[\text{Co}(\text{NH}_3)_4\text{Cl}_2] \text{Cl}$.

Otra contribución de suma importancia fue la de designar correctamente la estereoquímica de los complejos para números de coordinación 4 y 6.

En cuanto a la aplicación en las determinaciones analíticas, G. Schwarzbach fue el primer químico en titular cationes metálicos auxiliándose de ciertos quelatos e introduciendo los indicadores metalocrómicos (murexide).

2. PROPOSITOS

Existe la intención de que el alumno ponga en juego gran parte de lo que ha hecho y aprendido durante el semestre. En esta que puede ser la última práctica se le pide que prepare soluciones, estandarice y determine un problema; todo esto en una sola sesión de laboratorio. Pensamos que el alumno ha adquirido la habilidad (intelectual y manual) necesaria para cumplir con éxito los propósitos de la práctica.

3. FUNDAMENTOS TEORICOS

Dentro de las titulaciones complejimétricas podemos distinguir varios tipos:

- (1) Titulación directa.
- (2) Titulación por sustitución.
- (3) Titulación por retroceso o indirecta.
- (4) Titulación indirecta.

Al unirse químicamente un átomo o un ion metálico con un anión o una molécula polar (ligando) se forma un "complejo". Si este ligando interactúa con un solo par electrónico recibe el nombre de monodentado; si participa con dos pares de electrones se denomina bidentado y así sucesivamente.

Si el enlace entre el metal y el ligando produce un complejo cíclico heteroatómico, entonces el anillo formado es llamado quelato. Para que se de el proceso de quelación es necesario que el ligando sea cuando menos bidentado.

Los ácidos aminopolicarboxílicos, conocidos como complexonas son agentes quelantes con un extenso uso en diversos campos de la química pura y aplicada.

Una complexona que se emplea comúnmente en química analítica es la sal disódica del ácido etilendiaminotetracético (EDTA, por sus siglas en inglés).

El EDTA es un ligando hexadentado y la estequiometría del complejo metal-EDTA es octaédrica en la gran mayoría de los casos. La utilidad práctica del EDTA se manifiesta en su capacidad de formación de complejos estables y solubles en agua con la mayoría de los iones metálicos. Además, la estequiometría de la reacción es, en casi todas las reacciones, de uno a uno (1:1).

Es indispensable indicar que el EDTA (simbolizado H_4Y) es un ácido con cuatro protones ionizables; razón por la cual las titulaciones deben realizarse a un pH determinado (dependiendo del catión a titular). A continuación se dan los valores de sus constantes de ionización (pKa).

H_4Y 2.0 H_3Y 2.67 H_2Y 6.16 HY 10.26 Y
se han omitido las cargas eléctricas.

4. INDICACIONES GENERALES

- 4.1 Presentar, en el cuaderno de laboratorio, un resumen del trabajo experimental en esta práctica.
- 4.2 Mientras se seca y se enfría la sal disódica del EDTA, los equipos prepararán las siguientes disoluciones:
 - (a) NaOH al 40%.
 - (b) Solución amortiguadora de pH igual a 10.

5. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

5.1 MATERIAL

- | | |
|---------------------------------|---------------------|
| - 3 matraces erlenmeyer 200 ml | - 1 bureta de 50 ml |
| - 1 pipeta volumétrica de 10 ml | - 1 soporte |
| - 1 balanza analítica | - 1 pesafiltros |
| - 1 pinza para bureta | - 1 desecador |
| - 1 estufa de calentamiento | - 1 espátula |
| - 1 matraz aforado de 1000 ml | - 1 pizeta |
| - 2 vasos de pptados | - 1 pipeta de 10 ml |
| - 1 matraz aforado de 100 ml | - 1 gotero |
| - 1 probeta de 25 ml | |

5.2 REACTIVOS

- sal disódica del EDTA
- ácido clorhídrico 1 M
- eriocromo negro-T
- carbonato de calcio
- agua desionizada
- murexide

EXPERIMENTO "A" . PREPARACION Y ESTANDARIZACION DE UNA SOLUCION DE EDTA

Pesar, por diferencia, alrededor de 16 g de la sal disódica del EDTA dihidratado (masa fórmula = 372.248) previamente desecado a 80 C y disolver hasta un litro con agua desionizada, la solución debe ser cercana a 0.04 M.

Pesar, por diferencia, con exactitud, y por triplicado, muestras de 100 a 120 mg de carbonato de calcio puro. Colocar las muestras en matraces erlenmeyer. Añadir 10 ml de agua destilada y después ácido clorhídrico 1 M gota a gota hasta que se disuelva el precipitado. Diluir con agua destilada a unos 75 ml. Agregue 1 ml de NaOH al 40% y el indicador murexide. Titular la solución recién preparada con la disolución de EDTA hasta el vire de color rojo a violeta.

EXPERIMENTO "B" . DETERMINACION DE LA DUREZA DEL AGUA

El profesor le asignara una muestra a cada alumno. Las muestras deben aforarse a 100 ml con agua destilada, agite para homogeneizar la solución.

Primera Parte : Determinación de Calcio y Magnesio

Tome una alícuota de 10 ml con la pipeta volumétrica. Diluya con agua destilada hasta 50 ml. Añada 20 ml de la disolución reguladora de pH 10 y el indicador eriocromo negro-T. Titule cuidadosamente con la solución de EDTA hasta el vire de vino a azul.

Segunda Parte : Determinación de Calcio

Coloque una alícuota de 10 ml, medidos con la pipeta volumétrica, en un matraz erlenmeyer. Diluir con agua destilada y agregar 5 ml de NaOH al 40% y el indicador murexide. Titule con la solución de EDTA hasta el vire del indicador.

Repetir ambas determinaciones

6. REGISTRO Y ORGANIZACION DE LOS DATOS

- 6.1 Escribir las masas fórmula de la sal disódica dihidratada del EDTA, así como la del carbonato de calcio.
- 6.2 Anotar la cantidad exacta pesada de la sal del EDTA.
- 6.3 Ilustrar sus resultados en forma tabular de la estandarización del EDTA. Calcule el promedio.
- 6.4 Presentar los resultados de dureza total, en forma de carbonatos, presente en la muestra de agua.
- 6.5 Anotar, en una tabla, los valores de la dureza debida unicamente al carbonato de calcio. Empleando el valor obtenido en 6.4, determine la dureza magnésica.

7. ANALISIS DE LOS RESULTADOS EXPERIMENTALES Y CONCLUSIONES

7.1 masa fórmula $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \cdot 2\text{H}_2\text{O} = 372.248$

masa fórmula $\text{CaCO}_3 = 100.09$

7.2 masa exacta pesada de $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \cdot 2\text{H}_2\text{O} = 15.9573 \text{ g}$

7.3

T A B L A A

M- CaCO_3	V-EDTA	V-CORR	EDTA
mg	ml	ml	mol/l
150.0	35.80	35.75	0.0419
115.7	27.30	27.22	0.0425
123.0	29.45	29.40	0.0418

Valor Promedio EDTA = 0.0421 M

7.4

T A B L A B - 1

MUESTRA	V-EDTA	V-CORR	DUREZA TOTAL
ml	ml	ml	mg CaCO_3
10.00	10.50	10.46	44.2
10.00	10.65	10.61	44.7

7.5

T A B L A B - 2

MUESTRA	V-EDTA	V-CORR	DUREZA CaCO ₃
No	ml	ml	mg
1	4.75	4.75	20.0
2	4.80	4.80	20.2

Dureza cálcica = 20.1 mg CaCO₃

Dureza magnésica = 20.5 mg MgCO₃

Dureza cálcica = 2010 ppm

Dureza magnésica = 2050 ppm

NOTA : La solución problema se preparó pesando 1 g de cada sal (carbonato de calcio y de magnesio) y se aforó a 50 ml. Teóricamente, tendremos una concentración de:

calcio = 20 mg

magnesio = 20 mg

8. CUESTIONARIO

- 8.1 De acuerdo al modelo ácido-base propuesto por Lewis. ¿Qué es un complejo?
- 8.2 Busque la fórmula molecular de los indicadores utilizados. Escriba el valor de la constante de formación del indicador con cada ion metálico y compare este valor con el de la constante de formación catión-EDTA.
- 8.3 ¿Por qué en la determinación de la dureza del agua se trabaja a dos diferentes valores de pH?
- 8.4 ¿Por qué es importante conocer la "dureza" del agua?
- 8.5 ¿Aproximadamente con cuántos iones metálicos puede reaccionar el EDTA?

9. BIBLIOGRAFIA

- 9.1 Huheey, J. E. Química Inorgánica: Principios de Estructura y Reactividad. Segunda Edición. Harla. México (1981). pp 353-62
- 9.2 Ramette, R. W. Equilibrio y Análisis Químico. Fondo Educativo Interamericano. México (1983). pp 459-62
- 9.3 E. Merck, Métodos Complexométricos de Valoración con Titriplex. Tercera Edición. Darmstadt
- 9.4 Ringbom, A. Formación de Complejos en Química Analítica. Editorial Alhambra, S. A. Madrid (1979)

C A P I T U L O 4

C O N C L U S I O N E S

" Me faltan cerca de 300 m para completar mi primer MARATON. He terminado muy atrás de los líderes en la competencia, pero nadie puede decir que no sea ganador. Quienes corremos por diversión queremos correr para siempre, y ésta es la mayor victoria. "

Raymundo René Ruiz Aguirre

Después de leer, por enésima vez, el Programa de Laboratorio quedan algunas sensaciones dentro de mí. Por una parte, creo que estuvo muy bien estructurado y con una secuencia lógica en el orden de las prácticas. Por la otra, siento que pudo haber quedado mejor; tal vez más prácticas demostrativas o planeación de prácticas no tan comunes en nuestro medio.

Quedé insatisfecho por no poder realizar una titulación redox potenciométrica.

En cuanto a la metodología de la enseñanza, pienso que se cumplió totalmente con las metas: (a) trabajos experimentales dirigidos en equipo, y (b) experimentos demostrativos realizados por los profesores (Documento T-01, pp 19-20).

Para mí lo más importante fue conocer los resultados, a mediano y largo plazo, obtenidos por el grupo piloto. El tiempo transcurrido me ha mostrado que los integrantes del grupo que me auxilió (Paty, Ramón e Iván) pudieron destacar individualmente en asignaturas (sesiones experimentales) posteriores a este trabajo.

Me sentí muy satisfecho cuando pude comprobar, en más de una ocasión, el elogio dirigido a mis colaboradores por parte de los profesores de laboratorio.

Considero que el objetivo principal se cumplió cabalmente; y esto es un motivo de satisfacción personal.

La modestia me impide hacer más comentarios acerca de este trabajo.

P O S T S C R I P T U M

El trabajo de tesis se inició en el segundo semestre de 1986. Principiamos por recopilar toda la información posible. El desarrollo del Programa de Laboratorio se dió durante 1987.

Al dar comienzo este programa supusimos que la asignatura de Química Analítica I (Equilibrios Químicos Simples en Fase Homogénea) constaría de tres horas de clase de teoría y cuatro horas en el laboratorio (por semana).

Debido a cuestiones personales (situaciones laborales) el trabajo de tesis quedó "congelado" por algún tiempo. Menciono esto porque existe actualmente un Manual de Prácticas para dicha asignatura.

Es inevitable, pues, tomar en cuenta este hecho para poder establecer semejanzas entre ambos trabajos.

Al basarnos en el mismo Programa de Teoría y entender que existen prácticas indispensables para el desarrollo posterior de cualquier Programa de Laboratorio, nos llevó a proponer prácticas parecidas; no iguales, porque cualquier lector atento podrá percibir la "filosofía" de cada manual.

No es el lugar, ni soy la persona adecuada, para establecer una crítica y/o comparación entre ambas propuestas prácticas.

Me gustaría, sin embargo, que realizando los ajustes necesarios (ya que por el número de prácticas -12- supongo que finalmente sólo se da una sesión de laboratorio de 2 horas) en esta propuesta, se sometiera a la realización práctica y poder

establecer un parámetro de funcionalidad y valor pedagógico.
Pero no está en mis manos el lograr este deseo.