

A

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

INTEGRACION DE LOS CURSOS DE ANALISIS
EN EL COLEGIO DE BACHILLERES



377
F. Q.
C. A. S. C.

T E S I S P R O F E S I O N A L
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE
Q U I M I C O

PRESENTA

MAGDALENO RIOS CARVAJAL



Universidad Nacional
Autónoma de México



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 esta 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.

TESIS 1978
M.T. ~~370~~ 364

FECHA _____
PROC. _____
S. _____



JURADO ASIGNADO ORIGINALMENTE

PRESIDENTE	PROFR. ALICIA BENITEZ DE ALTAMIRANO
VOCAL	PROFR. ALBERTO OBREGON PEREZ
SECRETARIO	PROFR. CARLOS ROMO MEDRANO
1er. SUPLENTE	PROFR. MARTHA RODRIGUEZ PEREZ
2o. SUPLENTE	PROFR. MERCEDES MEIJUEIRO MOROSSINI

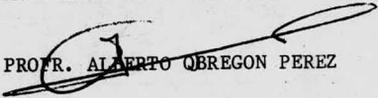
Sitio donde se desarrolló
el Tema

COLEGIO DE BACHILLERES

Sustentante

MAGDALENO RIOS CARVAJAL

Asesor del Tema:


PROFR. ALBERTO OBREGON PEREZ

A la memoria de mi padre Tomás Ríos.

A mi madre Raquel y a mi hermana Paula por el
afecto y apoyo que siempre me han brindado.

A mis hermanos.

A mis maestros

Mi reconocimiento amplio al Colegio de Bachilleres
por su contribución en mi desarrollo profesional.

A mis amigos.

INTRODUCCION.

El Colegio de Bachilleres fue creado como una respuesta del Estado a la creciente demanda estudiantil por educación de nivel medio superior, y a la necesidad que confronta la juventud mexicana de capacitarse profesionalmente, para responder a los requerimientos que plantea el desarrollo económico, social y cultural de la nación.

Esta institución constituye un nuevo sistema de educación, que ofrece en forma paralela a la formación académica e intelectual propia del Bachillerato, el dominio de técnicas y destrezas para el ejercicio de una actividad especializada y productiva socialmente útil. Para el logro de esta última finalidad se creó el CENTRO DE CAPACITACION PARA EL TRABAJO, CECAT, con los siguientes objetivos:

1. Contribuir eficazmente en la tarea de formación de recursos humanos de nivel medio, para las actividades económicas del país, en particular, las del sector servicios.
2. Enseñar a los jóvenes, conocimientos técnicos y desarrollar aptitudes y habilidades para el ejercicio de una carrera técnica socialmente útil.
3. Destacar la importancia de la técnica y promover el espíritu de trabajo en los jóvenes, desarrollando en ellos hábitos de responsabilidad social, mediante la vinculación del estudio y la teoría, con la práctica y con la realidad laboral.
4. Proporcionar al alumno la alternativa de una salida terminal en la que pueda optar por: continuar estudios superiores y/o aplicar los conocimientos y la capacitación adquiridos, en un trabajo productivo.
5. Ofrecer al alumno la posibilidad real de encontrar una ocupación remunerada satisfactoriamente, que le permita contar con ingresos propios para sufragar sus estudios superiores y/o ayudar a su familia.

6. Dar a conocer en el medio empresarial esta labor educativa y proyectar la imagen de los alumnos egresados.

Dentro de las carreras técnicas propuestas por el CECAT, se encuentra la del Técnico Laboratorista Químico. En ésta área se imparten los cursos de Análisis en el 4°, 5°, y 6° semestre respectivamente.

Por primera vez el Análisis Químico es proporcionado al alumno a un nivel medio superior. En este trabajo de tesis se incluye los fundamentos teóricos y prácticas a realizar tanto en el plantel como en la industria, de las Técnicas de Análisis I, II y III.

Para complementar estos cursos, se han planeado visitas y prácticas en las diferentes industrias.

Es importante señalar, que para poder adiestrar al participante en estos cursos, se necesita el apoyo o la infraestructura que se crea, a través de los conocimientos adquiridos en el área académica en las siguientes asignaturas: Química, Física, Matemáticas y Biología.

Objetivos de Técnicas de Análisis Químico I.

- Conocer las características y uso del material y equipo que se utiliza en el análisis químico cualitativo.
- Trabajar en el laboratorio observando las medidas de seguridad y disciplina necesarias para evitar riesgos, siniestros o bien, daños en los equipos y materiales.
- Adquirir destrezas y conocimientos de las técnicas de análisis químico cualitativo.
- Conocer y practicar la formulación de reportes de los análisis efectuados.

Objetivos de Técnicas de Análisis Químico II.

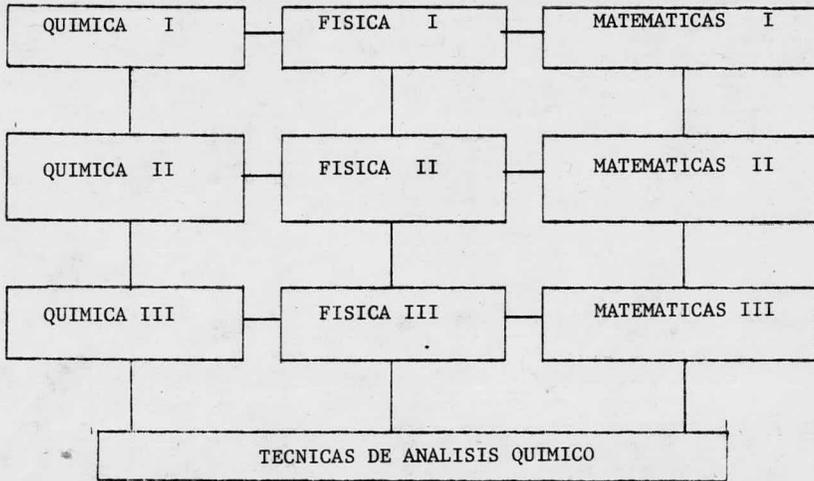
- Conocer las características y el uso de material, equipo y aparatos que se utilizan en la determinación cuantitativa de una muestra de materiales o productos.
- Conocer y practicar las medidas de seguridad y disciplina necesarias durante la realización del trabajo en el laboratorio.
- Adquirir habilidad para aplicar las técnicas adecuadas en la determinación cuantitativa de los componentes de una muestra (gravimetría, volumetría, etc.)
- Efectuar los cálculos necesarios de acuerdo con los datos durante y al final del análisis.
- Conocer y practicar la forma de presentación de los resultados de un análisis.

Objetivos de Técnicas de Análisis Químico III.

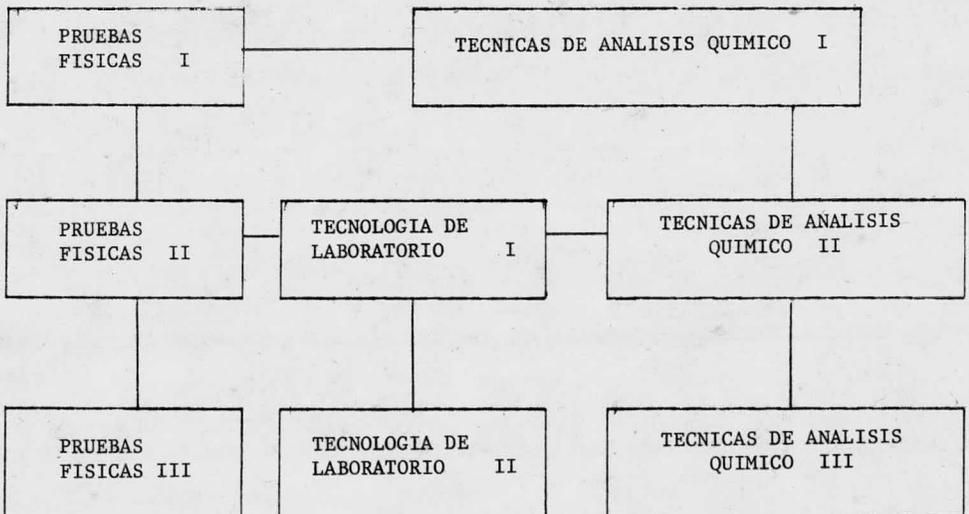
Esta asignatura teórico-práctica, resulta ser el gran objetivo de la carrera, habiendo adquirido el participante conocimientos, destrezas y actitudes, que conforman los objetivos más específicos en Técnicas de Análisis Químico I y II y Tecnología de Laboratorio I.

Esencialmente, el participante trabaja el mayor tiempo en los laboratorios de las empresas. Practica y aumenta su eficiencia, logrando los modos de conducta que señalan los grandes objetivos para su capacitación.

Conocimientos previos, adquiridos por el alumno antes de llevar los cursos de Análisis.



Materias afines con los cursos de Análisis.



TECNICAS DE ANALISIS QUIMICO I.

Este curso inicia los conocimientos y destrezas del participante en cuanto a técnicas y su aplicación, para identificar cualitativamente los elementos, radicales o iones que forman los compuestos o mezclas que se desean identificar o analizar en una muestra de sustancias o materiales.

Los conocimientos básicos de química, que el participante adquirió en el área académica, o sean las leyes, teorías, estructuras atómica y molecular, nomenclatura de los compuestos, estequiometría, equilibrio químico, etc., serán el sustrato para interpretar las técnicas elementales del análisis químico cualitativo.

Objetivos Generales del Curso:

1. El participante identificará las características y uso de material, equipo, sustancias y soluciones que se utilizan en la práctica del análisis químico cualitativo elemental.
2. Conocerá las medidas de seguridad y disciplina, necesarias para evitar riesgos, siniestros o daños en los equipos y materiales.
3. Aplicará las técnicas más usuales en el análisis químico cualitativo para identificar los componentes de una muestra.

Temario.-

Unidad I. Introducción

Unidad II. Concentración de las soluciones. Grupo I.

Unidad III. Equilibrio químico. Grupo II.

Unidad IV. Grupo III.

Unidad V. Grupo IV.

Unidad VI. Grupo V.

Unidad VII. Reacciones de identificación de los aniones

UNIDAD I. Introducción

El análisis cualitativo tiene por objeto identificar los componentes de una sustancia, mezclas de sustancias o soluciones, y en qué forma el elemento componente o grupos de elementos están combinados entre sí. Al análisis cuantitativo le conciernen los métodos para la determinación de las proporciones relativas de los componentes; es evidente que un análisis cualitativo riguroso debe preceder - al análisis cuantitativo, pues da una indicación aproximada de las proporciones - relativas de los componentes y sirve como guía en la elección de los métodos a emplearse en el análisis cuantitativo.

La identificación de una sustancia implica su transformación, por lo regular con la ayuda de otra sustancia de composición conocida, en un compuesto nuevo que posee propiedades características. Esta transformación se llama reacción química; la sustancia mediante la cual esta transformación se efectúa se denomina reactivo. Se distinguen las reacciones por vía húmeda, es decir, el medio en que se - efectúan es un líquido, comúnmente agua.

Instrucciones de laboratorio:

1. El laboratorio es un lugar para trabajo serio y cualquier actividad ajena al mismo es peligrosa.
2. Las instrucciones de trabajo se deben seguir detalladamente, cualquier - duda se debe consultar con el instructor.
3. Solamente se realizarán las experiencias señaladas por el instructor y - cualquier experimento no autorizado está prohibido.
4. Cuando un ácido o cualquier sustancia corrosiva se derrame, se debe limpiar inmediatamente con agua.
5. Cuando se desee oler una sustancia se debe arrastrar el vapor hacia la - nariz con ayuda de la mano y nunca poner la cara encima del frasco.
6. No tocar con las manos los reactivos, a menos que se indique que lo haga.
7. Nunca se debe llevar a la boca ninguna sustancia.
8. No se deben devolver sobrantes de alguna sustancia al frasco original correspondiente.

9. Al disolver sólidos en vasos de precipitados o cualquier otro material de vidrio, nunca se debe presionar el sólido con el agitador porque hay el peligro de que el frasco o vaso se rompa.
10. Cuando se inserten tubos y termómetros en tapones de hule, se deben humedecer tanto el uno como el otro con agua e introducir con un ligero movimiento circular; procurar no forzar la entrada. La mano se debe proteger con una toalla o lienzo para evitar cualquier herida.
11. Los matraces, vasos, retortas, son de vidrio pyrex que resiste el calentamiento; sin embargo, es conveniente dejar enfriar antes de lavarlos para que no se rompan por el cambio brusco de temperatura.
12. Es necesario el uso de la bata para trabajar en el laboratorio.
13. Cuando se usen los frascos de reactivo, se leerán las instrucciones de manipulación antes de usarse, para asegurarse que el reactivo es el correcto. Los frascos que contengan soluciones de reactivos se tomarán con la etiqueta frente a la palma de la mano y el tapón se debe separar con el dedo índice y cordial de la mano derecha puesta hacia arriba, y mantenerlo en esta posición mientras se vacía el líquido en otro recipiente.
14. Cuando se agreguen ácidos u otros líquidos corrosivos dentro de un tubo de ensaye, vaso de precipitados o cualquier otro recipiente, este debe estar alejado de la cara y orientado hacia afuera del operador y retirado del compañero. Cuando se agregue ácido sulfúrico, recordar que siempre será el ácido sobre el agua, resbalando por la pared del recipiente y agitando para homogeneizar la mezcla; nunca hacer lo contrario.
15. Se trabajará en la campana en los casos siguientes: cuando se usen sustancias químicas que desprenden vapores, tales como el hidróxido de amonio concentrado, ácido nítrico, clorhídrico concentrado; sustancias tales como el bromo, cloro, que desprenden vapores picantes, corrosivos y tóxicos.
16. Los disolventes volátiles e inflamables como el éter, alcohol, etc., no se usarán cerca de mecheros encendidos, si es necesario calentar se hará a baño maría.

17. Si a pesar de las indicaciones anteriores se hubiere ingerido alguna sustancia, se debe hacer lo siguiente de acuerdo con la naturaleza de la sustancia:
- a) La mayor parte de las sustancias como arseniatos, oxalatos, sales de bario, mercurio, plomo, se deben vomitar con la toma de una solución tibia de cloruro de sodio y repetir el tratamiento hasta que el líquido del vómito sea claro. Después se debe dar leche de magnesia o leche de vaca en abundancia o también claras de huevo batidas en agua.
 - b) Cuando se trate de cianuros se debe dar a oler nitrito de amilo envuelto en tela durante 15 segundos; si el paciente está conciente se debe hacerle vomitar, en la forma indicada; se debe recordar que nunca se suministra nada a una persona inconciente por la boca. Se debe repetir la inhalación del nitrito de amilo en intervalos de 15 segundos. Si la respiración se ha detenido se debe dar respiración artificial.
 - c) En el caso de ingestión de ácidos como el clorhídrico, nítrico, sulfúrico; se debe dar clara de huevo batida en leche de magnesia, o leche de vaca en abundancia, no se debe dar algún vomitivo ni ingerir carbónatos.
 - d) Cuando se ha ingerido hidróxido de amonio, de primera instancia se -- debe dar jugo de limón o de naranja en abundancia, después se debe -- provocar el vómito y posteriormente tomar leche o claras de huevo batidas.

UNIDAD II. Concentración de las soluciones. Grupo I.

Términos empleados en análisis cualitativo.

Precipitado.- Es un sólido formado a partir de una solución

Solución .- Es una mezcla homogénea de moléculas, átomos ó iones, de dos o más sustancias diferentes. En una solución la sustancia que ha sido disuelta se denomina soluto; mientras que el medio en que se disuelve se denomina disolvente ó solvente.

Solución saturada.- Es aquella que contiene la máxima cantidad posible de soluto, a una temperatura dada, de modo que cualquier exceso de dicha cantidad agregado a la solución permanece ya sin disolverse.

Solución tipo.- Cualquier solución en donde se conocen las cantidades de soluto y de solvente.

Concentración .- La concentración de una solución se refiere al peso ó volumen del soluto presente en una cantidad especificada de disolvente ó de solución. Existen diversos métodos comunes de expresar éstas cantidades.

Por ciento en peso .- Gramos de soluto por cien gramos de disolvente
Gramos de soluto por cien gramos de solución

Por ciento en volumen.- Mililitros de soluto por cien mililitros de disolvente
Mililitros de soluto por cien mililitros de solución

Fracción mol.-Se define como el número de moles entre el número total de moles.

Molaridad.- Es el número de moles de soluto entre litros de solución.

Normalidad.- Es el peso equivalente del soluto entre litros de solución.

Molalidad.- Se define como moles del soluto entre kilogramos de solvente.

Grupo I ó Grupo de la Plata.

En el análisis cualitativo de los iones metálicos se realizan ciertas operaciones en un orden específico. Se prepara una solución de la muestra, los grupos se precipitan uno por uno; los precipitados de cada grupo se filtran, se lavan hasta dejarlos libres de las aguas-madres y se analizan considerando cada posible metal que pudiera estar presente.

El Grupo I contiene a los iones plomo, mercurio (oso) y plata. Los compuestos de estos metales se caracterizan porque precipitan como cloruros con ácido clorhídrico diluido. El cloruro de plomo es algo soluble en agua fría y más caliente y por eso no se precipita totalmente como cloruro en este grupo encontrándose luego en el grupo II donde es precipitado como sulfuro muy insoluble.

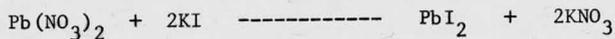
Reacciones del ión plomo.-

Se emplea una solución de nitrato de plomo.

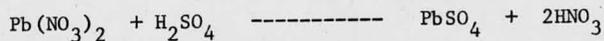
1. Acido clorhídrico diluido: se obtiene un precipitado blanco de cloruro de plomo, que se forma solamente en frío.



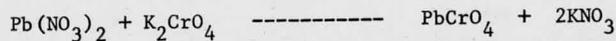
2. Solución de yoduro de potasio: se forma un precipitado amarillo de yoduro de plomo.



3. Acido sulfúrico diluido: se produce un precipitado blanco de sulfato de plomo.



4. Solución de cromato de potasio: se forma un precipitado amarillo de cromato de plomo.



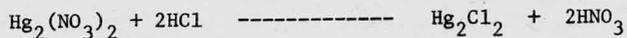
5. Solución de hidróxido de sodio: se produce un precipitado blanco de hidróxido de plomo.



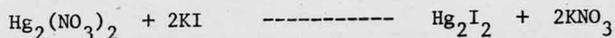
Reacciones del ión mercuroso.-

Se emplea una solución de nitrato mercuroso

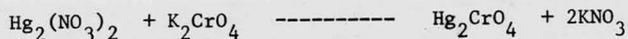
1. Acido clorhídrico diluído: se obtiene un precipitado blanco de cloruro mercuroso.



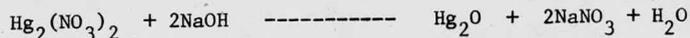
2. Solución de yoduro de potasio: da un precipitado verde amarillento de yoduro mercuroso.



3. Solución de cromato de potasio: se produce un precipitado pardo de cromato mercuroso.



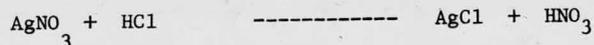
4. Solución de hidróxido de sodio: se forma un precipitado negro de óxido mercuroso.



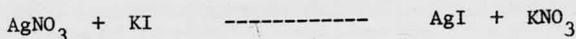
Reacciones del ión plata.-

Se usa una solución de nitrato de plata.

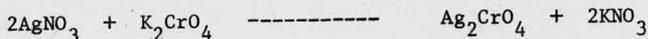
1. Acido clorhídrico diluído: se obtiene un precipitado blanco de cloruro de plata.



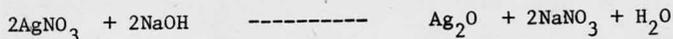
2. Solución de yoduro de potasio: da un precipitado amarillo de yoduro de plata.



3. Solución de cromato de potasio: se obtiene un precipitado rojo de cromato de plata.



4. Solución de hidróxido de sodio: se obtiene un precipitado pardo de óxido de plata.



UNIDAD III. Equilibrio químico.

Cuando los productos de una reacción química específica pueden reaccionar a su vez para formar las sustancias originales, se dice que la reacción es reversible.

La velocidad de una reacción química a temperatura constante es proporcional al producto de las concentraciones de las sustancias reaccionantes; las concentraciones se expresan comúnmente en moles por litro.

Aplicando esta ley a sistemas homogéneos, se puede llegar para una reacción reversible, a una expresión matemática de las condiciones de equilibrio.

Si se representa el equilibrio por:



en donde m, n, y, z; son los coeficientes de la ecuación igualada, la velocidad con la cual A y B reaccionan es proporcional a sus concentraciones, o sea:

$$v_1 = k_1 [A]^m [B]^n$$

donde k_1 es una constante conocida como coeficiente de velocidad, y las sustancias entre corchetes representan las concentraciones respectivas. De modo similar, la velocidad con que sucede la reacción inversa está dada por:

$$v_2 = k_2 [C]^y [D]^z$$

En el equilibrio, las velocidades de ambas reacciones, la directa y la inversa, son iguales (es un equilibrio dinámico y no estático); por eso,

$$v_1 = v_2$$

$$k_1 [A]^m [B]^n = k_2 [C]^y [D]^z$$

de donde:

$$K = \frac{k_1}{k_2} = \frac{[C]^y [D]^z}{[A]^m [B]^n}$$

en donde K es la constante de equilibrio; varía con la temperatura y la presión; pero, en análisis cualitativo, tales variaciones son de escasa importancia.

Grupo II.

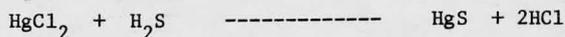
Los compuestos de estos elementos se caracterizan porque precipitan como sulfuros, en solución ácida, por el sulfuro de hidrógeno. Los sulfuros de arsénico, antimonio y estaño son solubles en sulfuro de amonio o en solución de hidróxido de sodio, mientras los de los cationes restantes son prácticamente insolubles. Por eso, es común subdividir este grupo en el grupo del cobre o grupo IIA que comprende el mercurio, plomo, bismuto, cobre y cadmio, y el grupo del arsénico o grupo IIB que incluye el arsénico, antimonio y estaño.

Grupo del cobre (grupo II A)

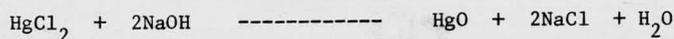
Reacciones del ión mercuríco.

Se usa una solución de cloruro mercuríco.

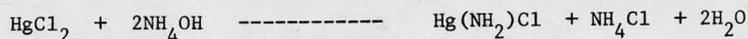
1. Sulfuro de hidrógeno: da un precipitado que inicialmente es blanco, luego amarillo, castaño y finalmente negro de sulfuro mercuríco.



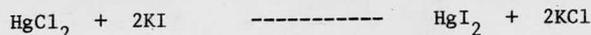
2. Solución de hidróxido de sodio: se obtiene un precipitado inicialmente pardo rojizo de cloruro básico que se convierte, por exceso de álcali, - en óxido mercuríco amarillo.



3. Solución de hidróxido de amonio: se obtiene un precipitado blanco de - cloruro amino mercuríco.



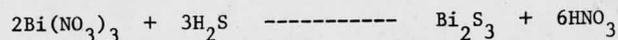
4. Solución de yoduro de potasio: se produce un precipitado rojo de yoduro mercuríco.



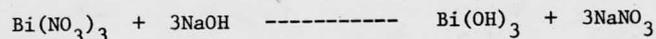
Reacciones del ión bismuto.

Se emplea una solución de nitrato de bismuto.

1. Sulfuro de hidrógeno: se obtiene un precipitado pardo de sulfuro de bis-
muto.



2. Solución de hidróxido de sodio: se obtiene un precipitado blanco de hi-
dróxido de bismuto.



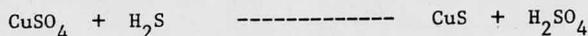
3. Solución de yoduro de potasio: da un precipitado de yoduro de bismuto - pardo obscuro.



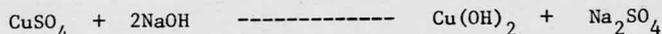
Reacciones del ión cúprico.

Se usa una solución de sulfato cúprico.

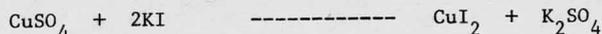
1. Sulfuro de hidrógeno: se obtiene un precipitado negro de sulfuro cúprico.



2. Solución de hidróxido de sodio: da precipitado azul de hidróxido cúprico.



3. Solución de yoduro de potasio: se forma un precipitado blanco de ioduro cúprico.



Reacciones del ión cadmio: se usa una solución de sulfato de cadmio.

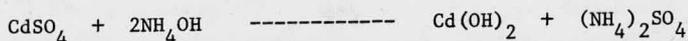
1. Sulfuro de hidrógeno: se obtiene un precipitado amarillo de sulfuro de cadmio.



2. Solución de hidróxido de sodio: se forma un precipitado blanco de hidróxido de cadmio.



3. Solución de hidróxido de amonio: se produce un precipitado blanco de hidróxido de cadmio.



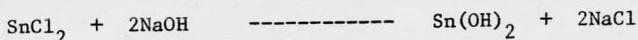
Reacciones de los compuestos estanosos.

Se emplea una solución de cloruro estanoso, en ácido clorhídrico.

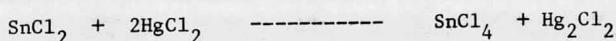
1. Sulfuro de hidrógeno: se forma un precipitado pardo de sulfuro estanoso.



2. Solución de hidróxido de sodio: da un precipitado blanco de hidróxido estanoso.



3. Solución de cloruro mercúrico: se obtiene un precipitado blanco de cloruro mercuroso.



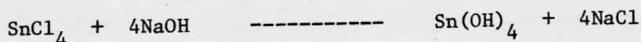
Reacciones de los compuestos estánicos.

Se emplea una solución de cloruro estánico, en ácido clorhídrico diluido.

1. Sulfuro de hidrógeno: se produce, en soluciones débilmente aciduladas, un precipitado amarillo de sulfuro estánico.



2. Solución de hidróxido de sodio: se obtiene un precipitado blanco, gelatinoso, de hidróxido estánico.



3. Solución de cloruro mercúrico: no se forma precipitado (diferencia con compuestos estanosos).

Grupo del arsénico III (Grupo II B)

Reacciones de los compuestos arseniosos

Se emplea una solución de arsenito de sodio.

1. Sulfuro de hidrógeno: se obtiene un precipitado amarillo de sulfuro arsenioso, en solución ácida (ácido clorhídrico).



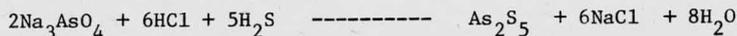
2. Solución de nitrato de plata: da un precipitado amarillo de arsenito de plata, en solución neutra (diferencia con arseniatos)



Reacciones de compuestos del arsénico

Se emplea una solución de arseniato de sodio, acidulada con HCl.

1. Sulfuro de hidrógeno: se obtiene un precipitado amarillo de pentasulfuro de arsénico.



2. Solución de nitrato de plata: se produce, en soluciones neutras, un precipitado pardo rojizo oscuro de arseniato de plata (diferencia con arsenitos que dan precipitados amarillos).



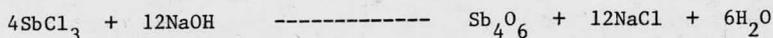
Reacciones de los compuestos antimoniosos.

Se emplea una solución de tricloruro de antimonio, preparada disolviendo el tricloruro sólido en ácido clorhídrico diluido.

1. Sulfuro de hidrógeno: en soluciones no muy ácidas se produce un precipitado rojo anaranjado de trisulfuro de antimonio.



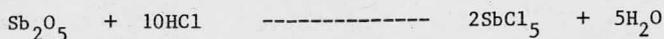
2. Solución de hidróxido de sodio: se forma un precipitado blanco del óxido antimonioso hidratado.



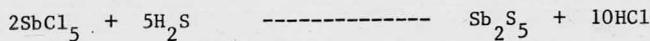
3. Solución de ioduro de potasio: da una coloración amarilla debido a la - formación de una sal compleja.

Reacciones de los compuestos antimónicos.

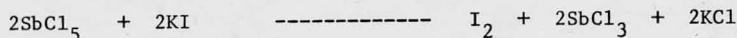
Se emplea una solución de pentóxido de amonio en ácido clorhídrico concentrado.



1. Sulfuro de hidrógeno: en soluciones moderadamente ácidas se forma un - precipitado rojo anaranjado de pentasulfuro de antimonio.



2. Solución de ioduro de potasio: se separa iodo de la solución en ácido clorhídrico (diferencia con los compuestos antimoniosos)



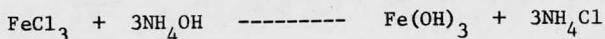
Grupo del fierro y zinc (Grupo III)

Los cationes de este grupo no son precipitados por los reactivos de grupo - correspondientes a los grupos I y II; pero son precipitados por el sulfuro de - amonio en solución alcalizada con hidróxido de amonio en presencia de cloruro - de amonio. Estos cationes precipitan como sulfuros, con excepción del aluminio y cromo que son precipitados como hidróxidos debido a la hidrólisis total de - sus sulfuros en solución acuosa. El fierro, aluminio y cromo son precipitados como hidróxidos por la solución de hidróxido de amonio en presencia de cloruro de amonio, mientras que los otros metales del grupo permanecen en solución y -- pueden ser precipitados después por el sulfuro de amonio. Por eso, es común - subdividir este grupo en el grupo del fierro (fierro, aluminio y cromo) o grupo III A y en el grupo del zinc (níquel, cobalto, manganeso y zinc) o grupo III B.

Reacciones del ión férrico

Se emplea una solución de cloruro férrico. Todas las soluciones férricas son de color amarillo rojizo, que es el color del ión férrico.

1. Solución de hidróxido de amonio: se forma un precipitado pardo rojizo, gelatinoso, de hidróxido férrico.



2. Solución de hidróxido de sodio: da un precipitado pardo rojizo de hidróxido férrico, insoluble en exceso de reactivo (diferencia con aluminio y cromo).



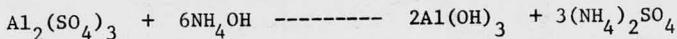
3. Solución de sulfuro de amonio: con soluciones ácidas se produce un precipitado negro de sulfuro ferroso y azufre; con soluciones alcalinas, se obtiene un precipitado negro de sulfuro férrico.



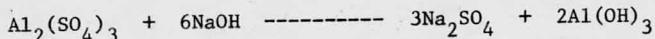
Reacciones del ión aluminio

Se emplea una solución de sulfato de aluminio.

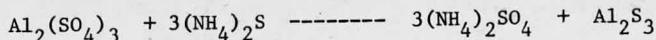
1. Solución de hidróxido de amonio: se produce un precipitado blanco, gelatinoso de hidróxido de aluminio, poco soluble en exceso de reactivo.



2. Solución de hidróxido de sodio: se forma un precipitado blanco de hidróxido de aluminio.



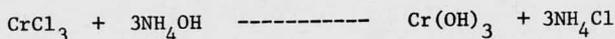
3. Solución de sulfuro de amonio: se produce un precipitado blanco de hidróxido de aluminio.



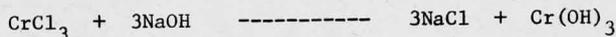
Reacciones del ión crómico.

Se emplea una solución de cloruro crómico. Las sales crómicas son verdes o violetas en solución.

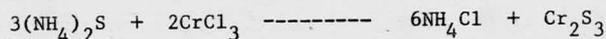
1. Solución de hidróxido de amonio: un precipitado gelatinoso, gris verdoso a gris azulado de hidróxido crómico.



2. Solución de hidróxido de sodio: se forma un precipitado de hidróxido crómico.



3. Solución de sulfuro de amonio: se produce un precipitado de hidróxido crómico.

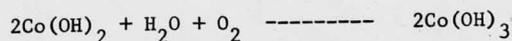
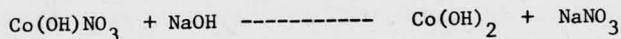
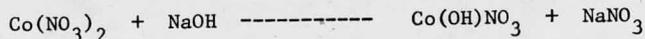


Grupo del zinc (Grupo III B)

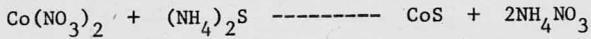
Reacciones del ión cobaltoso.

Se emplea una solución de nitrato de cobalto. La mayoría de las soluciones acuosas de sales cobaltosas son color rosa.

1. Solución de hidróxido de sodio: en frío se precipita la sal básica, azul; hirviendo con exceso de álcali (algunas veces agregando solamente un exceso de reactivo), la sal básica se convierte en hidróxido cobaltoso rosa; éste hidróxido pasa a hidróxido cobáltico, negro pardusco, por exposición al aire o por ebullición prolongada de la suspensión acuosa.



- Solución de hidróxido de amonio: se obtiene un precipitado azul de sal básica como en la reacción 1.
- Solución de sulfuro de amonio: se produce un precipitado negro de sulfuro de cobalto.



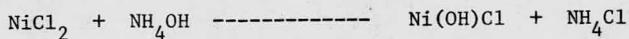
Reacciones del ión níquel.

Se emplea una solución de sulfato de níquel o de cloruro de níquel.

- Solución de hidróxido de sodio: se produce un precipitado verde de hidróxido níqueloso.



- Solución de hidróxido de amonio: se forma un precipitado verde de sal básica.



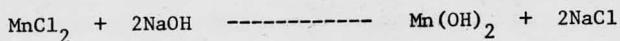
- Solución de sulfuro de amonio: en soluciones neutras se forma un precipitado negro de sulfuro de níquel.



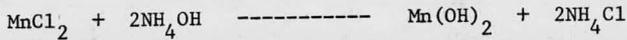
Reacciones del ión manganeso

Se emplea una solución de cloruro manganeso o de sulfato manganeso. Las soluciones acuosas de compuestos manganesos son rosas.

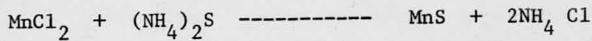
- Solución de hidróxido de sodio: se forma un precipitado blanco de hidróxido manganeso.



2. Solución de hidróxido de amonio: se produce una precipitación parcial - de hidróxido manganoso blanco.



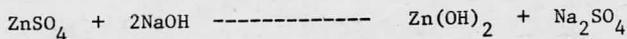
3. Solución de sulfuro de amonio: un precipitado rosa (color de carne) de sulfuro manganoso.



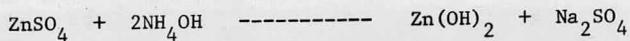
Reacciones del ión zinc.

Se emplea una solución de sulfato de zinc.

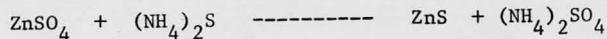
1. Solución de hidróxido de sodio: se obtiene un precipitado blanco, gelatinoso, de hidróxido de zinc.



2. Solución de hidróxido de amonio: se forma un precipitado blanco de hidróxido de zinc.



3. Solución de sulfuro de amonio: en soluciones neutras o alcalinas da un precipitado blanco de sulfuro de zinc.



Grupo del calcio. (Grupo IV)

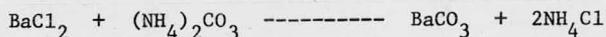
Este grupo comprende los tres metales alcalino-térreos bario, estroncio y calcio. Se distinguen de los metales de los grupos precedentes por el hecho de que sus sales no precipitan con ácido clorhídrico, sulfuro de hidrógeno o sulfuro de amonio, y se caracterizan porque precipitan con solución de carbonato de amonio en presencia de soluciones de cloruro e hidróxido de amonio.

Reacciones del ión bario.

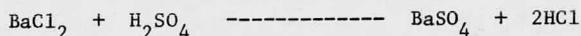
Se emplea una solución de cloruro de bario.

1. Solución de hidróxido de amonio: no se precipita hidróxido de bario a causa de su solubilidad relativamente alta. (Un ligero enturbiamiento se debe a pequeñas cantidades de carbonato de amonio que puede contener el reactivo).

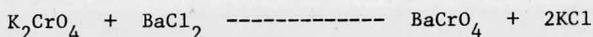
2. Solución de carbonato de amonio: da un precipitado blanco de carbonato de bario.



3. Acido sulfúrico diluído: se obtiene un precipitado pesado, blanco, finamente dividido de sulfato de bario.



4. Solución de cromato de potasio: se produce un precipitado amarillo de cromato de bario.

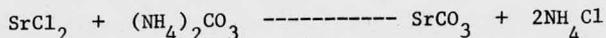


Reacciones del ión estroncio.

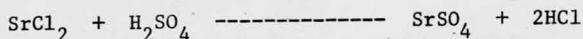
Se emplea una solución de cloruro de estroncio.

1. Solución de hidróxido de amonio: no se forma precipitado.

2. Solución de carbonato de amonio: se obtiene un precipitado blanco de carbonato de estroncio.



3. Acido sulfúrico diluído: da un precipitado blanco de sulfato de estroncio.



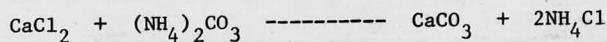
4. Solución de cromato de potasio: se forma un precipitado amarillo de cromato de estroncio.



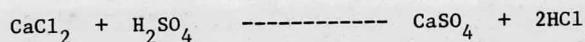
Reacciones del ión calcio.

Se emplea una solución de cloruro de calcio.

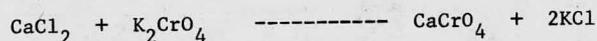
1. Solución de hidróxido de amonio: no se produce precipitado.
2. Solución de carbonato de amonio: se forma un precipitado blanco de carbonato de calcio.



3. Acido sulfúrico diluído: se obtiene un precipitado blanco de sulfato de calcio.



4. Solución de cromato de potasio: se obtiene un precipitado amarillo de - cromato de calcio.



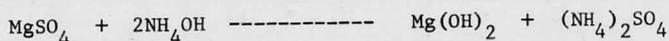
Grupo de los metales alcalinos. (Grupo V)

Los cationes de este grupo no precipitan con los reactivos de los grupos anteriores. El grupo V no es un grupo principal de iones que haya que separar e identificar. El sodio, potasio y litio son metales alcalinos; el amonio se incluye en este grupo porque sus compuestos se asemejan a los de los metales alcalinos, en particular a los de potasio. El único ión que debe ser analizado por precipitación es el magnesio.

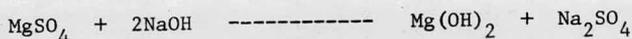
Reacciones del ión magnesio.

Se emplea una solución de sulfato de magnesio.

1. Solución de hidróxido de amonio: se produce una precipitación parcial de hidróxido de magnesio, blanco, gelatinoso.



2. Solución de hidróxido de sodio: da un precipitado blanco de hidróxido de magnesio.



3. Solución de carbonato de amonio: se forma un precipitado blanco de carbonato básico de magnesio que se obtiene solo por ebullición o después de un largo reposo.



Potasio. Ensayo por vía seca.

Coloración de la llama. Los compuestos de potasio, con preferencia el cloruro, colorean de violeta la llama no luminosa de Bunsen. La llama amarilla producida por pequeñas cantidades de sodio enmascaran el color violeta; pero observando la llama a través de un vidrio de azul de cobalto los rayos amarillos del sodio son absorbidos y la llama rojo violeta del potasio se hace visible.

Sodio. Ensayo por vía seca.

Coloración de la llama. La llama no luminosa de Bunsen se colorea intensamente de amarillo por los vapores de las sales de sodio. El color no es visible cuando se observa a través de un vidrio de azul de cobalto. Pequeñísimas cantidades de sales de sodio dan este ensayo y es solamente cuando el color es intenso y persistente que hay apreciables cantidades de sodio.

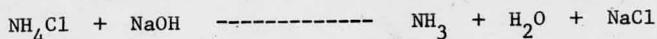
Litio. Ensayo por vía seca.

Coloración de la llama. Los compuestos de litio imparten a la llama no luminosa de Bunsen, una coloración rojo carmín. El color queda enmascarado por la presencia de considerables cantidades de sales de sodio, pero se observa a través de un vidrio de azul de cobalto.

Reacciones del ión amonio.

Se usa una solución de cloruro de amonio.

1. Solución de hidróxido de sodio: por calentamiento se desprende amoníaco gaseoso. Este se puede identificar por:
 - a) Por su olor (con cautela oler el vapor después de retirar el tubo de ensayo o el pequeño vaso de precipitado de la llama)
 - b) Por la formación de humos blancos de cloruro de amonio cuando se mantiene sobre el vapor una varilla de vidrio humedecida con ácido clorhídrico concentrado.
 - c) Por el viraje a azul del papel de tornasol rojo
 - d) Porque ennegrece el papel filtro humedecido con solución de nitrato - mercuroso.



ANÁLISIS DEL GRUPO DE LA PLATA. GRUPO I.

<p>A la solución dada (o a la solución de la sustancia en agua) se agrega HCl diluido en exceso y se filtra. Se desecha el filtrado. Se lava el precipitado que puede contener: $PbCl_2$, $AgCl$ y Hg_2Cl_2; con un poco de agua. Se hierve el precipitado con mucha agua y se filtra en caliente.</p>	
<p><u>Residuo.</u> Puede contener: Hg_2Cl_2 y $AgCl$. Se lava el precipitado a fondo con agua caliente hasta que el filtrado no precipita con solución de K_2CrO_4, lo que asegura la completa separación del plomo; se desechan los líquidos de lavado.</p> <p>Se vierte solución de hidróxido de amonio caliente sobre el precipitado, en el filtro.</p>	<p><u>Filtrado.</u> Puede contener $PbCl_2$. Se divide en dos porciones.</p> <p>(I) Se agrega solución de K_2CrO_4. Precipitado amarillo de $PbCrO_4$.</p> <p>(II) Se enfría en el chorro de la canilla.</p> <p>Precipitado blanco cristalino de $PbCl_2$.</p> <p>Presencia de PLOMO</p>
<p><u>Residuo.</u> Negro. $Hg-Hg(NH)_2Cl$</p> <p>Presencia de MERCURIO</p>	<p><u>Filtrado.</u> Puede contener $Ag(NH_3)_2Cl$. Se acidifica con HNO_3 diluido. Precipitado blanco de $AgCl$.</p> <p>Presencia de PLATA</p>

ANALISIS DEL GRUPO DEL COBRE. GRUPO II A.

<p>El precipitado obtenido con H_2S en presencia de HCl diluido puede contener: HgS, PbS, Bi_2S_3, CuS, CdS y también As_2S_3, Sb_2S_3, SnS y SnS_2.</p> <p>Se perfora el papel filtro con una varilla de vidrio de punta delgada y mediante chorro de piseta, se pasa el precipitado a un vaso de precipitados, empleando poca agua. Se agrega 10 ml de solución amarilla de polisulfuro de amonio, se calienta a $50-60^\circ C$ durante 2-3 minutos, se filtra y se lava el residuo.</p>	
<p><u>Residuo.</u> Puede contener: HgS, PbS, Bi_2S_3, CdS, CuS. Se pasa el precipitado a un vaso de precipitados; se agrega 10 ml de ácido nítrico diluido, se hierve durante algunos minutos, se filtra y se lava.</p>	<p><u>Filtrado.</u> Puede contener <u>ca</u> tiones del Grupo II B.</p>
<p><u>Residuo.</u> Negro; HgS. Se disuelve en agua regia o en HCl conc. más un poco de $KClO_3$ se hierve, se diluye y se agrega solución de $- - SnCl_2$.</p> <p>Precipitado blanco o gris. Presencia de MERCURIO.</p>	<p><u>Filtrado.</u> Puede contener: $Pb(NO_3)_2$, $Bi(NO_3)_3$, $Cu(NO_3)_2$, $Cd(NO_3)_2$. En una porción pequeña se investiga plomo -- agregando H_2SO_4 diluido y alcohol; un precipitado blanco indica presencia de plomo. Si está presente, se agrega $- H_2SO_4$ diluido y se concentra bajo campana, hasta la aparición de vapores blancos densos. Se enfría, se diluye y se filtra.</p>
<p><u>Residuo.</u> Blanco; $PbSO_4$. Se disuelve en solución de acetato de amonio se agrega ácido acético diluido y solución de K_2CrO_4 da precipitado amarillo de $- PbCrO_4$.</p> <p>Presencia de PLOMO</p>	<p><u>Filtrado.</u> Puede contener bismuto, cobre y cadmio. Se agrega solución de amoníaco en exceso, se filtra.</p>
<p><u>Residuo.</u> Blanco; $Bi(OH)_3$. Se lava bien, se vierte solución de estannito de sodio sobre el filtro. Ennegrecimiento del precipitado. También se puede disolver el precipitado blanco en HNO_3 diluido y agregar solución de Na_2HPO_4; precipitado blanco de $- BiPO_4$.</p> <p>Presencia de BISMUTO.</p>	<p><u>Filtrado.</u> Puede contener $Cu(NH_3)_4SO_4$ y $Cd(NH_3)_4SO_4$. Si es incoloro no hay cobre; en ese caso, se investiga directamente cadmio. Si es azul, indica presencia de cobre. En caso de duda, se agrega solución de ferrocianuro de potasio y ácido acético; un precipitado pardo rojizo confirma la presencia de COBRE.</p> <p>Se agrega solución de $- KCN$ gota a gota, hasta decoloración y se hace pasar unas burbujas de H_2S; da precipitado amarillo de CdS. Presencia de CADMIO.</p>

ANALISIS DEL GRUPO DEL ARSENICO. GRUPO II B.

El filtrado del grupo del cobre puede contener las tiosales, $(\text{NH}_4)_3\text{AsS}_4$, $(\text{NH}_4)_3\text{SbS}_4$ y $(\text{NH}_4)_2\text{SnS}_3$. Se diluye con un poco de agua, se agrega HCl diluido en ligero exceso (esto es, hasta reacción ácida al tornasol), se calienta, se filtra y se lava. Se desecha el filtrado. El residuo sobre el filtro puede contener: As_2S_5 , Sb_2S_5 , Sb_2S_3 , SnS_2 y S.

Se hierve el precipitado suavemente con 10 ml de HCl concentrado durante 5 minutos, se diluye con un poco de agua y se filtra.

Residuo. Puede contener As_2S_5 .

(I) Se calienta suavemente durante 2-3 minutos con agua y carbonato de amonio en polvo hasta su disolución (se filtra, si fuera necesario), se acidifica con HCl diluido.

Precipitado amarillo de As_2S_5 .

Presencia de ARSENICO.

(II) También se puede disolver el precipitado en HNO_3 concentrado o en HCl concentrado y un poco de KClO_3 sólido; se elimina por evaporación la mayor parte del ácido se agrega un exceso de solución de NH_4OH y luego mezcla magnesiánica y se agita: precipitado blanco cristalino de $\text{Mg}(\text{NH}_4)\text{AsO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

El precipitado se disuelve en HCl diluido y se hace pasar H_2S .

Precipitado amarillo de As_2S_3 .

Presencia de ARSENICO.

Filtrado. Puede contener: SbCl_3 y SnCl_4 . Se divide en dos porciones:

Primera porción.- Se alcaliza con NH_4OH , se agregan 4-5 g de ácido oxálico, se hierve y se hace pasar H_2S .

Precipitado anaranjado de Sb_2S_3 .

Presencia de ANTIMONIO.

Segunda porción.- Se neutraliza parcialmente el líquido, se agrega 15-30 cm de alambre de hierro limpio se calienta durante 5 minutos, para reducir el SnCl_4 a SnCl_2 y se filtra recibiendo el filtrado en una solución de HgCl_2 .

Precipitado blanco de Hg_2Cl_2 o gris de Hg.

Presencia de ESTAÑO.

Si el grupo II A está ausente se debe comenzar desde aquí.

ANÁLISIS DEL GRUPO DEL HIERRO. GRUPO III A.

<p>Se agrega 2 g de cloruro de amonio sólido por cada 100 ml de solución; se lleva a ebullición y se agrega lentamente solución diluida de NH_4OH, - hasta que se comience a percibir olor de amoníaco; se hierve durante 1-2 minutos, se filtra inmediatamente y se lava.</p>	
<p><u>Residuo.</u> Puede contener: $\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{Al}(\text{OH})_3$, $\text{Cr}(\text{OH})_3$ y algo de $\text{MnO}(\text{OH})_2$. Se suspende el precipitado en un poco de agua, se agrega 1-1.5 g de Na_2O_2 (o un exceso de solución de NaOH y 5 ml de H_2O_2), se hierve hasta que la efervescencia cese. - Se filtra y se lava.</p>	<p><u>Filtrado.</u> Se desecha</p>
<p><u>Residuo.</u> Puede contener: $\text{Fe}(\text{OH})_3$ y $\text{MnO}(\text{OH})_2$. Se divide en dos porciones.</p> <p>(I) Se disuelve en HCl y - se agrega solución de ferrocianuro de potasio, precipitado azul. Presencia de HIERRO.</p> <p>(II) Se disuelve en ácido nítrico, se agrega Pb_3O_4, - se hierve suavemente durante 1-2 minutos y se deja sedimentar. Solución violeta de HMnO_4. Presencia de MANGANESO.</p>	<p><u>Filtrado.</u> Puede contener: NaAlO_2 y Na_2CrO_4.</p> <p>Si es incoloro no hay cromo. Si es amarillo se divide en - dos porciones.</p> <p>(I) Se agrega ácido acético - hasta reacción ácida y luego, solución de acetato de plomo. Precipitado amarillo de PbCrO_4 Presencia de CROMO.</p> <p>(II) Se acidifica con HCl (se ensaya con papel de tornasol) y se agrega luego NH_4OH hasta reacción alcalina. Se calienta a ebullición. Precipitado blanco gelatinoso de $\text{Al}(\text{OH})_3$. (Se confirma por - la reacción del azul de The - -nard). Presencia de ALUMINIO</p>

ANÁLISIS DEL GRUPO DEL ZINC. GRUPO III B.

El precipitado puede contener: CoS , NiS , MnS y ZnS y también azufre - finamente dividido. Se lava el precipitado con solución de NH_4Cl al 1% - que contiene una pequeña cantidad de solución de sulfuro de amonio. Se - pasa el precipitado a un pequeño vaso de precipitados y se agita con HCl muy diluido, en frío (1:10) y se filtra después de 2-3 minutos.

Residuo. Si es negro puede con- tener: CoS y NiS .

Se investiga una pequeña porción - del residuo mediante la perla de bó rax. Perla azul.

Presencia de COBALTO.

Se disuelve el residuo en una - mezcla de 2.5 ml de solución de - NaClO al 10% y .5 ml de HCl diluido y se hierve hasta eliminar el cloro. Se enfría y diluye a unos 4 ml. Se divide en 2 porciones iguales.

(1) Se agrega 1 ml de alcohol amíli co, 2-3 g de NH_4CNS y se agita.

La capa de alcohol amílico se colo- rea de azul.

Presencia de COBALTO.

(2) Se agrega un poco de solución - de NH_4Cl y NH_4OH hasta reacción, dé bilmente alcalina, y luego un exce- so de reactivo dimetilglioxima.

Precipitado rojo.

Presencia de NIQUEL.

Filtrado. Puede contener MnCl_2 ZnCl_2 .

Se hierve hasta eliminar H_2S - (se prueba con papel de acetato de plomo) se enfría y se agrega un exce- so de solución de NaOH y se filtra - en frío.

Residuo. Blanco, - $\text{Mn}(\text{OH})_2$ que adque- re color pardo por oxidación. Se di- suelve el precipi- tado en 5-10 ml de HNO_3 , concentrado, se agrega 1 g de - Pb_3O_4 , se hierve - durante 1 minuto y se deja sedimentar Solución púrpura - de HMnO_4 .

Presencia de MANGA NESO.

También se puede - disgregar el resi- duo con Na_2CO_3 y - KNO_3 sobre porcela na o lámina de Pt. Masa verde. Presencia de MANGA NESO.

Filtrado. Puede contener --

Na_2ZnO_2 . Se pa- sa H_2S durante 1 minuto.

Precipitado -- blanco de ZnS . Presencia de - ZINC.

Se confirma con la reacción del verde de -- Rinmann.

ANÁLISIS DEL GRUPO DEL CALCIO. GRUPO IV.

Se agrega 2-3 ml de solución de NH_4OH , se calienta casi a ebullición y se agrega un exceso de solución de $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ hasta completar la precipitación.

Se filtra y se desecha el filtrado.

Residuo. Puede contener: BaCO_3 , SrCO_3 y CaCO_3 . Se disuelve el precipitado en ácido acético diluido y caliente. Se investiga bario, en una pequeña porción, calentando a ebullición y agregando un poco de solución de K_2CrO_4 ; si se forma un precipitado amarillo se trata el total de la solución en caliente con un ligero exceso de solución de K_2CrO_4 , esto es hasta que la solución comience a tomar una coloración anaranjada, y se filtra.

Si no se forma precipitado con solución de cromato (no hay Ba), se hierve el resto de la solución durante 1 minuto para eliminar el CO_2 , se enfría bajo agua de canilla y se usa la solución (A) para investigar estroncio y calcio.

Residuo. Amarillo: BaCrO_4 . Se lava con un poco de agua caliente. Se disuelve el precipitado en 2-3 ml de HCl conc. y se efectúa el ensayo de coloración de la llama: llama verde claro. Presencia de BARIO.

Filtrado. Se alcaliza con solución de NH_4OH y se agrega un exceso de solución de $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$. Un precipitado blanco, puede ser SrCO_3 y/o CaCO_3 . Se lava. Se disuelve el precipitado en ácido acético diluido caliente, se hierve para eliminar el CO_2 y se enfría bajo agua de canilla (solución B). Se divide la porción A ó B en dos porciones desiguales. La porción mayor se alcaliza con solución de NH_4OH , se agrega 10-15 ml de solución de $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ saturada a ebullición y se deja reposar durante 5-10 minutos, manteniendo la solución caliente. Se filtra.

Residuo. SrSO_4 y posiblemente un poco de CaSO_4 .

Se coloca el papel de filtro en un crisol, se calienta hasta carbonización del papel, se agregan unas cuantas gotas de HCl conc. y se efectúa el ensayo de coloración de la llama. Llama carmesí. Presencia de ESTRONCIO.

Filtrado. Se agrega un poco de solución de NH_4OH y solución de $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ en ligero exceso. Se hierve y se deja en reposo durante 5 minutos. Precipitado blanco de $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, insoluble en ácido acético. Presencia de CALCIO.

Se separa el precipitado por filtración y se confirma la presencia de calcio mediante el ensayo de coloración de la llama; llama rojo ladrillo confirma CALCIO.

Nota.- Si no hay Sr se usa una pequeña porción de A ó B para la reacción con NH_4OH - $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$.

Reacciones de los Aniones.

Los métodos usados para la investigación de radicales de ácidos o aniones - no son tan sistemáticos como los que se han descrito para los cationes. No se - ha propuesto, hasta la fecha, un esquema realmente satisfactorio que permita la separación de los aniones comunes en grupos principales y, luego la separación - inequívoca en cada grupo, de cada uno de los componentes. Sin embargo, se debe mencionar que es posible separar los aniones en grupos principales en base a las solubilidades de las sales de plata y bario.

Los aniones más comunes se han clasificado de acuerdo con la solubilidad de sus sales de plata y bario, en siete grupos:

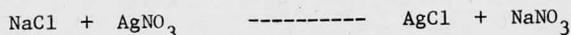
- I. Aniones cuyas sales de plata son insolubles en agua y ácido nítrico, - pero sus sales de bario son solubles en agua: cloruros, bromuros, -- ioduros, cianuros, ferrocianuros, sulfocianuros.
- II. Aniones que dan sales de plata insolubles o difícilmente solubles en agua, pero solubles en ácido nítrico. Sus sales de bario son solu- bles en agua: nitritos, sulfuros, acetatos.
- III. Aniones que forman sales de plata y de bario de color blanco, insolu- bles en agua pero solubles en ácido nítrico: sulfitos, carbonatos, - boratos, oxalatos, tartratos, citratos.
- IV. Aniones que dan sales de plata coloridas, insolubles en agua, solu- bles en ácido nítrico. Sales de bario blancas (excepto cromato), in- solubles en agua, pero solubles en ácido nítrico: fosfatos, arsenia- tos, arsenitos, cromatos, tiosulfatos.
- V. Aniones cuyas sales de plata y bario son solubles en agua: nitratos, cloratos, permanganatos.
- VI. Aniones cuyas sales de plata son solubles en agua y cuyas sales de ba- rio son insolubles en ácido nítrico: sulfatos, fluoruros.
- VII. Aniones insolubles en todos los reactivos: silicatos.

De la lista anterior, solamente se hace mención de los siguientes aniones: cloruros, ioduros, ferrocianuros, sulfuros, carbonatos, oxalatos, fosfatos, cromatos, permanganatos y sulfatos.

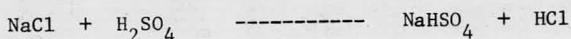
Reacciones de los aniones del primer grupo.

Reacciones de los cloruros. La mayoría de los cloruros son solubles en agua a excepción de unos pocos: Hg_2Cl_2 , AgCl , y PbCl_2 (soluble en caliente). Se emplea cloruro de sodio.

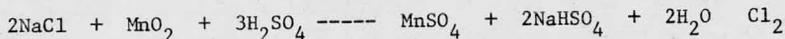
1. Con nitrato de plata dan precipitado blanco, gaseoso, que se oscurece con la luz.



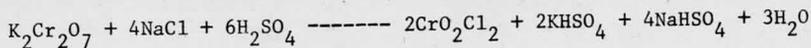
2. Con ácido sulfúrico concentrado, en caliente, desprenden HCl gaseoso, el cual se reconoce por los humos blancos que forma con vapores de hidróxido de amonio, por su color picante o por virar a rojo un papel - tornasol azul.



3. En medio ácido y en presencia de oxidantes fuertes desprenden cloro.



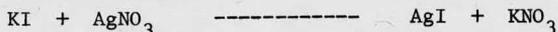
4. Los cloruros sólidos, mezclados con dicromato de potasio sólido y -- tratada la mezcla con ácido sulfúrico concentrado, en caliente desprenden vapores de color café amarillento (cloruro de cromilo), que si se reciben en solución de NaOH , se forma un compuesto amarillo.



Reacciones de los ioduros

La mayoría son solubles en agua: los ioduros de plata, mercurioso, mercúrico, cuproso y de plomo son los menos solubles, se usa KI.

1. Con nitrato de plata dan precipitado amarillo.



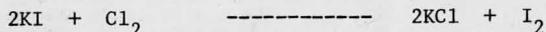
2. Con ácido sulfúrico concentrado desprenden vapores violeta de iodo.



3. Mezclados con dicromato de potasio y ácido sulfúrico concentrado desprenden vapores violeta.



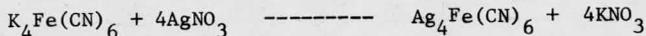
4. Con agua de cloro desprenden iodo libre.



Reacciones de los ferrocianuros.

Los ferrocianuros alcalinos son solubles en agua; los demás lo son en ácidos o hidróxido alcalinos. Se emplea ferrocianuro de potasio.

1. Con solución de nitrato de plata se forma un precipitado blanco, por calentamiento se oxida pasando a ferricianuro anaranjado.



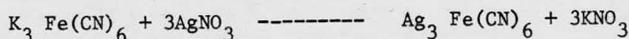
2. En medio neutro o ácido las sales férricas dan precipitado azul.
3. Con las sales de cobre da un precipitado café rojizo, insoluble en ácidos diluïdos.
4. Las sales de níquel dan precipitado de color verde pálido.

Reacciones de los ferricianuros.

Los ferricianuros alcalinos son solubles en agua; los demás lo son en ácidos o hidróxidos alcalinos.

Se emplea ferricianuro de potasio.

1. Con solución de nitrato de plata da un precipitado anaranjado de ferricianuro de plata.



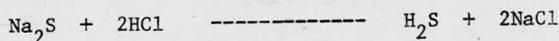
2. En ausencia de ferrocianuros, las sales ferrosas dan el azul de Turnbull.
3. Con las sales férricas dan coloración café amarillento, pero hay precipitación, (diferencia con ferrocianuros).
4. No precipita con las sales de cobre.

Reacciones de los aniones del segundo grupo.

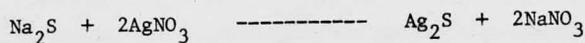
Reacciones de los sulfuros. Los sulfuros alcalinos y alcalinotérreos son solubles en agua, los demás en ácido.

Se emplea sulfuro de sodio.

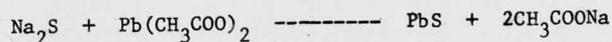
1. Con ácido sulfúrico o clorhídrico, diluidos o concentrados desprenden sulfuro de hidrógeno, de olor característico; además se puede comprobar por el ennegrecimiento de un papel filtro humedecido con solución de acetato de plomo.



2. Con solución de nitrato de plata produce un precipitado negro de sulfuro de plata.



3. Con solución de acetato de plomo se forma un precipitado negro de sulfuro de plomo.



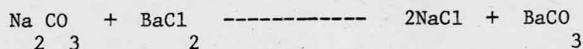
4. Los sulfuros solubles, pero no el sulfuro de hidrógeno, con el nitroprusiato de sodio en solución muy diluída dan coloración violeta; -- reacción característica y muy sensible.

Reacciones de los aniones del tercer grupo.

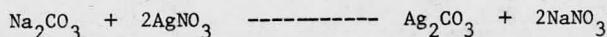
Los carbonatos alcalinos son solubles en agua, dando reacción alcalina por hidrólisis. Los demás se disuelven en ácidos con efervescencia.

Se emplea carbonato de sodio.

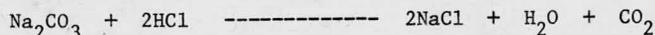
1. Los carbonatos solubles, con las sales de bario, estroncio y calcio - dan precipitado blanco, soluble en cualquier ácido.



2. Con solución de nitrato de plata precipitan carbonato de plata, de color blanco.



3. Con los ácidos hacen efervescencia, debido al desprendimiento de CO_2 que se puede identificar porque enturbia el agua de cal.

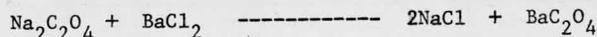


Reacciones de los oxalatos.

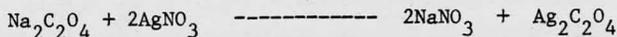
Los oxalatos de los metales alcalinos y el de magnesio, son solubles en -- agua; todos los otros oxalatos son insolubles en agua. Todos son solubles en ácidos diluídos.

Se emplea oxalato de sodio, u oxalato de amonio.

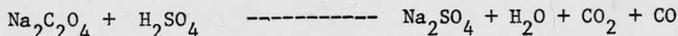
1. Con solución de cloruro de bario dan precipitado blanco.



2. Con solución de nitrato de plata se obtiene un precipitado blanco de oxalato de plata.



3. Con ácido sulfúrico concentrado se descomponen.



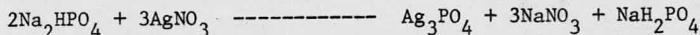
Reacciones de los aniones del cuarto grupo.

Reacciones de los fosfatos.

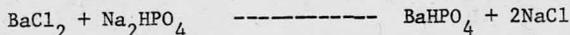
Son solubles en agua los fosfatos alcalinos y alcalinotérreos primarios. -
Los restantes son solubles en ácidos.

Se emplea fosfato disódico.

1. Con solución de nitrato de plata da un precipitado amarillo.



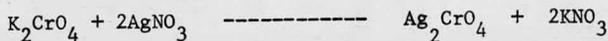
2. Solución de cloruro de bario: con soluciones neutras se obtiene un -
precipitado blanco.



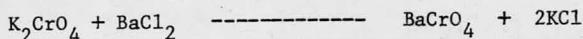
Reacciones de los cromatos.

Sólidos o en solución presentan coloración característica. Son solubles -
en agua los cromatos alcalinos, siendo la solución de color amarillo; son
oxidantes fuertes. Se emplea cromato de potasio.

1. Con solución de nitrato de plata da un precipitado rojizo brillante -
de cromato de plata.



2. Con solución de cloruro de bario se forma un precipitado amarillo pálido de cromato de bario.



3. Con el ácido clorhídrico, en caliente, desprenden cloro formando sal crómica verde.

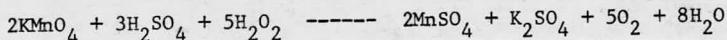


Reacciones de los aniones del quinto grupo.

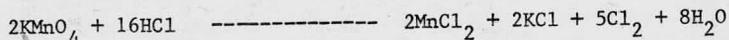
Reacciones de los permanganatos.

Todos los permanganatos son solubles en agua formando soluciones de coloración violeta rojizo. Se emplea permanganato de potasio.

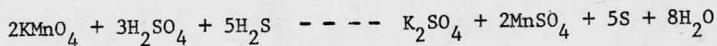
1. Peróxido de hidrógeno. La adición de este reactivo a una solución de permanganato acidificada con ácido sulfúrico diluido, produce decoloración y desprendimiento de oxígeno.



2. Acido clorhídrico concentrado. Por ebullición con éste ácido, todos los permanganatos desprenden cloro.



3. Sulfuro de hidrógeno: en presencia de ácido sulfúrico diluido desaparece el color violeta rojizo de la solución y precipita azufre.



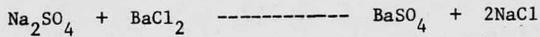
Se obtiene resultados similares con otros agentes reductores en presencia de ácido sulfúrico diluido. Estos pueden ser el dióxido de azufre, sulfato ferroso, ioduro de potasio, nitrito de sodio y ácido oxálico.

Reacciones de los aniones del sexto grupo.

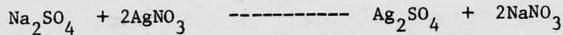
Reacciones de los sulfatos.

Los sulfatos de bario, estroncio y plomo son prácticamente insolubles en agua; los de calcio y mercúrico son escasamente solubles y la mayoría de los demás sulfatos son solubles. Se emplea sulfato de sodio.

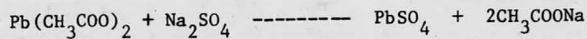
1. Solución de cloruro de bario: se produce un precipitado blanco de sulfato de bario.



2. Solución de nitrato de plata: con soluciones concentradas se obtiene un precipitado blanco, cristalino, de sulfato de plata.



3. Solución de acetato de plomo: se forma un precipitado blanco de sulfato de plomo.



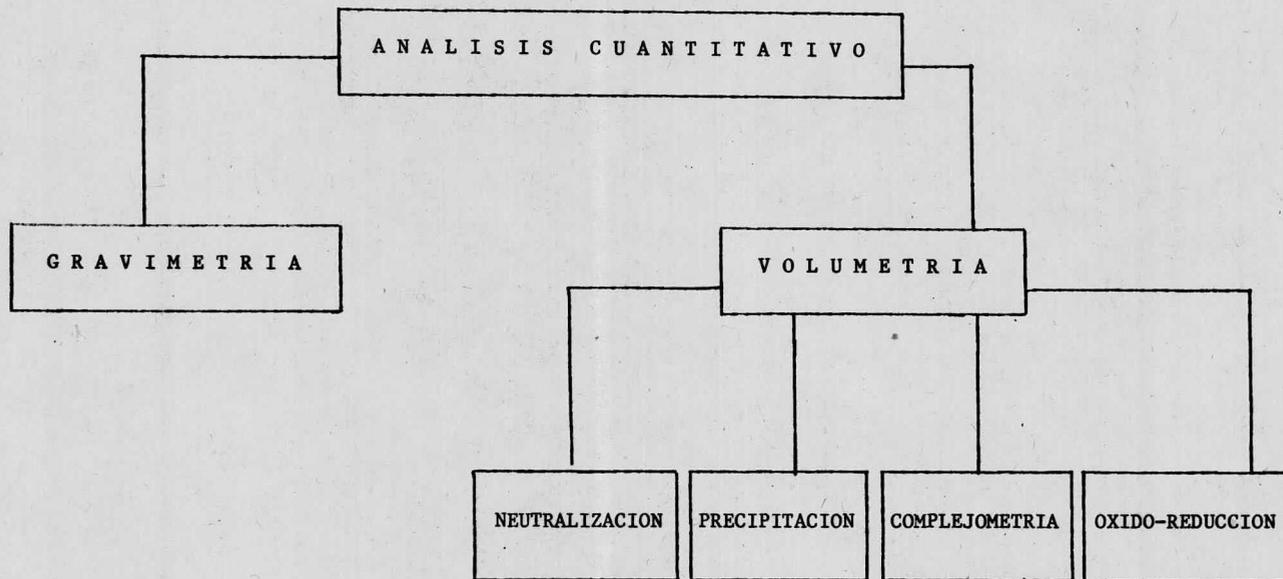
TECNICAS DE ANALISIS QUIMICO II.

Objetivos Generales del Curso:

1. El participante seleccionará el material, aparatos y equipo que se utilizan en la práctica de las determinaciones cuantitativas, de acuerdo al tipo de análisis que se realice.
2. El participante analizará muestras comerciales e industriales, aplicando las técnicas de gravimetría y volumetría con la precisión y exactitud y con las tolerancias que se le indiquen, siguiendo las técnicas para verificar normas y estándares.

Temario.-

- UNIDAD I. Material, aparatos y equipo de laboratorio
- UNIDAD II. Gravimetría. Métodos gravimétricos
- UNIDAD III. Volumetría. Métodos volumétricos:
Métodos de neutralización
Métodos complejométricos
Métodos de precipitación
Métodos de óxido-reducción



Material empleado en Análisis Cuantitativo.

Matraz.

Instrumento de vidrio graduado que sirve para cuantificar sustancias, mezclar o combinar sustancias y si se desea puede calentarse sin ningún contratiempo.

Vaso de precipitado.

Es de forma cilíndrica, está destinado a la sedimentación y formación de líquidos y precipitados.

Pipeta.

Tubo de cristal ensanchado en la parte media que sirve para trasladar pequeñas porciones de líquido de un vaso a otro, para lo cual se introduce en el líquido y antes de sacar el aparato se tapa su orificio superior hasta que se quiere que salga el contenido.

Bureta.

Tubo de vidrio graduado abierto en la parte superior y en la parte inferior estirado en un punto con orificio pequeño y provisto de una llave esmerilada de goma con una pinza; este dispositivo permite que pueda verterse gota a gota el líquido que contenga; se fija verticalmente a un soporte metálico. Sirve para medir volúmenes de líquidos que se gastan en las titulaciones.

Piseta.

Aparato de vidrio o plástico, con un tubo en la parte superior por el cual se obtiene un chorro de líquido que se utilizará en el lavado de precipitados y recipientes.

Crisol.

Recipiente de forma ligeramente cónica, constituido de materiales resistentes a elevadas temperaturas, se usa para fundir algunos materiales o sustancias a altas temperaturas.

Cápsula.

Recipiente que se usa en general para calentar o evaporar líquidos; es comúnmente de porcelana.

Mechero.

Aparato que efectúa una mezcla de gas y aire, cuya combustión produce una llama; utilizado para obtener un calentamiento adecuado en diversas operaciones químicas.

Probeta.

Aparato para medir líquidos.

Soporte universal.

Consta de una barra de fierro, la cual en uno de sus extremos tiene incrustado un tubo largo en el cual se sostienen diversos tipos de pinzas que sostendrán matraces, vasos los cuales se pondrán expuestos al calor.

Pinzas de Mohr.

Sirven para el sostenimiento de buretas.

Anillo de fierro.

Material de tipo de sostén, sirve para sostener recipientes.

Triángulo de porcelana.

Sirve para poner sustancias que necesitan fuego directo.

Anillo de tela de asbesto.

Tela o rejilla de alambre con centro de asbesto, permite el paso del fuego para calentar algún recipiente.

Mortero.

Se emplea para pulverizar sustancias.

Aparatos.

Balanza analítica.

Es el instrumento más importante en el análisis cuantitativo, la cual permite hacer pesadas hasta de 200 g con exactitud de 0.1 mg.

Consiste esencialmente de una caja de vidrio que se abre por la parte delantera por medio de una puerta que se desliza verticalmente y que está balanceada con contrapesos para permitir se mantenga a la altura deseada. La mayor parte de los tipos de balanzas analíticas están provistos de puertas laterales que permiten la cómoda introducción de los objetos por pesar y de las pesas. La citada caja de vidrio descansa sobre una placa de mármol, de pizarra o de vidrio, y el conjunto se apoya sobre la mesa mediante dos tornillos y un pie, que facilitan el colocar el instrumento en posición horizontal; ésta se comprueba mediante un nivel de burbuja o una plomada.

Cuidado de la balanza.

Debe colocarse sobre una mesa libre de vibraciones, en un lugar separado del laboratorio para evitar la acción nociva de gases y vapores sobre las partes metálicas del instrumento.

Quando no esté en uso, deberá mantenerse cubierta con una funda de tela compacta, para evitar la entrada de polvo.

Todo objeto que se coloque sobre los platillos debe haber adquirido la temperatura ambiente.

Nunca se pesen directamente sobre los platillos sustancias pulverizadas; éstas deben estar contenidas en vidrios de reloj, pesafiltros, crisoles o pequeños vasos.

Estufa.

Un aparato de uso indispensable en el análisis gravimétrico, es la estufa, que está constituida por una caja metálica de cobre o de aluminio, con una puerta en el frente. Estas estufas están calentadas por gas o por resistencia eléctrica. Las temperaturas máximas que alcanzan generalmente no pasan de 250°C, pero ordinariamente se ajustan para temperaturas entre 100-110°C; la regulación se efectúa mediante dispositivos especiales.

Las estufas eléctricas van desplazando a las calentadas por gas, ya que su uso es bastante cómodo y más económico.

Estos aparatos se emplean para secar crisoles, cápsulas, vidrios de reloj, etc., así como sustancias que intervienen en el análisis y que deben ser privadas de humedad, tales como muestras y precipitados para ser pesados después de haberlos dejado enfriar en el desecador.

Hornos o muflas.

Cuando una sustancia debe ser calentada a temperatura elevada, se emplean hornos o muflas de calefacción eléctrica, provistos de un pirómetro de termopar y de una resistencia variable para regular la temperatura. Estas muflas son de capacidad suficiente para varios crisoles, pero también se usan hornos pequeños para un solo crisol. La temperatura alcanzada en estos aparatos no pasa generalmente de los 1000°C, la cual es suficiente en la gran mayoría de las calcinaciones.

Desecadores.

Con objeto de enfriar los crisoles, cápsulas, pesafiltros, etc., antes de ser pesados, en una atmósfera libre de vapor de agua, se emplean los desecadores, los cuales son aparatos que constan de un recipiente de vidrio o de aluminio, cerrado mediante una tapa con ajuste esmerilado; en la parte inferior del recipiente se pone un cuerpo deshidratante, con objeto de mantener la atmósfera interior prácticamente libre de humedad; en la parte media del desecador se coloca una placa movable de porcelana, provista de perforaciones de tamaño -- apropiado para recibir los crisoles y las cápsulas.

Algunos desecadores tienen en su parte superior una llave de vidrio con tapón esmerilado para hacer el vacío del recipiente cuando la desecación de alguna sustancia así lo requiera.

Equipo de laboratorio.

1. Mesas de laboratorio
2. Instalación de agua
3. Instalación de gas
4. Instalación de electricidad
5. Instalación de aire y vacío
6. Campana de extracción
7. Botiquín
8. Extintor para casos de incendios
9. Depósito de arena
10. Regadera

Gravimetría.

Conjunto de operaciones que permiten conocer la concentración en que se encuentran los constituyentes de una muestra basándose en el peso de cada constituyente, o de algún compuesto que los contenga o que equivalga químicamente a ellos.

La precipitación es un método muy valioso para separar un componente activo de una muestra que se encuentra en solución y hasta fecha reciente era una técnica de análisis muy usual.

Cuando la fase sólida se ha separado se somete a un tratamiento que puede consistir en lavado de precipitados, recristalización, ignición, deshidratación, calentamiento hasta peso constante; en este caso el precipitado se pesa y se llega a la llamada determinación gravimétrica.

Un análisis gravimétrico típico consta de los siguientes pasos:

- a) La adición del reactivo adecuado para el ión en estudio, que forma el precipitado hasta la totalidad.
- b) Separación del precipitado por el procedimiento más conveniente.
- c) Purificación del precipitado con "lavados" de precipitado.
- d) Pesada del precipitado que debe corresponder a un compuesto específico.

En todo este proceso se deben tomar las siguientes precauciones:

1. La separación del sólido debe ser completa y no debe dejar una cantidad superior a 0.2 mg en la fase original.
2. La sustancia pesada debe ser químicamente pura.
3. La composición química del precipitado debe ser de composición bien definida porque los cálculos finales se basan en la fórmula del compuesto.

Cálculos en análisis gravimétrico.

En el análisis gravimétrico, por regla general, el elemento, radical o compuesto que se desea determinar cuantitativamente en una muestra dada, se separa del resto de los constituyentes en forma de un compuesto insoluble, el cual debe obedecer a la ley de las proporciones definidas, es decir, que los elementos que lo constituyen deben guardar entre sí una relación invariable. Solamente sobre esta base es posible determinar, a partir del peso del compuesto separado, la cantidad del elemento, radical o compuesto, contenida en la muestra que se analizó.

Para los cálculos en determinaciones gravimétricas se usa el factor gravimétrico. Se entiende por factor gravimétrico a la relación corregida de la masa molecular o atómica buscada entre la masa molecular del compuesto realmente pesado.

Conviene tener como recurso nemotécnico, la siguiente nomenclatura para los factores gravimétricos: en el numerador se pone a la sustancia buscada y en el denominador la sustancia encontrada.

Podemos establecer una fórmula general para calcular el porcentaje de un constituyente en una muestra dada, en la siguiente forma:

$$\% = \frac{F \times P \times 100}{M}$$

en donde:

F = factor gravimétrico
 P = peso del precipitado
 M = peso de la muestra

Análisis gravimétrico.

Determinación de pérdida de peso por calcinación.

La determinación de la operación secado o calcinado solo depende de la temperatura. Se entiende por secado cuando la temperatura no excede de 250°C; calcinación de 250 a 1200°C.

La pérdida de peso por calentamiento permite formarse un criterio respecto al tipo y calidad del material de que se trate para propósitos específicos.

Técnica.-

Pedir la muestra (1 a 3 g) en el crisol a peso constante y pesarlo con la muestra. Calcinar primero en el mechero con una llama pequeña teniendo cuidado para no perder parte de la muestra por una ignición violenta; calcinar hasta que no se desprendan humos y las paredes del crisol no tengan residuos de carbón. Toda esta operación se debe efectuar en una campana.

Se puede terminar la calcinación en el mechero con llama máxima o en la mufla a una temperatura de 400-525°C.

El período de calcinación será al principio durante 20 a 30 minutos, hasta que las cenizas no tengan residuos de carbón y tengan color blanco o gris; para enfriar el crisol en el desecador, se pasará primero a la estufa unos 5 minutos para que disminuya la temperatura, se deja enfriar en el desecador 30 minutos y se pesa; se repite el calentamiento durante períodos de 10 minutos y se enfría en el desecador durante 30 minutos hasta peso constante.

Cálculos:

Peso del crisol, a peso constante, vacío (P_1)

Peso del crisol, a peso constante, con muestra (P_2)

Peso del crisol, a peso constante, con las cenizas (P_3)

Peso de la muestra $P_2 - P_1 = M$

Peso de cenizas $P_3 - P_1 = A$

% de cenizas = $\frac{A \times 100}{M}$

% de pérdidas por calcinación = 100 - % cenizas

Determinación de sulfatos como sulfato de bario.

La solución diluida de un sulfato, que no debe contener más de un gramo de sustancia por cada 100 ml de la solución, se acidula con 5 ml de ácido clorhídrico diluido (1:10), se calienta a ebullición y se precipita adicionando poco a poco y agitando solución caliente de cloruro de bario, hasta que esté en exceso.

Se hierve el líquido durante unos minutos y después se deja digerir el precipitado durante una hora sobre el baño maría o sobre una pequeña flama, evitando que hierva el líquido, al cabo de lo cual se filtra, lavando por decantación con agua caliente, hasta que el filtrado no indique reacción de bario con solución diluída de ácido sulfúrico.

Si la filtración se hizo en papel, éste y el precipitado se secan a la estufa y después se calcinan con mechero en un crisol de porcelana, hasta incineración total del papel filtro.

Una vez lograda la incineración del papel, se calienta durante 10 minutos más, colocando el crisol abierto e inclinado.

Después de dejar enfriar, se pesa.

$$\text{Factor} = \frac{\text{SO}_4}{\text{BaSO}_4} = 0.4115$$

Determinación al estado de óxido férrico, Fe_2O_3

Precipitación del hidróxido con amoníaco.

La solución que contiene una sal de fierro se hierve después de agregar - unas gotas de ácido nítrico concentrado para asegurar que todo el metal esté en forma trivalente; después de diluir convenientemente, de tal manera que a cada 0.1 g de fierro, correspondan más o menos 100 ml de solución, se lleva a ebullición y se trata con solución diluída al 10% de hidróxido de amonio en ligero - exceso, de manera que su olor sea perceptible.

Se hierve uno o dos minutos más y después de dejar enfriar un poco, se filtra el precipitado formado de color café rojizo, en papel filtro cuantitativo, donde se lava repetidas veces con agua caliente.

Precipitado y papel se colocan dentro de un crisol de porcelana tarado, - con precaución se calienta éste, hasta que se haya evaporado el agua y después se calcina con intensidad creciente con objeto de incinerar el papel a no muy alta temperatura y evitar reducción del óxido por el carbón.

La calcinación puede hacerse bien sea con un buen mechero Bunsen o la mufla eléctrica, si se emplea el primero debe evitarse que gases reductores penetren al crisol, los cuales pueden reducir el óxido férrico a óxido ferroso-férrico. Si, por otra parte, se emplea la mufla eléctrica, la temperatura no debe exceder se de los 1000°C, ya que en tal caso también se descompondría el óxido férrico en el mismo sentido de la reducción.

Después de 30 a 40 minutos de calcinación con libre acceso del aire al interior del crisol, se deja enfria y se pesa el Fe_2O_3 formado.

$$\text{Factor} = \frac{2\text{Fe}}{\text{Fe}_2\text{O}_3} = 0.6994$$

Nota: es necesaria la oxidación del fierro a sal férrica, para obtener sólo el hidróxido férrico, ya que el hidróxido ferroso es bastante soluble en las condiciones del método.

El hidróxido férrico tiene un producto de solubilidad muy pequeño, lo que permite una precipitación total, y lavados abundantes con agua caliente.

Volumetría.

La volumetría se refiere a todos aquellos métodos por los cuales las reacciones químicas se realizan empleando soluciones de reactivos de concentración y volumen conocidos que actúan sobre ciertos volúmenes representativos de una muestra dada.

El punto final de la reacción se pone de manifiesto con el auxilio de sustancias llamadas indicadores.

El peso de la sustancia buscada se calcula teniendo en cuenta el volumen y la concentración de la solución tipo utilizada. La operación mediante la cual se determina la cantidad de solución tipo utilizada, se denomina valoración.

Una valoración o titulación es un proceso dentro del cual la capacidad de una sustancia por combinarse con un reactivo es medida cuantitativamente. El punto en el cual alguna indicación manifiesta señale que la reacción se ha verificado completamente se denomina punto final de la valoración. El punto final debe coincidir lo más exactamente posible con el punto en el cual han reaccionado cantidades equivalentes del reactivo y de la sustancia que se valora. Éste se denomina punto de equivalencia.

Los métodos volumétricos son exactos y su rapidez es notable, debido a ello su uso está ampliamente difundido.

La solución de concentración conocida se llama solución valorada o solución titulada; debe reunir ciertas características:

1. Contener un compuesto químico de alto grado de pureza que intervenga directamente en la reacción química en estudio.
2. Conservar su estructura química durante su preparación y después de la disolución en el disolvente adecuado.
3. Equivaler exactamente sus grupos activos, a los correspondientes de la sustancia que se está valorando, de manera que en el punto final de la reacción, los mismos números de iones o moléculas hayan reaccionado tanto del reactivo conocido como del valorado.

Para que una reacción se pueda usar en análisis volumétrico ha de cumplir - las siguientes condiciones:

1. Ha de ser prácticamente completa cuando están presentes cantidades -- equivalentes de sustancias reaccionantes.
2. Debe ser prácticamente instantánea.
3. El punto final debe quedar visiblemente definido por algún cambio en - las propiedades físicas o químicas de la solución, por ejemplo, un cam - bio de color o la formación de un precipitado. Cuando los reactivos - por si solos no ponen de manifiesto el punto final, se añade una terce - ra sustancia llamada indicador, que reacciona cuando la reacción prin - cipal se ha verificado por completo.

Métodos del análisis volumétrico.

Basándose en el tipo de reacciones estequiométricas que tienen lugar entre las soluciones valoradas y los elementos o compuestos que se desea determinar -- cuantitativamente, se puede dividir la volumetría en cuatro grandes grupos.

El primero de ellos comprende los métodos que se basan en la neutralización mutua de una solución valorada y la solución que constituye el problema; es decir, este grupo se refiere a reacciones de neutralización ó unión de iones ácidos por iones alcalinos o viceversa; es por esto que se llama a este grupo volumetría por neutralización, el cual se subdivide en alcalimetría y acidimetría.

El segundo grupo se refiere a los métodos que se fundan en reacciones en - las que tampoco hay cambio de estado de oxidación entre los elementos que inter - vienen; son reacciones de sustitución que se caracterizan por dar lugar a la for - mación de precipitados; por esta razón también se designa a este grupo volume - tría por precipitación.

El tercer grupo volumétrico es el de más reciente creación y como en los anteriores, tampoco en éste se observa como fundamental cambios en los estados de oxidación; no se fundan en la neutralización ni la formación de precipitados es base estequiométrica para los cálculos; en cambio tienen una característica en la que se funda su diferencia y es la formación de compuestos complejos o de coordinación, en los que interviene una sustancia orgánica de características especiales, por una parte y iones metálicos por la otra; la solución valorada contiene el compuesto orgánico que formará el complejo; el nombre que recibe este grupo es el de complejometría.

El cuarto grupo de la volumetría lo constituyen métodos basados en el intercambio de electrones entre un reactivo valorado y la sustancia por determinar cuantitativamente, o sea que se trata de reacciones de oxidación-reducción. Este grupo se conoce con el nombre de oxidimetría y se subdivide en subgrupos designados cada uno según el nombre del reactivo oxidante empleado. Los subgrupos son: permanganimetría, yodometría, dicromatometría y ceriometría.

Volumetría por Neutralización.

Los métodos volumétricos de alcalimetría y acidimetría tienen como fundamento la acción mutua entre ácidos y bases, es decir, reacciones de neutralización; mediante soluciones alcalinas de concentración conocida, al hacerlas actuar cuantitativamente sobre soluciones de ácidos, se determina la cantidad de éstos (Acidimetría), e inversamente, disponiendo de soluciones valoradas de ácidos, se determina la cantidad de sustancias alcalinas (Alcalimetría).

Preparación de soluciones valoradas empleadas en alcalimetría y acidimetría.
Solución 0.1N de ácido clorhídrico.

Se miden en una probeta 10 ml de ácido clorhídrico con densidad de 1.19, se pasan a un matraz aforado de 1 litro y se afora éste con agua destilada.

Titulación de la solución 0.1N de HCl. Tiene como base el uso de sustancias alcalinas de elevada pureza; se emplea como sustancia patrón carbonato de sodio anhidro.

Se pesan 0.2500 g de carbonato de sodio y se disuelven en 50 ml de agua destilada. Se agregan 2 gotas del indicador anaranjado de metilo y se procede a la titulación dejando caer poco a poco de una bureta, la solución ácida - cuya normalidad se desea conocer. El final de la titulación lo indica la aparición de un color canela; se hacen tres titulaciones para tener un valor comprobado del gasto de los mililitros de HCl.

Cálculos:

$$N_x = \frac{g}{m.e. \times ml}$$

N_x = normalidad buscada

g = peso de la sustancia pura

m.e. = miliequivalente de la anterior

ml = mililitros empleados de la solución cuya normalidad se busca

Solución 0.1N de hidróxido de sodio.

Teniendo en cuenta que el peso equivalente del hidróxido de sodio es 40, para un litro de solución decinormal se necesitan 4 g; debido a las impurezas que contiene, se pesan en un vaso de precipitados 5 g del hidróxido, se disuelven inmediatamente en 100 ml de agua destilada. Se trasvasa a un matraz aforado de 1 litro y se afora.

Titulación de la solución 0.1N de NaOH. Se emplea como sustancia patrón -- biftalato de potasio. Se pesan 0.800 g de biftalato y se disuelven en 50 ml de agua destilada, se agregan 2 gotas de fenolftaleína como indicador y se titula con la solución del hidróxido por valorar puesta en una bureta. - El final de la titulación lo indica la aparición de un color rosa.

Cálculos:

$$N_x = \frac{g}{m.e. \times ml}$$

Determinaciones acidimétricas y alcalimétricas.

Con las soluciones valoradas obtenidas, se puede hacer la valoración de un gran número de sustancias, entre las que se cuentan en primer lugar aquellas de carácter ácido y las de carácter básico, siendo también posible la valoración de algunas mezclas, tales como las de carbonatos e hidróxidos, y de carbonatos y bi carbonatos alcalinos.

Valoración de ácido fuerte con base fuerte.

Se afora la solución problema a 100 ml con agua destilada.

Tomar una alícuota de 10 a 20 ml en matraces Erlenmeyer de 250 ml

Diluir a un volumen aproximado de 50 ml con agua destilada.

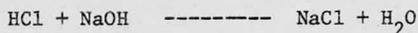
Agregar 2 gotas de anaranjado de metilo como indicador.

Titular con solución de hidróxido de sodio 0.1N.

El punto final se reconoce por el color canela, que con una gota más pasa a amarillo.

Cálculos:

$$g = V \times N \times \text{Meq.} \times \text{alícuota}$$



Valoración de un ácido débil con base fuerte.

Diluir la muestra problema con agua destilada a 100 ml en un matraz volumétrico.

Se miden alícuotas de 10 a 20 ml en matraces Erlenmeyer de 250 ml.

Agregar 2 gotas de fenolftaleína como indicador

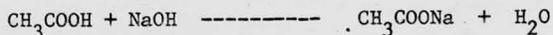
Titular con solución de hidróxido de sodio 0.1N

El punto final se reconoce por la aparición de un color rosa.

Calcular con los datos obtenidos, el contenido de ácido en la muestra.

Cálculos:

$$g = V \times N \times \text{m.e.} \times \text{alícuota}$$



Determinación de carbonatos alcalino-térreos.

Se pesan aproximadamente 0.2 g de muestra y se colocan en un matraz Erlenmeyer.

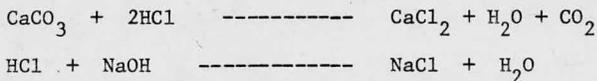
Se disuelven con 50 ml de HCl 0.1 N

Se calienta a ebullición durante 10 minutos y se deja enfriar.

Agregar 2 gotas de fenolftaleína como indicador y titular el exceso de ácido con hidróxido de sodio 0.1 N, hasta coloración rosa.

Cálculos:

$$\% \text{CaCO}_3 = \frac{V_{\text{HCl}} \times N_{\text{HCl}} - V_{\text{NaOH}} \times N_{\text{NaOH}} \times \text{m.e. CaCO}_3}{\text{Peso de la muestra}} \times 100$$



Método de Warder para la determinación de carbonato y bicarbonato de sodio en un "tequesquite".

Fundamento del método.

Se basa en la transformación del carbonato alcalino a bicarbonato, usando como indicador fenolftaleína y solución valorada de HCl como reactivo titulante, Posteriormente la transformación de los bicarbonatos alcalinos ya existentes, y los provenientes de la reacción anterior, a cloruros alcalinos, usando como indicador anaranjado de metilo y solución valorada de HCl como agente titulante.

Técnica.

Pesar de 100 a 150 mg de la muestra original.

Trasvasar a un matraz Erlenmeyer, disolver con agua destilada y diluir a - 100 ml, agregar 2 ó 3 gotas de fenolftaleína.

Titular con HCl, agitando hasta que la solución quede incolora.

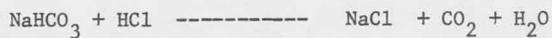
Tomar la lectura correcta de los ml empleados e identificarlos como V_1 .

Adicionar 2 ó 3 gotas de anaranjado y continuar la titulación hasta color canela, identificar como V_2 los ml empleados.

Cálculos:

$$\% \text{ Na}_2\text{CO}_3 = \frac{2V_1 \times \text{m.e.} \times N \times 100}{\text{Peso muestra}}$$

$$\% \text{ NaHCO}_3 = \frac{(V_2 - V_1) \text{ m.e.} \times N \times 100}{\text{Peso muestra}}$$



Complejometría.

Este grupo volumétrico, es el de más reciente creación. Tienen una característica que lo diferencia de los demás métodos volumétricos, esto es, la formación de compuestos complejos o de coordinación, en los que interviene una sustancia orgánica de características especiales, por una parte, y iones metálicos por la otra; la solución valorada contiene el compuesto orgánico que formará el complejo. El nombre que recibe este grupo es el de complejometría.

Entre los compuestos más empleados en titulaciones complejométricas se tiene el ácido etilendiamino tetraacético (EDTA).

El EDTA es un agente quelante que forma complejos con la mayoría de los cationes, sin importar su número de oxidación, exceptuando principalmente los alcalinos. Por esta propiedad se usa para la determinación, entre otros, de calcio y magnesio para el análisis de dureza en aguas industriales y potables.

Preparación de una solución 0.01 M de EDTA.

Para preparar la solución basta con pesar la centésima parte del peso molecular, ó sea 3.72 g de la sal disódica, disolver en agua destilada y aforar a un litro, en matraz aforado.

Valoración de la solución: en caso de no tener un reactivo analítico, se requiere valorar la solución, utilizando una solución de carbonato de calcio preparada de la siguiente forma: se disuelven 1 g de carbonato de calcio en la mínima cantidad de ácido clorhídrico, se alcaliniza ligeramente al papel tornasol, - con hidróxido de amonio y se afora a un litro.

Procedimiento para la valoración:

Se toman 25 ml de la solución de calcio, se pasan a un matraz Erlenmeyer; a continuación se agregan 25 ml de agua destilada.

Agregar 5 ml de solución reguladora de pH de 10, preparada disolviendo 68g de cloruro de amonio en 200 ml de agua destilada, agregando 570 ml de hidróxido de amonio concentrado y aforado a un litro.

Se agregan 25 mg aproximadamente de indicador, preparado mezclando y moliendo 0.2 g de eriocromo negro T con 100 g de cloruro de sodio.

Se titula con la solución de EDTA hasta cambio de color rojo vino a azul claro.

Cálculos:

$$\text{Molaridad EDTA} = \frac{\text{g de carbonato} \times \text{alícuota}}{\text{volumen EDTA} \times \text{milimol CaCO}_3 \times \text{aforo}}$$

$$\text{Milimol CaCO}_3 = 0.0100$$

Determinación de calcio y magnesio con EDTA.

Para la utilización del agua, industrialmente o como agua potable, es necesario conocer su dureza; ésta corresponde al contenido de iones calcio y magnesio disueltos en el agua.

La determinación más rápida y accesible se efectúa con EDTA, titulándose primero el calcio y el magnesio con eriocromo negro T como indicador.

Titulación.

Reactivos: solución valorada 0.01 M de EDTA, solución reguladora, preparada disolviendo 70 g de cloruro de amonio en 455 ml de hidróxido de amonio concentrado y aforando a un litro con agua destilada.

Procedimiento:

Tomar 25 ml del agua con una pipeta.

Agregar 10 ml de solución reguladora

Agregar 25 mg de indicador eriocromo negro T

Titular con EDTA hasta coloración azul claro.

Titulación de calcio con EDTA y calceína.

Tomar 25 ml del agua con pipeta

Agregar 10 ml de solución de NaOH

Agregar 0.5 ml de indicador calceína.

Titular con EDTA hasta cambio del color verde fosforescente al color rosa.

Cálculos:

$$\text{ppm CaCO}_3 = \frac{V_2 \times M_1 \times M_3 \times 1000}{V_3}$$

$$\text{ppm MgCO}_3 = \frac{(V_1 - V_2) \times M_1 \times M_2 \times 1000}{V_3}$$

M_1 = molaridad del EDTA

V_1 = volumen de EDTA en primera titulación

V_2 = volumen de EDTA en segunda titulación

M_2 = mol de MgCO_3

M_3 = mol de CaCO_3

V_3 = volumen de muestra

Métodos volumétricos por precipitación.

Existen en el análisis volumétrico un grupo de reacciones de sustitución en las que uno de los productos es insoluble, y por esto, a los métodos que tienen como base la formación de un precipitado, se les denomina volumetría por precipitación.

En las reacciones en las que intervienen los iones plata, se les designa bajo el nombre de argentometría.

Solución 0.1N de nitrato de plata. Se pesan 16.994 g de nitrato de plata - y se lleva a un litro con agua destilada; la solución será entonces 0.1000 N.

Determinación de cloruros por el método de Mohr.

Se pesan de 0.5 a 0.6 g de muestra, los cuales se disuelven en agua llevando el volumen a 100 ml en un matraz volumétrico.

Tomar una alícuota de 10 ml y pasarlo a un matraz Erlenmeyer.

Diluir a un volumen aproximado de 50 ml y agregar como indicador de 5 a 10 gotas de cromato de potasio.

Titular con la solución 0.1 N de nitrato de plata, hasta una coloración rojiza.

Cálculos:

$$g = V \times N \times m.e. \times \text{alícuota}$$

V = volumen de nitrato de plata empleados en la titulación

N = normalidad del nitrato de plata

m.e. = miliequivalente del cloruro de sodio

Nota: La valoración de bromuros y de yoduros solubles se efectúa de la misma forma.

Determinación de plata por el método de Volhard.

Se afora la muestra a 100 ml

Se toma una alícuota y se acidula con 4-5 ml de ácido nítrico concentrado.

Agregar 5 ml de sulfato férrico como indicador

Se titula con solución 0.1 N de sulfocianuro de potasio hasta color rojizo permanente.

Cálculos:

$$g = V \times N \times m.e. \times \text{alícuota}$$

Métodos volumétricos de oxidación y reducción.

Una gran parte de los métodos cuantitativos volumétricos están basados en la acción recíproca entre agentes oxidantes y agentes reductores. En los métodos volumétricos por oxidación-reducción, se emplean soluciones valoradas de sustancias oxidantes o reductoras para la determinación de agentes reductores u oxidantes, respectivamente.

La base de los métodos de oxidación-reducción, es en términos generales, la misma que en los métodos por neutralización; sin embargo, debe señalarse desde luego una diferencia que es fundamental: mientras que en los procesos de neutralización ninguno de los iones cambia su valencia, en las reacciones de oxidación-reducción es inherente al fenómeno ese cambio en algunos de los elementos que toman parte en ellas.

Esto está claramente explicado por las teorías modernas en las que se basan las definiciones de oxidación y reducción, según las cuales sabemos que oxidación es el fenómeno que resulta de la pérdida de uno o más electrones por un átomo o un ión, y que reducción es el fenómeno en el cual un átomo o un ión aumenta el número de sus electrones. Así pues si un átomo o un ión, oxidado, aumenta el número de electrones, se transforma en el átomo o ión reducido, y viceversa.

Entre los agentes oxidantes más comunmente empleados en forma de soluciones valoradas se tienen en primer término al permanganato de potasio y al yodo; menos empleados, aunque cada día adquieren mayor importancia, son el dicromato de potasio y el sulfato cérico. Estos oxidantes se emplean en combinación con agentes reductores; así en los métodos basados en el uso del permanganato en solución valorada, como reductor se emplea el ácido oxálico o el sulfato ferroso; con el yodo, el tiosulfato de sodio, y con el dicromato de potasio y el sulfato cérico, las sales ferrosas.

Esta parte del análisis se divide en cuatro grupos, a cada uno de los cuales se le designa de acuerdo con el reactivo oxidante empleado como base; así, los métodos oxidimétricos más importantes se dividen en: Permanganimetría, Yodometría, Dicromatometría y Cerimetría.

De estos grupos el que más desarrollo ha tenido es el de Permanganimetría, hecho que debe atribuirse a la circunstancia muy especial de que el permanganato, por el intenso color de sus soluciones acuosas, constituye su propio indicador para conocer el final de las reacciones. Sigue después en orden de importancia la Yodometría, en la que el magnífico indicador específico del yodo, el engrudo de almidón, facilita notablemente las titulaciones; no ocurre lo mismo con la Dicromatometría y la Cerimetría; el color de las soluciones de dicromato de potasio y de sulfato cérico no permiten observar con facilidad el final de una reacción, y no ha sido sino hasta estos últimos años que se han encontrado indicadores especiales de óxido-reducción aplicables a los métodos antes citados.

Permanganimetría.

De los métodos oxidimétricos conocidos, el más antiguo es el basado en el uso de las soluciones de permanganato de potasio. El fundamento de la acción del permanganato en solución ácida sobre un agente reductor puede expresarse por la ecuación:



Aquí vemos que el manganeso cambia su valencia - 7 a - 2, por la adición, a un átomo, de 5 electrones; en forma general de acuerdo con la ecuación anterior, podemos decir que el peso equivalente del KMnO_4 es igual a su peso molecular entre cinco:

$$\frac{\text{KMnO}_4}{5} = \frac{158.03}{5} = 31.606 \text{ g}$$

Preparación de una solución 0.1 N de permanganato de potasio.

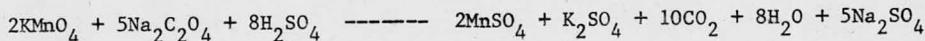
Se pesan 3.3 g aproximadamente, disolver en 500 ml de agua destilada y hervir media hora dejar reposar 24 horas, filtrar a través de lana de vidrio o en un filtro de vidrio y aforar a un litro con agua destilada hervida y fría, guardar en frasco ámbar.

Valoración de la solución.

El mejor método para la titulación de las soluciones de permanganato es el que se basa en el uso del oxalato de sodio como reductor.

Se pesan con exactitud de 0.2 a 0.3 g de oxalato de sodio previamente secado a 100-110°C, y se coloca en un matraz Erlenmeyer; se disuelve con 50 ml de agua destilada y se le agrega 20 ml de ácido sulfúrico diluido (1:8). La solución se calienta a 70°C y se titula dejando caer la solución de permanganato lentamente y agitando el matraz, hasta que se produzca un color rosa permanente.

Reacciones:



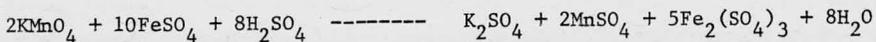
Cálculos:

$$N_x = \frac{g}{\text{m.e.} \times \text{volumen}}$$

- N_x = normalidad del permanganato
 g = gramos de oxalato de sodio
 m.e. = miliequivalente del oxalato de sodio
 V = volumen de permanganato empleados en la titulación

Determinación de sales ferrosas.

La reacción de oxidación-reducción que sirve de base en la determinación volumétrica de las sales ferrosas, es la siguiente:



Esta reacción se efectúa con facilidad en presencia de ácido sulfúrico; el ácido clorhídrico y los cloruros afectan la reacción dando resultados altos.

Técnica:

Aforar la solución problema a 100 ml con agua destilada.

Tomar alícuota de 20 a 25 ml y pasarla a un Erlenmeyer

Diluir con agua destilada a un volumen aproximado de 40 ml.

Agregar 10 ml de ácido sulfúrico (1:4) y titular en frío hasta coloración rosa permanente, con el permanganato.

Cálculos:

$$g = V \times N \times \text{m.e.} \times \text{alícuota}$$

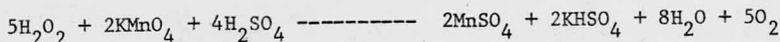
V = volumen de permanganato empleado en la titulación

N = normalidad del permanganato

m.e. = miliequivalente del fierro

Determinación de H_2O_2 en agua oxigenada comercial.

El peróxido de hidrógeno es oxidado fácilmente por el permanganato en solución ácida.



Técnica:

Aforar a 100 ml la solución problema

Tomar una alícuota de 10 ml y pasarla a un matraz

Diluir a un volumen aproximado de 50 ml con agua destilada

Agregar 10 ml de ácido sulfúrico diluido (1:4)

Titular en frío hasta color rosa

Cálculos:

$$g = V \times N \times \text{m.e.} \times \text{alícuota}$$

g = gramos de H_2O_2

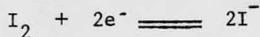
V = volumen de permanganato empleado en la titulación

N = normalidad del permanganato

m.e. = miliequivalente del peróxido de hidrógeno

Yodometría.

La yodometría constituye una parte de los métodos de oxidación-reducción, - que se refiere a las valoraciones de sustancias reductoras mediante soluciones - de yodo, y a las determinaciones de yodo por medio de soluciones de tiosulfato - de sodio. Todos estos métodos están basados en la acción oxidante del yodo y re ductora de los yoduros, que puede condensarse en la reacción reversible:



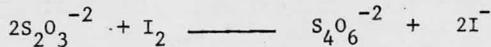
Se emplean dos soluciones valoradas que sirven de base a todas las determi- naciones: la solución de yodo y la de tiosulfato de sodio.

Un grupo de reacciones yodométricas se basan en la acción oxidante del yodo sobre sustancias reductoras, a este grupo se le designa con el nombre de métodos yodométricos directos.

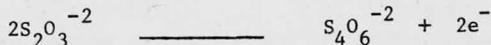
Otro grupo de reacciones tienen como fundamento la acción reductora de los yoduros, cuyo resultado es la liberación de yodo valorable con soluciones de - tiosulfato: a este grupo se le llama métodos yodométricos indirectos.

Algunos autores establecen dos nombres para estos métodos: yodimetría y - yodometría; en esta obra se adopta lo mencionado líneas arriba.

Preparación de una solución decinormal de tiosulfato de sodio: $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$



Según la reacción fundamental el tiosulfato de sodio es oxidado a tetratio- nato de sodio y el yodo es reducido a yoduro. Dos iones de tiosulfato ceden 2 electrones para pasar a tetratio_nato, por lo tanto, el peso equivalente para - una molécula de tiosulfato de sodio es su peso molecular entre uno.



Pesar 25 g de tiosulfato de sodio y disolverlos en 100 ml de agua previamente hervida y enfriada. El agua debe ser hervida para expulsar el CO_2 que se encuentra disuelto, agregar un gramo de carbonato de sodio como estabilizador y - aforar a un litro con agua hervida; guardar la solución en un frasco tapado al - abrigo de la luz solar directa.

Valoración de la solución.

Con una pipeta volumétrica tomar 25 ml de permanganato de potasio valorado y pasarlos a un matraz Erlenmeyer de 300 ml, agregar una solución de 6 g de yodo de potasio disueltos en 50 ml de agua acidulada con 2-3 ml de ácido clorhídrico concentrado. Agitar y dejar reaccionar durante 10 minutos al abrigo de la luz; titular con solución de tiosulfato hasta que la solución tome un color amarillo ligero, se adicionan 2 ml de solución de almidón, tomando la solución una coloración azul, se sigue adicionando tiosulfato hasta la desaparición del color azul.

Cálculos:

$$N_1 \times V_1 = N_x \times V_2$$

$$N_x = \frac{N_1 \times V_1}{V_2}$$

Dicromatometría.

Aprovechando las propiedades oxidantes del dicromato de potasio, sobre los iones ferrosos principalmente, se ha elaborado una serie de métodos oxidimétricos que reciben el nombre común de dicromatometría. La reacción fundamental puede expresarse así:



En la reacción se ve que cada átomo de cromo del dicromato, al cambiar a sal crómica, pasa de estado de oxidación 6 a 3, es decir que hay un cambio de tres electrones en cada cromo, y como el dicromato tiene dos átomos de ese elemento, el cambio total de estado de oxidación es de seis, luego el peso equivalente de dicha sal es igual a la sexta parte de su peso molecular:

$$\frac{249.19}{6} = 49.03$$

Preparación de la solución 0.1 N de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.

Se prepara pesando 4.903 g de la sal pura, disolviendo en agua y completando el volumen a un litro. En estas condiciones se obtendrá una solución 0.1000N, que no requiere titulación posterior.

Indicadores empleados en dicromatometría: difenilamina y difenil benzidina

Métodos dicromatométricos.

Determinación de fierro en sales ferrosas.

Se pesan 5 g de la muestra que contiene la sal ferrosa, se disuelven en agua y el volumen se lleva a 250 ml en matraz aforado; de esta solución se miden con pipeta 25 ml en un matraz Erlenmeyer, se diluyen a 50 ml con agua que contenga 5% de ácido sulfúrico; se ponen 3-5 ml de ácido fosfórico siruposo y cinco gotas de solución sulfato sódico de difenilamina. Se titula con solución 0.1 N de dicromato de potasio, hasta que la solución adquiera un color azul-verdoso; continuar la titulación con lentitud, es decir, esperando unos segundos entre una gota y otra, hasta que el color se torne azul-violeta, que indica el final de la oxidación.

Cerimetría.

El sulfato cérico fue propuesto como agente oxidante desde mediados del siglo pasado, pero su aplicación al análisis volumétrico se debe a los estudios de Willard y Young (1928), en la actualidad su uso se ha ido generalizando.

Preparación de la solución 0.1 N de $Ce(SO_4)_2$.

El peso molecular del sulfato cérico es 332.25; la cantidad teórica para un litro de solución decinormal es 33.225 g. Se pesan 35 g aproximadamente de la sal, que no se requiere sea de elevada pureza; se ponen en un vaso de medio litro, se adicionan 50 ml de ácido sulfúrico diluido (1:1) se calienta suavemente y se va diluyendo poco a poco con agua hasta obtener solución completa; se deja enfriar y se pasa a un matraz aforado de un litro, llenando con agua hasta la marca; se deja reposar durante 12 horas y se filtra, si es necesario, debido a la formación de sales básicas insolubles.

Titulación. La titulación de la solución de sulfato cérico usando el anhídrido arsenioso es la más exacta de las conocidas, y la única dificultad que presenta es que la reacción es muy lenta; se acelera mediante la acción catalítica de cloruro de iodo (trazas). Se pesan con exactitud 0.2 g de anhídrido arsenioso puro y seco; se colocan en un matraz Erlenmeyer de 300 ml. Se agregan 25 ml de solución de NaOH al 5% y se calienta hasta solución completa del óxido, se diluye con 100 ml de agua y se deja enfriar.

Agregar 25 ml de ácido sulfúrico diluido (1:5) y 2 a 3 gotas de solución 0.01 N de tetróxido de osmio que sirve de catalizador. Como indicador se agregan una a dos gotas de ferroin. Se titula con la solución de sulfato cérico cuya normalidad se desea averiguar, hasta que el color rojo naranja del indicador cambie a incoloro o a azul pálido.

Para el cálculo de la normalidad se tendrá en cuenta que el peso equivalente del anhídrido arsenioso es igual a la cuarta parte de su peso molecular, o sea 49.48. La normalidad de la solución será:

$$N = \frac{A}{0.04948 \times B}$$

A = peso del As_2O_3 usado en la titulación

B = mililitros de solución de sulfato cérico empleados

N = normalidad

Preparación del indicador.

Se puede preparar a partir del clorhidrato o del monohidrato de orto fenantrolina. Con el clorhidrato, se disuelven en agua 1.624 g de clorhidrato de o-fenantrolina y 0.695 de sulfato ferroso cristalizado, completando el volumen a 100 ml. Con el monohidrato, se disuelven en las mismas condiciones del anterior 1.485 g de monihidrato de o-fenantrolina, con 0.695 g de sulfato ferroso cristalizado y el volumen se lleva a 100 ml. Este indicador en la actualidad se encuentra a menudo en la literatura bajo la designación de ferroin.

Métodos ceriométricos.

Determinación de hierro. La solución de sal ferrosa se diluye con agua a un volumen de 100 ml, se acidula con 50 ml de ácido sulfúrico diluido (1:5), y después de agregar una gota de la solución de indicador ferroin, se titula con solución decinormal de sulfato cérico, hasta que el color rojo del indicador cambie a azul pálido.

Determinación de ferrocianuros. El sulfato cérico oxida fácilmente a los ferrocianuros transformándolos en ferricianuros, en solución ácida. Si el ferrocianuro por valorar se encuentra en solución, se medirá un volumen adecuado y con él se procederá como se indica después. Si la muestra es sólida, se pesa 1 g de ella, se disuelve en 150 ml de agua, se adicionan 25 ml de ácido sulfúrico diluido (1:5) y una gota de ferroin como indicador; se titula con solución valorada de sulfato cérico hasta que se produzca el cambio de color del indicador.

TECNICAS DE ANALISIS QUIMICO III.

Objetivos Generales del Curso:

El participante verificará las normas y estándares aprobadas por la Dirección General de Normas y en algunos casos los particulares propios de los requisitos de calidad que las empresas o el consumidor hayan establecido, aplicando las técnicas de muestreo, ensaye y análisis en las diversas etapas de la manufactura-materias primas, materiales en proceso y productos - en las industrias de: alimentos, forrajes, fertilizantes, vinos y licores.

Temario.-

- UNIDAD I. Control de Calidad
- UNIDAD II. Análisis de Agua
- UNIDAD III. Análisis de Alimentos para el hombre
- UNIDAD IV. Análisis de Alimentos para animales
- UNIDAD V. Análisis de Suelos y Fertilizantes
- UNIDAD VI. Análisis de Vinos y Licores
- UNIDAD VII. Análisis de Grasas, Aceites y Ceras
- UNIDAD VIII. Análisis de Combustibles y Lubricantes
- UNIDAD IX. Análisis de Minerales
- UNIDAD X. Análisis de Pigmentos y Colorantes

UNIDAD I. Control de Calidad

El control de calidad tiene por objeto la producción de artículos de las - cualidades deseadas con el mínimo consumo de materias primas, de los gastos de - mano de obra directa y de los costos de mantenimiento y mano de obra indirecta, aplicándolo correctamente, proporciona economía en la producción y en las com-- pras, mejores relaciones con consumidores, mayores ventas potenciales y un fun-- cionamiento de mayor eficacia.

El control de calidad puede definirse como un sistema efectivo para coordi-- nar el mantenimiento de la calidad y el aumento de la misma, debido al esfuerzo de varios grupos de una organización, elaborando un producto de un nivel económi-- co más bajo que permita la completa satisfacción del cliente.

La palabra calidad, industrialmente no tiene el significado de lo mejor en absoluto, quiere decir mejor dentro de ciertas especificaciones o condiciones - del consumidor.

El control de calidad comprende:

1. La especificación de lo que se va a producir
2. La producción de los materiales que satisfagan la especificación
3. La inspección de lo que se ha producido, para comprobar si en reali-- dad, se ha satisfecho la especificación

Para controlar la calidad es necesario considerar los siguientes puntos:

- a) Fijar las normas de calidad
- b) Valuar conforme a estas normas
- c) Actuar cuando las normas se excedan
- d) Planear un mejoramiento de estas normas

Las diferentes industrias; alimentos, vinos y licores, aceites, combusti-- bles, etc., tienen sus departamentos respectivos de control de calidad; su orga-- nización depende de ciertos factores, entre los cuales podemos mencionar:

- a) Tamaño de la industria
- b) Número de productos que elaboran, etc.

Quién es comunmente la persona responsable del control de calidad?

Hay por lo general poquísimas personas que no participan en el control de - calidad, todas las que tienen alguna responsabilidad deben poseer cierto grado - de adiestramiento o dirección, para recalcar la importancia de la calidad y ser capaces de llamar la atención al personal subalterno sobre las propias responsa- bilidades que ellos tienen para obtener la calidad deseada.

Qué hacen los inspectores de calidad?

Vigilar un nivel de calidad, el cual establece un balance entre el costo - del producto y el servicio que deba rendir.

Inspección de Calidad.

Tipos de inspección: visual, táctil, funcional, dimensional, de:

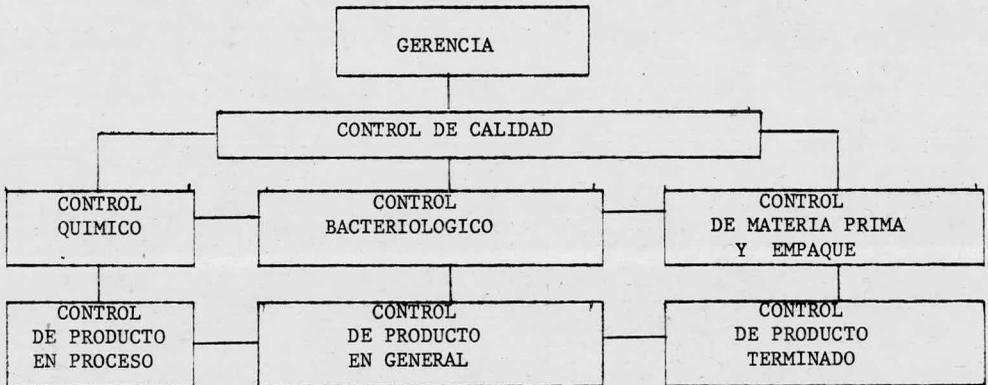
1. Materia prima
2. Materialés en proceso
3. Productos terminados

Factores que intervienen al definir las características de calidad de un - producto en la industria: diseño, especificaciones, compras, técnicas del proce- so, instrumentación, operación e inspección.

Actividades de un Control de Calidad en el Ciclo de Producción.

- | | |
|---------------------------------------|---|
| 1. Control de Nuevo Diseño | { a) Venta de producción de calidad
b) Ingeniería de calidad
c) Planeación de procesos |
| 2. Control de Materia Prima | { d) Adquisición de materiales
e) Recepción e inspección de mate-
riales |
| 3. Control del Producto | { f) Manufactura de partes del pro-
ducto
g) Inspección y pruebas de un pro-
ducto
h) Embarque del producto
i) Montaje y servicio de calidad |
| 4. Estudios Especiales de
Procesos | { j) Investigaciones
k) Pruebas de laboratorio |

La organización del departamento de control de calidad depende de cada tipo de industria, pero, en general el funcionamiento es el siguiente:



UNIDAD II. Análisis de Aguas.

Las aguas se clasifican por su origen en meteóricas y telúricas; las primeras puede decirse que son, el agua que cae como lluvia, el granizo y la nieve, - éstas a su vez dan lugar a las segundas, las cuales forman corrientes como los ríos, y las que penetran en el suelo originan los manantiales y los pozos. La composición del agua se puede determinar por medio del análisis cuando se separan sus elementos y por síntesis cuando se unen los elementos que la constituyen.

Propiedades Físicas.- El agua es un líquido incoloro, inodoro e insípido.- Es el mejor solvente conocido porque disuelve una gran cantidad de sustancias. - Se solidifica a los 0°C. Hierve a 100°C y a la presión atmosférica de 760 mm de Hg.

Propiedades Químicas.- El agua reacciona con los óxidos metálicos y forma hidróxidos, el agua se combina con los óxidos no metálicos y forma ácidos, la combinación de un hidróxido con un ácido forma una sal más agua, forma hidratos con algunas sustancias, el agua facilita las reacciones química.

Clases de agua. Como sustancia solo es una, aunque hay varias clases de este compuesto debido a la naturaleza de las sales que contienen en disolución y - también por sus usos:

Aguas de Mar. Esta no se puede aprovechar en la alimentación ni en la agricultura debido a la cantidad de sales que contiene.

Aguas Dulces. Proceden de fuentes naturales como manantiales, ríos, pozos contienen sales disueltas pero por lo general no se aprecia su sabor. Las -- aguas dulces se dividen en duras o blandas.

Aguas Duras. Son las que tienen exceso de sales de calcio y magnesio en disolución, no producen espuma con el jabón, por lo que no sirven para lavar, y no cuecen bien las legumbres. Se pueden ablandar con diversos procedimientos.

Agua Potable. Es la comunmente empleada en la alimentación y labores domésticas.

Agua destilada. Dicha agua es impropia para beber por no contener sales ni gases disueltos como el agua potable.

Aguas minerales. Son las que tienen en disolución ciertas sustancias en cantidades apreciables. Las más comunes son las que contienen H_2S y se llaman sulfurosas, las que contienen CO_2 son las carbónicas y existen otras llamadas lí-
ticas, sódicas, magnésicas, etc.

Cuando estas aguas surgen de sus manantiales a una temperatura superior a $20^\circ C$ se denominan termales. Muchas de estas aguas son medicinales; algunas se beben como las de Tehuacán y otras se emplean en baños, como las de Agua Hedionda, etc.

Aguas para usos industriales. Las industrias que preparan alimentos o elaboran bebidas necesitan agua potable; sin embargo, las que se consideran propiamente industriales no necesitan ser potables y se usan en calderas, operaciones de limpieza o en el proceso mismo.

Análisis Químico de Agua.

Determinación de cloruros por el Método de Mohr.

Reactivos: solución valorada de nitrato de plata 0.1N indicador cromato de potasio al 5% en agua.

Técnica: medir una alícuota de 50 ml de agua y si el pH es menor de 9 agregar 1 ml de indicador y valorar con solución 0.1N de nitrato de plata hasta el cambio del indicador a color rojizo.

Si la muestra es muy alcalina con pH mayor de 9 se neutraliza a la fenoltaleína con ácido sulfúrico diluido aproximadamente 0.1N o ácido acético de la misma concentración hasta decoloración.

Cálculos:

$$\text{e.p.m.} = \frac{1000}{100} \times V \times N$$

$$\text{p.p.m. de Cl} = \text{e.p.m.} \times \text{p.e. de Cl}$$

Determinación de alcalinidad.

El dato de alcalinidad esta dado por el contenido de carbonatos, bicarbonatos e hidróxidos presentes en una muestra, y solo pueden coexistir dos de los alcalinos juntos, carbonatos y bicarbonatos o carbonatos e hidróxidos.

Reactivos: ácido clorhídrico valorado 0.1N, indicadores fenolftaleína y anaranjado de metilo.

Técnica: en un matraz se coloca una alícuota de 50 ml de agua problema, se agregan 2 ó 3 gotas de fenolftaleína; se agrega ácido clorhídrico valorado hasta decoloración y se anota el volumen gastado; en la misma muestra se adicionan 2 ó 3 gotas de anaranjado de metilo y se titula hasta que el indicador vire a color canela.

Cálculos:

para carbonatos:

$$\frac{1000}{100} \times 2F \times N = \text{e.p.m.}$$

$$\text{e.p.m.} \times \text{p.eq.} = \text{p.p.m.}$$

para bicarbonatos:

$$\frac{1000}{100} \times (A-F) \times N = \text{e.p.m.}$$

$$\text{e.p.m.} \times \text{p.eq.} = \text{p.p.m.}$$

Dureza.

Hay dos tipos: temporal y permanente.

La dureza en las aguas se debe principalmente a las sales solubles de calcio y magnesio. La temporal la causan los bicarbonatos de calcio y magnesio y otros iones incrustantes y se elimina por una simple ebullición; la permanente la causan sales más estables como sulfato de calcio, sulfato de magnesio, etc.



Determinación de Dureza Total.

Reactivos: solución valorada de versenato disódico (EDTA), solución reguladora de cloruro de amonio e hidróxido de amonio para pH de 10, solución reguladora de hidróxido de sodio al 10% de pH 12-13 para calcio, indicador eriocromo negro T para calcio y magnesio.

Técnica: se mide una muestra de agua de 50 ml, se agrega 2 ml de la solución reguladora para pH de 10 y se mezcla bien; al mismo tiempo esa solución sirve para impedir la interferencia del fierro y aluminio si estos se encontraran presentes en el problema en cantidad hasta de 20 p.p.m.; enseguida agregar 2 gotas de eriocromo negro T, si el agua contiene dureza, se forma un color rojo como el vino tinto.

Se titula con la solución valorada de versenato de sodio con agitación continua hasta que el indicador vira a color azul.

Cálculos:

$$\frac{1000}{100} \times \text{ml de EDTA} \times \text{equivalencia} = \text{p.p.m. CaCO}_3$$

Dureza Temporal. Se entiende por dureza temporal a la disminución de iones de calcio cuando el agua se somete a ebullición y se transforman los bicarbonatos existentes a carbonatos y precipitan en forma de carbonato de calcio. Esta determinación se puede hacer prácticamente o calcularla a partir del dato de bicarbonatos. Para efectuar la determinación se mide una alícuota de 50 ml de agua y se calienta a ebullición durante 10 minutos con cuidado de no perder líquido por proyección, después se enfría y se determina la dureza como en el caso de la total (si hay una pequeña formación de residuo de carbonato de calcio no es necesario eliminarlo si la valoración se efectúa en un tiempo corto). El dato de esta dureza siempre es menor que el de la total; se anotan los ml gastados y se efectúan los cálculos como en las determinaciones anteriores.

Dureza permanente por cálculo. Este dato representa la dureza que queda aún después del calentamiento; se saca por cálculo restando de la dureza total la temporal, ya sea en e.p.m. o en p.p.m.

UNIDAD III. Análisis de Alimentos para el hombre.

Objetivo: aplicará con la precisión y exactitud que se especifiquen las técnicas de ensaye y análisis de alimentos, para determinar cloruros, acidez, sólidos totales y verificar normas y estándares en la industria de la leche.

En el trabajo normal de análisis de alimentos, los procedimientos analíticos se presentan en forma breve y se concede mayor importancia a la discusión de los resultados analíticos y a la estimación y tipo de una posible adulteración. Esto se debe a la muy amplia y variada composición de los alimentos; pero es, al mismo tiempo necesario, tener conocimiento de los principios físicos y químicos de que se hace uso a fin de no seguir los métodos a ciegas y si poder modificarlos y adaptarlos a otras situaciones.

Exámenes a que puede ser sometido un alimento:

- a) Organolépticos.- Son las características como olor, color, sabor, consistencia, textura, que se detectan con los órganos de los sentidos, - actualmente están en desarrollo técnicas que utilizan aparatos reproductores de estos.
- b) Físicos.- Densidad, índice de refracción, punto de ebullición, etc.
- c) Químicos.- Permiten conocer la composición de las diferentes sustancias que lo constituyen como proteínas, carbohidratos, lípidos, etc.
- d) Fisiológicos.- Determinan su acción en los procesos metabólicos y por lo tanto en su aprovechamiento.
- e) Sanitarios.- Para verificar su contenido en microorganismos que pueden afectar su calidad.
- f) Económicos.- Para conocer los costos de producción, que constituyen - un factor importante para el consumo popular.
- g) Legal.- Conocimiento de las adulteraciones y falsificaciones.

Determinación de Densidad.

Material: probeta de vidrio de 250 ml., lactodensímetro.

Técnica: colocada la muestra en la probeta, sobre una superficie horizontal y evitando la formación de espuma, se introduce el lactodensímetro en la parte central, evitando que se adhiera a la pared interna de la probeta. Transcurridos 2 minutos se hace la lectura en la escala correspondiente, evitando el error de paralaje. La lectura en el lactodensímetro deberá corregirse de acuerdo con la temperatura en el momento de la determinación. La lectura correspondiente a la escala está considerada a la determinación a 15°C y por lo tanto indicará la densidad de la muestra si ésta se verifica a la temperatura indicada.

Determinación de Sólidos Totales.

Técnica: se toman 50 ml de leche y se colocan en un vaso de precipitado de 150 ml; se calienta hasta sequedad, cuando se tienen aproximadamente 5 ml, se colocan en una cápsula de porcelana previamente pesada y lavada con agua destilada.

Se evapora el residuo y se seca, enfriándolo en desecador y pesando la muestra. El total de sólidos obtenidos se calcula de la siguiente forma:

$$\text{Sólidos Totales en p.p.m.} = \frac{\text{mg de sólidos} \times 1000}{\text{ml de muestra}}$$

Determinación de Acidez.

Reactivos: NaOH 0.1 N, solución de fenolftaleína al 1%

Material: pipetas volumétricas, matraz de 250 ml, bureta de 50 ml

Técnica: se toma una alícuota de 10 ml de leche y se pasan a un matraz - se le añaden 5 gotas de fenolftaleína y se titula con NaOH 0.1N. El punto de viraje se considera en cuanto aparece la coloración rosada.

La lectura obtenida se reporta como g/l de ácido láctico

Cálculos:

$$\text{g/l de ácido láctico} = \frac{\text{ml de NaOH} \times \text{meq} \times 100}{\text{alícuota}}$$

Determinación de Bicarbonato.

Entre los productos más usados para conservar leche adulterándola, se tiene el bicarbonato y entre los métodos más usados para investigarlo, el siguiente: - se realiza a base de una solución de rojo de fenol al 0.2% se añade 1 ml de éste a 10 ml de leche, ésta tomará una coloración amarilla rojiza o roja en el caso - de que contenga 0.05% de bicarbonato.

Determinación de Glucosa y Sacarosa, por medio de la Sacarocinta.

La sacarocinta fue diseñada para identificar glucosa y sacarosa bajo condiciones específicas y mediante los cuidados necesarios para conservarla cuando no se use.

Técnica:

- a) Tomar un pedazo de sacarocinta de 3 cm. por lo menos.
- b) Agitando la leche por inversión, humedecer la cinta por el extremo que no ha sido tocada.
- c) Mantener la cinta entre los dedos o colgada al aire.

Puede colocarse únicamente sobre papel filtro, en cuyo caso se hará cuando la cinta esté húmeda pero no empapada. Esperar un tiempo máximo de 7 min. para hacer la estimación. Esto debe hacerse al abrigo de la luz solar y en lugar -- abierto donde no haya vapores oxidantes como los del cloro, pues esto anularía - la prueba, ya que el cloro produce reacción positiva.

d) La reacción es positiva en los siguientes casos:

1. Si la coloración empieza a aparecer a los 10 ó 15 seg y en forma homogénea en la superficie del papel, indica presencia de glucosa.
2. Si la leche tiene sacarosa, la coloración usualmente empieza a aparecer a los 2 min. y la intensidad máxima se alcanza a los 7 min.

Determinación de cloruros.

Se emplea el método de Mohr, el cual es volumétrico; se emplean como reactivos solución valorada de nitrato de plata 0.1N y como indicador cromato de potasio.

Técnica: se toma una alícuota de 10 ml de leche y se colocan en un matraz erlenmeyer de 100 ml, se le agregan de 5 a 10 gotas de cromato de potasio y se titula con la solución de nitrato de plata hasta coloración rojiza.

Cálculos:

$$\text{g/l de cloruros} = \frac{V \times N \times \text{meq} \times 100}{\text{alícuota}}$$

UNIDAD IV. Análisis de Alimentos para animales.

Objetivo: aplicará con la precisión y exactitud que se especifiquen, las técnicas, ensayos y análisis de alimentos para animales verificando las normas de calidad establecidas por la D.G.N.

Generalidades. "Harina de Carne y Hueso", destinada a la alimentación de los animales, es el producto molido que se obtiene al extraer la grasa a la carne y huesos previamente cocidos, pudiendo contener vísceras. No debe contener pelos, pezuñas, cuerpo, sangre, pedazos de piel, plumas, ni contenido gastrointestinal, salvo los vestigios imposibles de eliminar en los procesos de elaboración normal. Especificaciones: color café claro a café oscuro, olor suigéneris, libre de rancidez o descomposición, sabor natural de carne cocida.

Se considerará adulterado el producto, cuando se le haya adicionado cualquier materia extraña o productos nitrogenados que no sean propios de la carne y hueso; no se considerará adulterado cuando presente cantidades mínimas de pelo, sangre, etc., difíciles de eliminar en un buen proceso de elaboración.

La harina de carne y hueso será envasada en recipientes nuevos no impermeables y adecuados, que garanticen la sanidad y no alteración del producto. El almacenamiento deberá ser el adecuado, de manera que no propicie contaminación ni el incremento de la humedad en la harina. En materia de inspección y control de alimentos para animales se presentan dudas sobre la muestra y su tamaño, dudas que generalmente son conceptuales. La inspección y control está referido al ciclo de producción más que al proceso, es decir, lo que interesa, en primera instancia es el producto terminado para consumo.

Humedad.

Su contenido, frecuentemente es indicio de estabilidad, calidad y medida in directa del contenido en sólidos totales. Hay varios métodos para su determinación, su elección depende de los siguientes factores: forma en que se encuentra el agua (hidratación, absorción, disolvente, etc.) naturaleza del producto (facilitable de oxidación o descomposición), cantidad de humedad presente, rapidez de la determinación, exactitud y costo del equipo.

Se considera como humedad a la pérdida de masa que sufre un material cuando se calienta a una temperatura ligeramente superior a la de ebullición del agua, por un tiempo seleccionado arbitrariamente o bien hasta que dos pesadas sucesivas no difieran en más de 3 mg.

Métodos de determinación.

Calentamiento directo. En un recipiente seco y a peso constante (caja para humedad, pesafiltros, crisol, cápsula, etc.) se pesa una determinada cantidad de muestra, se coloca en una estufa a 100-105°C, durante cierto tiempo, hasta que dos pesadas sucesivas no indiquen variación apreciable; para enfriar el recipiente se emplea un desecador.

Cálculos:

$$\% \text{ de humedad} = \frac{m - a}{m} \times 100$$

m = masa de la muestra original

a = masa de la muestra desecada

Cenizas.

Cuando los alimentos y sus derivados se calientan a temperaturas superiores a 500°C, se evapora el agua y otros constituyentes volátiles; los compuestos orgánicos al calcinarse en presencia de aire dan óxidos de carbono, de nitrógeno, y de agua, que se eliminan el azufre y el fósforo son convertidos en óxidos, pero si la muestra contiene metales alcalinos, alcalinotérreos, etc., también se convierten en óxidos que quedan residuales como cenizas.

Método para cenizas naturales. Se pesan de 2 a 5 gramos de muestra (seca o húmeda), en un crisol o cápsula de porcelana, que previamente se ha puesto a peso constante (a 500-600 °C). Se carboniza lentamente para evitar pérdidas por arrastre en el humo; cuando cesa su desprendimiento, se pasa a una mufla a 500-600°C hasta que las cenizas estén libres de carbón (color blanco o gris); en caso contrario, se deja enfriar, se le añaden unas gotas de agua destilada o de ácido nítrico, se calienta lentamente y se vuelve a calcinar hasta masa constante.

Se deja enfriar en desecador y se pesa.

Cálculos:

$$\% \text{ de cenizas} = \frac{a}{m} \times 100$$

m = masa de la muestra original

a = masa de la muestra calcinada

UNIDAD V. Análisis de Suelos y Fertilizantes.

Con el término abono o fertilizante, se designa a cualquier sustancia, que al agregar al suelo, estimula el crecimiento y aumenta el rendimiento de las plantas.

Los terrenos que no han sido cultivados nunca, necesitan muy poco o ningún abono; pero como cada cosecha extrae del suelo ciertas sustancias químicas, al cabo de algún tiempo la tierra llega a perder su fertilidad; a menos que se le remueva mediante abonos. Es necesario fertilizar las tierras, para devolverles las sustancias químicas necesarias que han sido extraídas por los cultivos; el estiércol es el abono más abundante y sigue siendo el más importante, en sitios donde es difícil conseguir fertilizantes sintéticos.

Se denomina abono completo al que tiene tres elementos fertilizantes (constituyentes primarios del suelo), que son nitrógeno, fósforo y potasio. Algunas veces no es necesario aplicar un abono completo, puede haberse agotado en el suelo un solo elemento de los necesarios para el crecimiento de las plantas; en tales casos se utiliza un fertilizante artificial que contenga el elemento agotado.

Fertilizantes nitrogenados. Una fuente importante de nitrógeno es el sulfato de amonio, cuyos efectos sobre las plantas no son tan rápidos como el nitrato de sodio; esto se debe a que las lluvias lo arrastran con poca facilidad. Las leguminosas, entre las que se cuentan el árbol, la alfalfa, el frijol, etc., tienen en sus raíces racimos de nódulos con bacterias capaces de tomar el nitrógeno del aire y enriquecer con él el suelo.

Dos de los abonos producidos por los primeros métodos son la cianamida y el nitrato de calcio. Algunos de los productos orgánicos, tales como la sangre seca, la carne seca, el pescado molido y la torta de semilla de algodón, contienen nitrógeno. En la mayoría de los fertilizantes orgánicos, es necesaria la descomposición o putrefacción general para liberar al nitrógeno; por lo tanto, su utilidad depende de la rapidez con que se descompongan.

Fertilizantes fosforados. Los abonos fosfóricos, en su inicio se obtenían de huesos, los cuales se tratan con vapor para eliminar las grasas, ya que retardan la descomposición al evitar la absorción de humedad. La roca fosfatada en la cual se hallan esqueletos de pequeños animales marinos, contiene una gran cantidad de fósforo. Se muele hasta convertirlo en polvo muy fino, que puede aplicarse directamente al suelo, pero que muchas plantas aprovechan mejor si se trata con H_2SO_4 para formar un superfosfato.

Fertilizantes potásicos. Las sales de potasio se obtienen en grandes cantidades al quemar ciertas algas marinas del Pacífico, y ciertas algas lacustres también se ha podido obtener potasio de las chimeneas de fundiciones, el cual se encuentra en los gases.

Puede obtenerse de la escoria de los metales. Los fertilizantes potásicos se encuentran en abundancia en Alemania; el potasio está contenido en dos formas, como cloruro o como sulfato.

Determinaciones cualitativas que se pueden practicar a tierras y fertilizantes.

1. Determinación de sulfatos. A una muestra de 2 g., agregar 10 ml de agua destilada agitar y dejar asentar, posteriormente filtrar; tomar una porción de la muestra filtrada en un tubo de ensaye y agregar unas gotas de cloruro de bario, observe si se produce un precipitado blanco; el precipitado es insoluble en HCl.
2. Determinación de nitratos. Tomar una muestra de 1 g y agregar 10 ml de agua destilada, agitar bien y filtrar; se agrega al filtrado 5 ml de ácido sulfúrico concentrado, dejar reposar enfriar la solución y agregar una solución concentrada de sulfato ferroso. Si existen nitratos, se forma un anillo pardo en la zona de contacto de los líquidos.

3. Determinación de fosfatos. Se toma una muestra de 0.5 g y se coloca en un tubo de ensaye, se agregan 5 ml de agua destilada, se agita y se deja reposar unos minutos; con una pipeta tomar una muestra del líquido sobrenadante y colocarlo en un tubo de ensaye. Agregar molibdato de amonio, si forma un precipitado amarillo la prueba es positiva.
4. Sulfocianuros. Tomar una muestra de 2 g, agregar 20 ml de agua destilada, 4 ml de HCl concentrado y filtrar; agregar al líquido filtrado 2 ml de cloruro férrico. La aparición de una coloración rojo sangre indica la presencia de sulfocianuros.
5. Ión amonio. Colocar en un vaso de precipitado de 50 ml 1 g de muestra pulverizada, agregar 10 ml de agua destilada y 10 ml de NaOH al 25%, calentar a ebullición; retirar el medio de calentamiento y acercar un vidrio de reloj con una tira de papel tornasol rojo adherida a él, si éste vira al azul, indica que la prueba es positiva.

Nota: debe tenerse cuidado de evitar proyecciones que pudieran entrar en contacto con el papel tornasol.

El suelo, suelo vegetal o tierra vegetal puede definirse como un cuerpo natural formado por rocas, minerales desintegrados y descompuestos, mezclados con materia orgánica en todas las fases de descomposición. El estudio de los suelos tiene tres aspectos; físico, químico y biológico; las alteraciones físicas y químicas producidas por los microorganismos y por las plantas, tienen relación con el contenido de iones del agua del suelo, con los iones absorbidos por la arcilla.

Al determinar la clase y cantidad de fertilizantes que ha de utilizarse en cualquier sistema de manejo de suelos, es de interés y de valor práctico tener conocimiento de las cantidades totales y de la proporción de elementos nutrientes, retirados de un área de suelo por buenos rendimientos de cultivo.

Determinación de fósforo total en fertilizantes. (También puede utilizarse en tierras)

Reactivos: HNO_3 conc., HCl conc., KBrO_3 al 1%, NaOH , $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$, ácido cítrico, trióxido de molibdeno, agua destilada, etanol, quinolina, azul de timol, -- fenlftaleína.

Técnicas: Preparación del ácido citro-molíbldico.

- a) Disolver 11 g de NaOH en 200 ml de agua, calentar a $60 - 70^\circ\text{C}$; añadir lentamente 54 g de trióxido de molibdeno.
- b) Disolver 120 g de ácido cítrico en 300 ml de agua, añadir 120 ml de HCl conc. (en caso de obtener un color verde, añadir KBrO_3 al 1% hasta tener una solución incolora).

Mezclar a y b, enfriar y aforar a 1 litro con agua destilada. Conservar la solución en un frasco de polietileno y protegerlo de la luz.

Solución de quinolina. En un vaso de precipitado de 800 ml, colocar 60 ml - HCl conc. (en 300 ml de agua destilada); calentar a $70-80^\circ\text{C}$ y agregar lentamente 50 ml de quinolina, enfriar y aforar a 1 litro.

Solución indicadora.

- 1) Disolver 0.1 g de azul de timol en 3 ml de sosa 0.1N y agregar 50 ml de etanol, aforar a 100 ml con agua.
- 2) Disolver 0.1 g de fenlftaleína en 100 ml de etanol al 60%. Disolver tres volúmenes de (1) en dos de (2)

Preparación de la muestra. La muestra debe ser representativa y aproximadamente de 250 g (en caso de líquidos) y 125 g (para sólidos), en este caso debe molerse y hacerse pasar por un tamiz de 500 micras y guardar la muestra en una bolsa de polietileno hasta su análisis.

Principio del método. Se basa en la precipitación de fosfomolibdato de quinolina (FMQ); el precipitado se seca y pesa, o bien, se disuelve en una cantidad conocida de NaOH y se titula el exceso con HCl .

Preparación de la solución de fósforo. Pesar una muestra de 1 g, pasarla a un vaso de precipitado, añadir suficiente HCl conc., cubrir el vaso con un vidrio de reloj y evaporar a sequedad. Se enfría, se añaden 10 ml de nítrico conc. y 3 ml de agua; se hierve hasta eliminación de vapores nitrosos y se diluye a 50 ml con agua. Se hierve por 5 minutos y se filtra, finalmente se afora a 250 ml.

Determinación de fósforo.

1. Se toma una alícuota que contenga entre 20 y 35 mg de P_2O_5 y se transfiere a un matraz erlenmeyer de 300 ml.
2. Se diluye a 100 ml, se añaden 50 ml de ácido citro-molíbico y se hierve 3 minutos (no debe formarse precipitado). Con agitación continua se agregan 10 ml de quinolina en la siguiente forma: los primeros 3 ml se adicionan gota a gota y el resto dejando escurrir el chorro continuo (con bureta), formándose un precipitado.
3. Se enfría, se filtra usando vacío; el precipitado se calienta en un crisol a $250^\circ C$, se lava el precipitado.
4. Se disuelve el precipitado en un volumen conocido de NaOH 0.5N
5. Se agregan 5 gotas de indicador y se titula con solución de HCl 0.5N

Cálculos:

$$\% P = \frac{(V_b N_b - V_a N_a) \times V_s \times meq}{\text{Volumen alícuota} \times \text{peso muestra}} \times 100$$

V_b = volumen de NaOH

N_b = normalidad de NaOH

V_a = volumen de HCl

N_a = normalidad de HCl

meq = Miliequivalente

Determinación de nitrógeno amoniacal.

Material: matraces Kjeldahl de 800 ml, destilador Kjeldahl

Reactivos: solución valorada de ácido sulfúrico 0.1N, solución de hidróxido de sodio 0.1N, indicador Wesslow (pesar 0.1250 g de rojo de metilo, mezclar con 0.0825 g de azul de metileno, disolver y aforar a 100 ml con alcohol isopropílico al 90%)

Técnica: pesar con aproximación de 0.1 mg, de 0.5 a 3.5 g de muestra y transferir a un matraz Kjeldahl; agregar 300 ml de agua destilada. En un matraz Erlenmeyer de 500 ml poner 80 ml de solución 0.1N de ácido sulfúrico y 5 gotas de indicador Wesslow; colocar el matraz en la salida del condensador, de tal manera que la solución cubra la punta de descarga del condensador.

Colocar el matraz Kjeldahl, añadir 2 g o más, de óxido de magnesio. Conectar de inmediato el matraz al condensador y agitar su contenido con movimientos circulares; calentar hasta destilar aproximadamente unos 150 ml del contenido del matraz.

Titular el exceso de ácido contenido en el matraz, con solución 0.1N de hidróxido de sodio.

Cálculos:

$$\% \text{ N amoniacal} = \frac{AN_1 - BN_2 \times \text{meq}}{\text{Peso muestra}} \times 100$$

A = volumen de ácido sulfúrico empleados en la destilación

N_1 = normalidad del ácido sulfúrico

B = volumen de NaOH empleados en la titulación

N_2 = normalidad de NaOH

UNIDAD VI. Análisis de Vinos y Licores.

Objetivo: el participante aplicará con precisión y exactitud las técnicas de ensayo y análisis de vinos y licores, verificando las normas oficiales de calidad para la industria vitivinícola.

Definición: se denomina vino al producto elaborado por la fermentación alcohólica normal del jugo de uvas sanas y maduras, modificando por el usual tratamiento en la bodega. En Estados Unidos y otros países se producen cantidades relativamente pequeñas pero significativas de vino a partir de pasas, manzanas, moras, peras, cerezas, naranjas, grosellas, albaricoques, toronjas, granadas, framboesas, melocotones y fresas; un vino producido a partir de uno de estos frutos o sustancias se denomina (si carece de nombre propio específico), especificando la procedencia; por ejemplo, vino de melocotones.

Dentro de los vinos propiamente dichos, elaborados de uvas se distinguen cinco clases: vinos aperitivos, tintos, blancos, de postre y espumosos.

Determinados términos especiales se utilizan también para describir vinos; vinos ordinarios son los que no contienen bióxido de carbono e incluyen los de mesa, aperitivo y postre; vinos espumosos son los que se hicieron espumosos durante una fermentación secundaria en la botella o en la cuba, o bien se carbonataron; - vinos secos son los que no contienen azúcar, o si lo hay es tan pequeña cantidad que no resulta fácil apreciarlo por la percepción gustativa.

Los contenidos alcohólicos de las cinco clases de vinos son distintos; los de mesa, tintos y blancos, así como los espumosos contienen de 10 a 14% de alcohol en volumen; los aperitivos y de postre, alrededor del 20%.

Composición de la materia prima.

El componente más importante es el azúcar, puesto que de él procede el alcohol del vino. Las uvas contienen de 15 a 25% de azúcar, pero a veces se fermentan uvas parcialmente secas que contienen hasta 30 ó 40%. Los ácidos orgánicos figuran en segundo lugar entre los componentes más importantes del fruto.

En las uvas, son casi en su totalidad ácidos málico y tartárico; el porcentaje varía según el estado de madurez, la variedad y las condiciones climáticas de la estación o de la región de cultivo. En las uvas se encuentran sólo una pequeña cantidad de materia nitrogenada, que tiene una importancia considerable para la nutrición de la levadura y para la estabilidad bacteriana.

Los pigmentos de las uvas y de otros frutos se encuentran ordinariamente en las células de la epidermis.

Durante la fermentación alcohólica, las células mueren y sueltan estos pigmentos; separando la piel de las uvas negras del mosto antes de la fermentación, es posible obtener un vino blanco o casi blanco.

Los componentes inorgánicos no son de importancia crítica, pues ordinariamente se encuentran en cantidades suficientes para el metabolismo de las levaduras o de las cenizas, pero el hierro y el cobre en exceso pueden originar turbiedad.

Los vinos se producen normalmente por la fermentación con la levadura -- *saccharomyces cerevisiae*, var *ellipsoideus*; ésta y otras levaduras se encuentran en las uvas y otros frutos, y se multiplican rápidamente en los zumos dulces, -- causando la fermentación.

Vinos blancos. Son aquellos que contienen menos de 14% de alcohol; los hay secos y dulces, ordinariamente se obtienen a partir de uvas blancas. El problema básico en la producción de los tipos secos es la obtención de un vino que conserve un color claro y un olor fresco, sin oxidar. Los de tipo dulce son difíciles de producir y más difíciles de estabilizar, porque contienen sólo de 13 a 14% de alcohol y pueden contener de 0.5 a 20% de azúcar; el problema es doble, -- en primer lugar hay que conseguir un mosto que tenga un contenido de azúcar tan alto que produzca 13% de alcohol y quede todavía azúcar residual; en segundo lugar, la fermentación debe interrumpirse cuando el alcohol llegue a 14% y esto no siempre es fácil.

Vinos tintos. Un gran porcentaje del vino mundial es el vino tinto de mesa con menos de 14% de alcohol; son relativamente fáciles de producir en comparación con los blancos y son menos propensos a avinagrarse durante el envejecimiento. La vendimia debe efectuarse cuando las uvas están lo suficientemente maduras para producir de 11-13% de alcohol, en el caso de que así lo permitan las condiciones climáticas; se obtienen de la vinificación de mostos de uvas cuyo jugo es tinto.

Vinos espumosos. Son aquellos que contienen exceso visible y permanente de bióxido de carbono. El nombre más famoso es el de champaña, que originalmente se producía en una sola región de este nombre en Francia. Los vinos destinados a fermentación secundaria han de ser producidos de un modo especial; las condiciones para los espumosos son: 10-11% de alcohol, pH de 3.0-3.4, acidez volátil baja, sabor a fruta fresca, color claro sin oxidar y ausencia de todo olor y sabor desagradables.

Vinos de postre. Son vinos encabezados o de postre, con un contenido de 19-21% de alcohol. Se producen vinos de postre tintos y blancos, los blancos pueden ser secos o dulces.

Acabado del vino. Las prácticas de envejecimiento, mezcla, clarificación y embotellado se verifican bajo control cuidadoso mediante ensayos de laboratorio. Químicos especializados y experimentados catan y analizan los vinos y prescriben los tratamientos para conseguir la estabilidad y la mejor calidad; las prácticas de clarificación de uso común son la filtración, refino, refrigeración y pasteurización.

Fabricación del vino. Sin entrar en detalles, el procedimiento es el siguiente: se estrujan y desgranar los granos de uvas seleccionados y maduros; se tratan con bióxido de azufre o un sulfito, o se pasterizas y se inoculan con un cultivo puro de levadura.

Después de un corto período de fermentación se saca el vino, se coloca en cubas de depósito para que fermente más, se trasiega, se almacena para que madure, se clarifica y se envasa.

Determinación de azúcares reductores en la materia prima. En la gran variedad de "vitis vinifera" predominan los azúcares como la glucosa y la fructosa, - en otras variedades las cantidades de sacarosa y otros azúcares están presentes en pequeñas cantidades. El contenido de azúcares en los granos de la uva es un factor muy importante de la determinación del tiempo de cosecha, sin embargo, el 90% de sólidos son azúcares del total de sólidos solubles.

Técnica: preparar una solución estandar de glucosa al 0.50%, preparar las soluciones de Fehling "A" y "B".

Fehling "A". Pesar 34.639 gramos de sulfato de cobre pentahidratado y disolver en 500 ml de agua destilada. Fehling "B". Pesar 173 gramos de tartrato de sodio y potasio (sal de Rochelle) y 50 g de hidróxido de sodio, disolverlos en 500 ml de agua destilada.

Desarrollo:

1. Primero hay que estandarizar el reactivo de Soxhlet (partes iguales de Fehling "A" y "B". Poner 25 ml del reactivo Soxhlet en un matraz, agregar 20 ml de solución de azúcar al .50% de glucosa; calentar a ebullición durante 3 minutos, la coloración azul desaparece, se agregan unas gotas de azul de metileno y titular con una solución de 0.50% de glucosa hasta la desaparición del color azul y la formación de un precipitado rojo ladrillo.
2. Determinación de azúcares reductores en el vino y mosto. Tomar 50 ml de vino sin alcohol llevarlo a 100 ml en un matraz (donde se determinará qué alcohol puede ser usado), agregar 5 ml de solución de acetato de plomo saturado, agregar carbón activado para decolorar el vino, de .1 a .5 g; no agregar en exceso debido a que puede absorber el azúcar más 2 gotas de ácido acético glacial. Agitar el contenido y dejar reposar 10 min. aforar con agua destilada.
Nota: en caso de vinos dulces tomar 5 ml ó en el mosto 2 ml, pesar 0.4 g de fosfato disódico y oxalato de sodio, por ml de acetato de plomo usado y agregarlo a un matraz. Vaciar el contenido del primer matraz en éste último, agitar y filtrar en un embudo que contenga en el papel filtro carbón activado; aquí el vino ya sale clarificado.

En un matraz erlenmeyer de 100 ml poner 20 ml de vino clarificado más 25 ml de Soxhlet. Calentar a ebullición la mezcla y agitar; desaparecer el color azul agregar 5 gotas de azul de metileno y titular en caliente con la solución estandar de glucosa, hasta la aparición de un precipitado rojo como punto final.

Cálculos:

$$A = \frac{(V_a - V_b) (0.005) \times 100}{V}$$

En donde:

A = azúcares reductores mg/100 ml de muestra

V_a = volumen de glucosa al 0.5% usada para la estandarización del Soxhlet

V_b = volumen de glucosa al 0.5% usada para la titulación del vino

V = volumen del vino en la alícuota final

Determinación de acidez titulable.

Es necesario conocer la acidez total en los productos intermedios y finales obtenidos de la fermentación (mosto y vino), para así poder determinar la cantidad adecuada de dióxido de azufre que debe agregarse y decidir sobre la corrección correspondiente de la acidez.

La acidez titulable se utiliza durante el procedimiento y operaciones finales para estandarizar el vino y conseguir un cambio favorable. Los ácidos presentes en el mosto y vinos son como ácido tartárico, maleico, láctico, succínico y acético; estos ácidos son orgánicos débiles por lo tanto, se pueden titular con una base fuerte como la sosa, utilizando fenolftaleína como indicador.

Técnica: poner 200 ml de agua destilada a hervir en un matraz erlenmeyer de 500 ml agregar a continuación sosa 0.1N hasta obtener el punto final color - rosa pálido; agregar 10 ml de mosto dentro del matraz y titular hasta tener el mismo color.

Cálculos:

$$\text{Acido tartárico g/100 ml} = \frac{V \times N \times \text{meq} \times 100}{\text{alícuota}}$$

V = volumen de NaOH

N = normalidad de NaOH

Meq = miliequivalente del ácido tartárico

Determinación de alcoholes destilados como etanol.

Para determinar el alcohol principal obtenido por vías de fermentación del mosto por levadura, se utilizan varios métodos.

Técnica: se destila el alcohol ya sea del mosto o del vino, para lo cual se efectúa una destilación simple; ya obtenido el destilado se pueden utilizar diferentes métodos.

1. Determinación con hidrómetro. Estos hidrómetros son especiales, los cuales se calibran directamente en % v/v de etanol; además los hidrómetros son calibrados a 15°C; si la temperatura es diferente a la mencionada en la calibración se hace la corrección por medio de tablas.
2. Determinación con picnómetro. Este método es considerado como un estándar internacional, es empleado en comparación final y es también el método aprobado por A.O.A.C.

El peso de cierto volumen de muestra de un destilado de alcohol es comparado con el peso de un volumen exacto de agua destilada.

La división de los pesos de las dos soluciones, dan la gravedad específica del destilado y de estos valores se puede calcular el alcohol como % de contenido de alcohol. Para esta determinación se emplea un picnómetro y una balanza analítica.

3. Índice de refracción. El contenido de etanol del destilado puede estimarse midiendo el índice de refracción; para ello se emplea un refractómetro.

Nitrógeno total. Los vinos y el mosto presentan gran cantidad de componentes que contienen nitrógeno como son amoníaco, aminoácidos, proteínas, vitaminas, amidas y nitratos.

El nitrógeno es un componente muy importante porque se puede determinar el crecimiento de las levaduras y se puede utilizar como factor limitante; también la presencia de los componentes de nitrógeno puede ser factor de descomposición; con esta determinación se puede saber o determinar la historia del vino y del mosto.

Técnica: se utiliza el método de Kjeldahl.

UNIDAD VII. Análisis de Aceites, Grasas y Ceras.

Las ceras, grasas y aceites son ésteres de ácidos carboxílicos superiores, de cadena recta, que se encuentran en la naturaleza. Generalmente se clasifican por su origen y sus propiedades físicas y químicas:

Ceras: Vegetales y animales

Grasas: Vegetales y animales

Aceites: Vegetales se subdividen en secantes, no secantes y semisecantes.

Aceites: Animales se subdividen en marinos y terrestres.

Determinaciones analíticas.

1. Aspecto, color, olor y sabor.
2. Densidad
3. Índice de refracción
4. Índice de yodo
5. Índice de saponificación y peso molecular
6. Índice de acidez y ácidos grasos libres

Densidad.

Método del picnómetro. Se limpia cuidadosamente el picnómetro con agua, se escurre y enjuaga con etanol y éter etílico; se coloca en la estufa.

Se pesa el picnómetro tapado y vacío en la balanza analítica registrándose su peso.

Se llena de agua, se tapa y se seca (siempre procurando que no haya la formación de burbujas) y se vuelve a pesar tomando en cuenta que siempre debe estar a temperatura ambiente.

Se vacía, se seca y se coloca dentro el aceite limpiando perfectamente y se pesa en la balanza analítica.

Cálculos:

$$D = \frac{B - A}{C - A}$$

- D = densidad relativa
- A = peso del picnómetro vacío
- B = peso del picnómetro con muestra
- C = peso del picnómetro con agua

Índice de refracción.

Método refractométrico. El aparato debe calibrarse efectuando una prueba con una muestra de índice de refracción conocido (agua).

Después de calibrado el aparato se limpian los prismas con un disolvente (alcohol etílico); se colocan de una a dos gotas en los prismas si es líquido, de no ser así se procederá a fundir hasta 10°C arriba de su punto de fusión.

Se cierra la parte superior y se procede a efectuar la lectura.

La operación se repite tres veces y se reporta el valor promedio de las cuatro determinaciones.

Índice de yodo.

Es el número de gramos de yodo que se combinan con 100 g de grasa en condiciones específicamente determinadas.

Reactivos: reactivo de Hanus, cloroformo, solución de KI, solución de almidón, solución de tiosulfato de sodio.

Material: matraz para índice de yodo, bureta, probeta, pipetas, vasos de precipitados.

Preparación de soluciones. Reactivo de Hanus: se disuelven 13.2 g de yodo Q.P. en 1 litro de ácido acético glacial, si es necesario con ayuda de calor moderado. Se deja enfriar a temperatura ambiente y se determina el yodo contenido en una alícuota de 20 ml valorando con solución 0.1N de tiosulfato de sodio; se agrega a la solución restante de yodo una cantidad de bromo equivalente al yodo presente, almacenar en frascos ámbar.

Solución de KI al 10%: pesar 10 g de yoduro de potasio y aforar a 100 ml con agua destilada caliente, dejar enfriar y filtrar en caso necesario.

Solución de tiosulfato de sodio 0.1N; pesar 25 g de tiosulfato de sodio y aforar a 1 litro con agua destilada.

Solución de almidón 0.1%: pesar 0.1 g de almidón y aforar a 100 ml con agua destilada caliente, dejar enfriar y filtrar en caso necesario.

Técnica: pesar de 1 a 2 gotas de muestra en caso de ser líquida o bien -- aproximadamente 0.250 g si se trata de muestra sólida; en cualquiera de los casos debe conocerse el peso exacto. Agregar 20 ml de cloroformo agitando con cuidado; agregar 20 ml de reactivo de Hanus. Tapar bien y poner sello de KI (sólido); agitar con cuidado y poner a la oscuridad durante 45 minutos. Destapar con cuidado y agregar 10 ml de KI al 10%; titular con tiosulfato de sodio 0.1N en presencia de almidón corriendo un testigo. El testigo se podrá tener efectuando el mismo procedimiento que el de la muestra problema, pero sin agregar muestra problema:

Cálculos:

$$I = \frac{(V_t - V_m) N \times 12.69}{G}$$

I = índice de yodo

V_t = ml de solución de tiosulfato de sodio gastados en la titulación del - testigo

V_m = ml de solución de tiosulfato de sodio gastados en la titulación de la muestra

N = normalidad de la solución de tiosulfato de sodio

G = peso de la muestra

12.69 = equivalente del yodo

Índice de saponificación, peso molecular.

Es la cantidad de hidróxido de potasio expresado en miligramos, necesario para saponificar un gramo de aceite o grasa.

Reactivos: KOH alcohólica 0.5N, HCl 0.5N, fenolftaleína al 0.5%

Equipo: refrigerante de reflujo, matraz erlenmeyer de 250 ml, baño maría, - mechero, soporte, tripie, bureta, pipetas, vasos de precipitado.

Preparación de soluciones. Solución 0.5N de KOH alcohólica: pesar 28 g de KOH y aforar a 1 litro de alcohol etílico.

Solución 0.5N de HCl: se miden 43.5 ml de HCl conc. y se afora a 1 litro con agua destilada; comprobar normalidad titulando con carbonato de sodio anhidro.

Fenolftaleína: pesar 0.5 g y disolver en 50 ml alcohol aforando a 100 ml con agua destilada.

Técnica: pesar aproximadamente 2 g de muestra. Debe conocerse el peso exacto. Agregar 50 ml de KOH 0.5N (corriendo un testigo). Reflujar 30 minutos en baño maría. Titular con HCl 0.5N en presencia de fenolftaleína.

Cálculos:

$$\text{I.S.} = \frac{(N V - n v) - (N' V' - n' v')}{\text{peso muestra}} \times 56.11$$

I.S. = índice de saponificación
 N = normalidad KOH muestra
 V = volumen KOH muestra
 n = normalidad HCl muestra
 v = volumen HCl muestra
 N' = normalidad KOH testigo
 V' = volumen KOH testigo
 n' = normalidad HCl testigo
 v' = volumen HCl testigo
 56.11 = equivalente del hidróxido

$$\text{Peso molecular} = \frac{56.110}{\text{I.S.}}$$

Índice de Acidez e Índice de Ácidos grasos libres.

Se entiende por índice de acidez el número de miligramos de hidróxido de potasio, necesarios para neutralizar los ácidos grasos libres en 1 g de aceite o grasa.

Reactivos: mezcla de alcohol-éter neutra, solución 0.1N de NaOH, fenolftaleína al 0.5%

Equipo: material común de laboratorio

Preparación de soluciones:

Mezcla de alcohol-éter neutro: se mezclan 50 ml de alcohol etílico y 50 - ml de éter etílico.

Solución de NaOH 0.1N: pesar 4 g de NaOH y aforar a 1 litro con agua des- tilada.

Técnica: Pesar aproximadamente 2 g de muestra. Se debe conocer el peso - exacto.

Disolver en 50 ml de la mezcla alcohol-éter

Titular con NaOH 0.1N en presencia de fenolftaleína.

Cálculos:

$$\text{Indice de Acidez} = \frac{56.11 \times N \times V}{P}$$

56.11 = equivalente de la potasa

N = normalidad de NaOH

V = volumen gastado de NaOH

P = peso de la muestra en gramos

$$\text{Indice de Acidos grasos libres} = \frac{282 \times V \times N}{P}$$

282 = equivalente del ácido oléico.

UNIDAD VIII. Análisis de Combustibles y Lubricantes.

Un combustible es la materia cuya combustión se utiliza para proporcionar calor con algún fin. La mayoría de los combustibles son materiales que contienen carbono, el cual se quema con el aire. Cualquier fuente de energía calorífica puede clasificarse como combustible.

Los combustibles se caracterizan por su forma física a temperatura normal, en segundo lugar por su poder calorífico y en tercer lugar por sus características de combustión; éstas comprenden diversos puntos, tales como facilidad de ignición, grado de combustión, temperatura y luminosidad de la llama. Pueden utilizarse para proporcionar calor directamente, como en el caso de un horno; también como suministradores de calor para realizar alguna otra función, como producir vapor en una caldera, el cual sirve para generar fuerza en una turbina o máquina.

Los combustibles sólidos comprenden hoy día primariamente las distintas clases de carbones (antracita, bituminoso, sub-bituminoso y lignito) y el coque o carbón vegetal de ellos derivado. La madera, carbón vegetal y varios otros productos vegetales, representan tan solo una pequeña fracción del combustible consumido. Los factores que deciden la elección del carbón para un uso dado son el costo por unidad del poder calorífico, granulometría, contenido en humedad y en cenizas, y cantidad de humo producido.

Los combustibles líquidos derivan casi por completo del petróleo. En general se prefieren los combustibles líquidos para los motores de combustión interna, y los combustibles destinados a la combustión externa proceden de las porciones de petróleo que poseen el mínimo potencial para la obtención de gasolina y combustible diesel. Los factores que influyen en la elección son el poder calorífico, la fluidez, el grado de vaporización, las impurezas como el azufre y la ausencia de agua y sedimentos.

Entre los combustibles gaseosos, los más importantes son los derivados del gas natural o petróleo, de modo especial el metano. Otros combustibles gaseosos son los subproductos de algunos procesos de producción, y por lo consiguientemente se dispone de ellos a un costo que los hace competir con el gas natural; comprenden el gas de horno de coque, el gas de altos hornos y el gas de gasógeno.

Un lubricante es un producto líquido, gaseoso o sólido que se utiliza para impedir el contacto directo de las piezas en movimiento relativo de un sistema - mecánico y reducir los fenómenos de frotamiento y desgaste. Contribuye a evitar la herrumbre y la deposición de sólidos en las zonas de mayor ajuste de las máquinas. Por su economía, facilidad de aplicación y buenas características como refrigerantes, los lubricantes más frecuentemente utilizados están constituidos por hidrocarburos líquidos. En la mayor parte de los casos se utilizan fracciones de petróleo, pero para condiciones de trabajo especiales, cuando rigen temperaturas extremas, pueden emplearse lubricantes sintéticos. La elección de lubricantes se basa en dos consideraciones fundamentales; los requisitos de sus funciones de lubricación y la necesidad de conservar sus propiedades durante algún tiempo en las propias condiciones del trabajo.

Clases de lubricantes: lubricantes de petróleo aromáticos, lubricantes de petróleo saturados, glicerol, aceites de petróleo, etc.

Grasas de lubricantes. El uso de lubricantes líquidos exige generalmente cerrar el cojinete (la envoltura) para evitar las pérdidas de lubricante; esto se resuelve, con el uso de lubricantes "solidificados" y suelen llamarse grasas. La mayoría de ellas se componen de un aceite lubricante unido a un agente de gelación que da rigidez a la mezcla.

Humedad. Para determinar la humedad en un carbón mineral se coloca un gramo de polvo fino en un crisol de porcelana con tapa, previamente pesado, se le introduce en una estufa eléctrica calentando a 110°C y se le deja durante una hora; se saca de la estufa, se coloca en un desecador y se deja enfriar. Una vez frío se pesa y se hacen los cálculos correspondientes.

$$\% \text{ de humedad} = \frac{m - a}{m} \times 100$$

m = masa de la muestra original

a = masa de la muestra desecada

Cenizas. Se pesan de 2 a 5 g de muestra en un crisol, que previamente se ha puesto a peso constante a 500-600°C. Se carboniza lentamente para evitar pérdidas por arrastre en el humo; cuando cesa su desprendimiento, se pasa a una mufla a 500-600°C hasta que se incinere la muestra. Se deja enfriar en desecador y se pesa.

$$\% \text{ de cenizas} = \frac{a}{m} \times 100$$

a = masa de la muestra calcinada

m = masa de la muestra original

Índice de neutralización. Son los miligramos de hidróxido de potasio necesarios para neutralizar los ácidos o álcalis libres que contiene un gramo de grasa.

Reactivos: mezcla de alcohol éter neutro, solución 0.1N de KOH, fenolftaleína como indicador. Mezcla de alcohol éter neutro: se mezclan 50 ml de alcohol etílico con 50 ml de éter etílico. Solución 0.1 N de HCl.

El método consiste en tratar la grasa lubricante disuelta en la mezcla alcohol-éter con un exceso de ácido clorhídrico; el exceso de ácido se titula con hidróxido de potasio.

Técnica :

1. Pesar aproximadamente 2 g de muestra
2. Disolver en 50 ml de la mezcla alcohol-éter
3. Titular con KOH en presencia de fenolftaleína

$$\text{I.N.} = \frac{V \times N \times \text{Eq}}{G}$$

I.N. = índice de neutralización
 N = normalidad de la solución de KOH
 V = volumen empleado en la titulación
 Eq = equivalente químico del hidróxido de potasio
 G = peso de la muestra

Índice de saponificación. Es la cantidad de hidróxido de potasio expresado en miligramos, necesario para saponificar un gramo de aceite o grasa.

Reactivos: KOH 0.5N, HCl 0.5N, fenolftaleína como indicador.

Técnica:

1. Pesar aproximadamente 2 g de muestra
2. Agregar 50 ml de KOH 0.5N (corriendo un testigo)
3. Reflujar 30 minutos en baño maría
4. Titular con HCl 0.5N en presencia de fenolftaleína

$$I.S. = \frac{(N \times V - n \times v) - (N' \times V' - n' \times v')}{\text{peso muestra}} \text{ Eq}$$

- I.S. = Índice de saponificación
 N = normalidad KOH muestra
 V = volumen KOH muestra
 n = normalidad HCl muestra
 v = volumen HCl muestra
 N' = normalidad KOH testigo
 V' = volumen KOH testigo
 n' = normalidad HCl testigo
 v' = volumen HCl testigo
 Eq = equivalente químico del hidróxido de potasio

UNIDAD IX. Análisis de Minerales.

Objetivo: el participante aplicará con precisión y exactitud las técnicas de ensaye y análisis de minerales de hierro para verificar en la industria.

El arte de extraer metales de los minerales data de tiempos prehistóricos, sin embargo, la minerología como ciencia, data del siglo XVIII, cuando el desarrollo de la Química y Física dió una base para la descripción y clasificación de minerales.

Minerales industriales. Atendiendo a su importancia, se tiene que señalar el hierro como el metal más útil para el hombre.

El hierro es muy escaso como mineral en estado nativo, combinado con otros minerales, es abundante. El hierro es abundante en la naturaleza; se encuentra en los minerales de hematita, limonita, magnetita y siderita, siendo la hematita el que tiene mayor contenido de hierro.

Para que sea costeable, los minerales de hierro deben tener metal puro en proporción no menor de 20 a 30%, se localizan en zonas volcánicas; los minerales de menos contenido se encuentran en zonas sedimentarias.

La fusión es el paso inicial para la fabricación de hierro y acero. En el proceso de la fundición el horno se carga de coque, producto combustible, caliza que actúa como fundente y de mineral de hierro mezclados. El hierro colado es el resultado de esta fusión.

Generalmente se continúa el proceso en un convertidor donde es transformado en acero, agregándole carbón y es así como adquiere diferentes y mejores características. La gran cantidad de combustibles que se emplea en los altos hornos, explica la localización de las fundiciones cerca de los yacimientos de carbón.

Los usos del hierro y el acero son incontables, se emplean en la construcción de edificios, en la fabricación de toda clase de herramientas y maquinaria, de objetos de uso doméstico y de adorno, máquinas de coser y de escribir, relojes, armas, etc.

El cobre ocupa el segundo lugar entre los minerales industriales. Es indispensable en la industria eléctrica por su ductilidad y porque es un excelente conductor de la electricidad. La importancia del cobre ha crecido paralelamente al aumento en el uso de la energía eléctrica.

Proceso metalúrgico. En la naturaleza los metales se encuentran en los minerales como óxidos o como sulfuros, en una matriz rocosa llamada ganga. Los minerales deben tener un contenido de metal lo suficientemente alto para que sean comercialmente explotables, las cantidades relativas de ganga son las que determinan el procedimiento metalúrgico a seguir para extraer el metal del mineral.

En general, un proceso metalúrgico consiste en tres operaciones:

1. Concentración del mineral
2. Reducción del mineral
3. Refinación del metal

El método más común de concentración es el de flotación, que se basa en el distinto grado de humectación del mineral y de la ganga. En este proceso, el mineral se pulveriza y se mezcla con agua a la que se agrega un agente humectante, se agita, a la vez que se burbujea aire comprimido; el humectante moja al mineral pero no a la roca y el mineral se eleva a la superficie junto con las burbujas de aire quedando en el fondo la mayor parte de la ganga. La espuma de la superficie se retira y se seca y el mineral queda listo para el siguiente proceso.

La reducción de minerales consiste en reducir el óxido o el sulfuro para obtener el metal. El agente reductor más común es el carbón en forma de coque. Este se usa para reducir los óxidos de fierro, cobre y plomo.

El metal así obtenido se refina por diversos procedimientos para obtener un alto grado de pureza.

Determinación de la humedad de una muestra de mineral de fierro.

Se determina en forma rutinaria en la mayor parte de las materias primas, productos intermedios y elaborados.

Procedimiento de la pérdida de peso. Se utiliza para determinar la humedad en todos los minerales. Se pesa por diferencia una cantidad apropiada de la muestra finamente dividida, la cantidad puede variar desde unas décimas de gramo hasta cien gramos. La pesada se hace en un pesafiltro el cual se coloca en una estufa eléctrica de temperatura constante a 100-105°C durante 1 hora, se enfría en un desecador que contenga cloruro de calcio anhidro u otro deshidratante. La pérdida en términos de porcentaje corresponde a la humedad.

Cálculos:

$$\% \text{ humedad} = \frac{a - b}{m}$$

- a = peso crisol con muestra húmeda
 b = peso crisol con muestra seca
 m = peso muestra

Determinación de fierro en minerales conteniendo sulfuros.

Se hace un ataque a la muestra adecuado para descomponer los sulfuros oxidándolos a sulfatos y disolviendo luego éstos, el fierro total y los demás constituyentes exceptuando los silicatos insolubles en ácidos, se precipita y filtra el óxido férrico, separándolo así de los otros componentes. Se redisuelve éste y se reduce el fierro, que se oxidará al ir titulándolo con dicromato de potasio.

Reactivos: ácido nítrico saturado de clorato de potasio, ácido clorhídrico, cloruro de amonio, hidróxido de amonio, cloruro estanoso, mezcla de ácidos sulfúrico y fosfórico, solución saturada de cloruro mercúrico, solución indicadora de difenilamino sulfanato de bario o sodio, dicromato de potasio 0.1N

Técnica:

1. Se pesa una cantidad de muestra, adecuada al contenido de fierro y la concentración del dicromato; se coloca en un vaso de precipitado de 250 ml y se calienta suavemente a sequedad.
2. Se le añaden unos 50 ml de agua destilada y 20 ml de HCl se calienta a ebullición hasta disolver la pasta.

3. Se retira del calor, dejando enfriar solo un poco y se filtra sobre pa pel filtro Whatman No. 40, se lava con agua caliente por unas 5 veces.
4. Se diluye mas o menos hasta 200 ml con agua destilada, se le añaden 2 g de cloruro de amonio e hidróxido de amonio hasta neutro.
5. Se calienta a ebullición unos 3 minutos. Se retira del calor, se deja reposar unos 20 minutos y se filtra sobre papel filtro Whatman No. 1, lavando con solución de cloruro de amonio al 2% caliente unas 5 veces.
6. Se quita el filtrado y en su lugar se coloca el vaso original donde se hizo la precipitación.
7. Se redisuelve el precipitado con HCl 1:1 caliente hasta quedar solo el papel filtro. Lavar finalmente éste con agua destilada.
8. Se diluye la solución a unos 200 ml y se calienta hasta ebullición, en este momento se le añade gota a gota solución de cloruro estanoso justo hasta decoloración de la solución más dos gotas más.
9. Se retira del calor y se deja enfriar completamente, se le añaden 10 - ml de solución de cloruro mercurico y 15 ml de mezcla de ácidos, todo esto agitando con agitador magnético.
10. Agitando, se le añaden unas gotas de indicador difenilamino sulfonato de bario y se titula con dicromato de potasio hasta el vire de incoloro a púrpura.

Cálculos:

$$\% \text{ Fe} = \frac{V \times N \times \text{Meq} \times 100}{P}$$

V = volumen de dicromato empleado en la titulación

N = normalidad del dicromato

Meq = miliequivalente del fierro

P = peso de la muestra

Determinación de cobre en minerales con tiosulfato.

Reactivos: tiosulfato de sodio (cristales), solución de tiosulfato de sodio 19.625 g por litro de solución en agua destilada (se estandariza con lámina de cobre Q.P., disolviéndola en ácido nítrico saturado con clorato de potasio y siguiendo la técnica), ácido nítrico saturado con clorato de potasio, solución de hidróxido de sodio al 30%, ácido acético concentrado, ioduro de potasio, solución de almidón al 0.2% en agua.

Técnica:

1. Se pesa una cantidad apropiada de muestra de acuerdo al contenido de cobre y se coloca en un vaso de precipitado de 250 ml; se ataca con ácido nítrico y clorhídrico y sulfúrico.
2. Se filtra en filtro Munktell No. 1 F y se lava unas 6 veces con agua destilada, recogiendo el filtrado y los lavados en un vaso de 400 ml.
3. Se desecha el papel y el precipitado. Al filtrado se le añaden 10 g de tiosulfato de sodio (cristales) y se lleva a ebullición hasta que el precipitado negro se aglomere dejando casi completamente clara la solución.
4. Filtrar en papel filtro Munktell No. 1F y lavar por 6 veces con agua caliente, el filtro con el precipitado de sulfuro de cobre, se deposita en un crisol de porcelana (cuidando que el precipitado no toque directamente el crisol).
5. Se calcina en la mufla o mechero a unos 500 o 600°C. Enseguida vertir las cenizas en un matraz de 250 ml y añadir al crisol 10 ml de ácido nítrico saturado de clorato de potasio.
6. Se calienta el crisol y se vierte el ácido al matraz, se calienta éste a temperatura moderada hasta llevar a sequedad, teniendo cuidado que no se tueste la pasta.

7. Añadir 70 ml de agua destilada caliente y 3 ml de solución de NaOH al 30% y calentar a ebullición.
8. Añadir ácido acético hasta neutralizar y 2 ml de exceso, hervir por 2 minutos y dejar enfriar.
9. Agregar 2 g de ioduro de potasio y dejar reposar unos minutos al abrigo de la luz, finalmente añadir unos 5 ml de solución de almidón y titular con solución valorada de tiosulfato de sodio.

Cálculos:

$$\% \text{ Cu} = \frac{V \times N \times \text{Meq} \times 100}{\text{Peso muestra}}$$

V = volumen de tiosulfato empleado en la titulación

N = normalidad del tiosulfato

Meq = miliequivalente del cobre

Análisis de fósforo en minerales de hierro y de manganeso.

Se pesa de 0.2 a 1 g de muestra, pasarlo a un vaso de 250 ml y añadir 10 ml de HCl, se calienta hasta una disolución completa. Se evapora hasta reducir a unos 3 ml; se añaden a continuación 15 ml de ácido nítrico concentrado y se hierve hasta reducir a un volumen de 5 ml; se diluye con agua a un volumen de 50 ml; se hierve y se filtra, lavando con ácido nítrico al 1% dando unas cuatro o cinco lavadas.

El filtrado se recibe en un matraz de 300 ml, se calienta a unos 600°C, se le añaden 50 ml de molibdato de amonio y se agita vigorosamente unos 5 minutos; se deja reposar 20 minutos (al agregar el molibdato se baja de la placa caliente).

Se filtra el precipitado lavando 3 veces con nítrico al 1% y unas 15 veces con solución al 1% de nitrato de potasio. Se pasa el filtro con el precipitado al mismo matraz, se añaden 30 ml de KOH valorada y se agita el matraz tapado con un tapón de goma hasta disolver el fosfomolibdato de amonio.

Si no se disuelve bien es preciso añadirle unos ml más de KOH. Una vez disuelto se le añaden 100 ml de agua destilada y unas gotas de fenolftaleína y se titula el exceso al alcali con ácido sulfúrico valorado.

UNIDAD X. Análisis de Pigmentos y Colorantes.

Generalidades. Se llama pigmento al material colorido que está insertado en el material que colorea. Los pigmentos se dividen en dos grupos: orgánicos e inorgánicos.

Los inorgánicos son sustancias, a menudo mezclas complejas en las cuales un metal es una parte de la trituration y calcinación. Ejemplo: pigmentos de plomo hierro, etc.

Los orgánicos son compuestos en cuya molécula existe algún grupo orgánico. Ejemplo: las lacas.

La propiedad característica de un pigmento, que lo distingue de un colorante es su insolubilidad en un portador sólido o líquido. Se aplica por pincelación, pulverización, inmersión en caso de que sea líquido y por incorporación directa en el caso de sólidos.

Un colorante se adhiere a una superficie, en virtud de una atracción química o física entre los grupos del colorante y los grupos de la sustancia teñida.

Los colorantes se clasifican de acuerdo con sus cromóforos, la molécula que los contiene se llama cromógeno y son grupos insaturados, la presencia de uno produce color, siendo una sustancia coloreada pero no un colorante; para que posea esta cualidad se necesita en la molécula la presencia de otras agrupaciones atómicas, los auxocromos, que son grupos que intensifican el color en presencia de un grupo cromógeno.

Usos:

1. Pinturas. En las pinturas el tipo de pigmento que se use dependerá del fin que se le da a la pintura. Ejemplo: para muros, automóviles, pinturas anticorrosivas. Los pigmentos que se usan son inorgánicos.
2. Hules. Por lo general se usan pigmentos negros o negro de humo. Ejemplo: en llantas de automóviles por considerarse resistentes a la al s aci ón; en guantes se usan también pigmentos fluorescentes.

3. Cerámica. Se usan pigmentos inorgánicos, generalmente óxidos obtenidos a base de calcinación. Aquí es necesario que el esmalte esté debidamente estaturizado a una temperatura adecuada para que el pigmento no se ponga negro. Ejemplo: óxido de cadmio, óxido de selenio.
4. Plásticos. Se usan pigmentos inorgánicos con el objeto de que no sangre el plástico.
5. Alimentos y bebidas. Siempre se usan pigmentos orgánicos en pequeños porcentajes, ya que su fin es proporcionar un color adecuado en el alimento sin alteraciones de su sabor u olor.
6. Textiles. Generalmente se usan pigmentos sintéticos y orgánicos; los pigmentos naturales ya han perdido su importancia.

Análisis de pigmentos.

Dada la gran diversidad de pigmentos, los análisis se seleccionarán de -- acuerdo al pigmento.

Se toman muestras de litopón y se envasan en recipientes de metal o vidrio, limpios y secos, con cierre hermético y opacos para evitar el deterioro del litopón.

El litopón es un pigmento blanco pesado llamado también de chartón blanco - de orr o blanco de Griffith, de densidad de 4.2 a 4.3, con índice de refracción respecto al aire entre 1.99 y 2.04.

Está constituido por sulfuro de zinc y sulfato de bario; se puede obtener - de la siguiente forma:



28 a 30% + 70 a 72%
en peso en peso

Determinación de sulfato de bario por precipitación.

Reactivos: HCl concentrado, clorato de potasio.

Técnica: se humedece 1 g de litopón con agua destilada y se trata con 10 - ml de HCl concentrado y 1 g de clorato de potasio. Se hierve hasta que desaparece el olor característico a ácido sulfhídrico y el color amarillento del cloro; se añaden 50 ml de agua destilada y se filtra en papel filtro de cenizas conocidas. El papel filtro se calcina en un crisol tarado y se expresa el resultado - en porciento.

Cálculos:

$$\% \text{BaSO}_4 = \frac{F \times P \times 100}{\text{Peso muestra}}$$

F = factor gravimétrico

P = peso del precipitado

Determinación del contenido total de zinc por volumetría.

Reactivos: ferrocianuro de potasio 1N, hidróxido de amonio, ácido sulfúrico, molibdato de amonio como indicador.

Técnica: una muestra de 1 g de litopón se diluye en 100 ml de agua destilada; se toma una alícuota de 50 ml y se le agrega hidróxido de amonio y ácido sulfúrico hasta alcanzar un pH de 5 , se calienta y se titula con una solución normal de ferrocianuro de potasio, como indicador se usa el molibdato de amonio. El punto final de la reacción se obtiene cuando al agregar una gota de indicador se obtiene una coloración café.

Cálculos:

$$\% \text{Zn} = \frac{N \times V \times F \times 100}{\text{alícuota}}$$

N = normalidad del ferrocianuro

V = mililitros de ferrocianuro gastados

F = factor volumétrico

Determinación del contenido de humedad por desecación a masa constante.

En un pesafiltro puesto a peso constante en una estufa a 105°C, se pesan de 3 a 5 g de pigmento. Se meten en la estufa y se secan a 105-110°C hasta peso - constante, se calcula la humedad en tanto por ciento.

Cálculos:

$$\% \text{ de humedad} = \frac{a - b \times 100}{m}$$

a = peso del pesafiltro y muestra después de secar

b = peso del pesafiltro

m = peso de la muestra

Determinación de la absorción de aceite.

Se coloca 1 g de muestra sobre una placa de vidrio, se pesa un frasco gotero que contenga aceite de linaza crudo y de índice de acidez de 1 a 3; gradualmente se agrega el aceite sobre el pigmento, presionando con una espátula de acero flexible la gota de aceite y el pigmento. Cuando se haya formado una pasta - que no se separe, ni se rompa, ni se resbale de la espátula al levantarse, entonces se pesa nuevamente el frasco con aceite y la diferencia de peso equivale a - la cantidad de aceite usado.

Cálculos:

$$\% \text{ de absorción de aceite} = \frac{\text{aceite usado} \times 100}{\text{aceite total (inicial)}}$$

Determinación de la absorción de agua.

Pesar 20 g de muestra procurando que forme una capa de igual espesor en un matraz erlenmeyer de 250 ml. De una bureta con agua se agregan 10 gotas de manera que los aglomerados corran por la pared del matraz; se sigue agregando agua hasta que casi todo el pigmento forme aglomerados con la ayuda de una espátula - se raspan cuidadosamente las paredes y se cortan los aglomerados, teniendo cuidado de que no haya pérdida de material.

Se continúa el movimiento rotatorio y se agrega agua gota a gota hasta que se formen grandes masas aglomeradas. El punto final se nota cuando a causa del movimiento rotatorio las paredes del matraz se manchan con la pasta pero sin que se adhiera mucho de ella. La operación dura de 25 a 30 minutos.

Cálculos:

$$\% \text{ de absorción de agua} = \text{ml de agua usados} \times 5$$

Determinación de color.

Se humedece 1 g de pigmento con 0.5 ml de aceite de linaza crudo con índice de acidez de 1 a 3, mezclándolo perfectamente por medio de una espátula flexible hasta obtener una masilla homogénea; ésta se extiende sobre una placa de vidrio y con una maleta de vidrio esmerilado de 76.5 mm de diámetro se mueve con movimiento circular y presión constante hasta completar 25 ciclos terminados los cuales se reúne nuevamente la pasta con la espátula y se repite la operación 3 veces más o sea, hasta completar 100 vueltas en cuatro operaciones.

La pasta así difusa se extiende sobre una placa de vidrio junto a la muestra convenida (o tipo) preparada en igual forma, comparándose a simple vista el color en un lugar con luz difusa.

Determinación del poder tintoreal o colorante.

Se toman 2 g de muestra y 200 mg de ultramar; se humedecen con 1 ml de aceite de linaza crudo de índice de acidez de 1 a 3. Se mezclan con una espátula flexible hasta formar una masilla homogénea que se coloca en una placa de vidrio y se muele con una maleta de vidrio esmerilado como en la determinación de color explicada anteriormente.

Puede hacerse esta determinación usando 100 mg de negro de humo y 2 g de muestra haciendo lo mismo y comparando de la misma forma que el método anterior.

Consultar las siguientes normas oficiales para pigmentos y colorantes:

- Método de prueba para la determinación de cobre en pigmentos a base de - bióxido de titanio.
- Método de prueba para la determinación de la concentración de color en colorantes orgánico-sintéticos para alimentos y bebidas.
- Determinación de plomo en colorantes orgánico-sintéticos
- Método de prueba para la determinación de metales pesados, en colorantes orgánico-sintéticos para alimentos y bebidas.
- Método de prueba para la determinación de cloruros en colorantes orgánico-sintéticos para alimentos y bebidas.
- Método de prueba para la determinación de sulfatos en colorantes orgánico-sintéticos para alimentos y bebidas.

OBSERVACIONES

En esta obra, la mayoría de las actividades experimentales citadas se pueden llevar a cabo en los laboratorios de cada plantel.

Para ello se tomó en cuenta los siguientes factores:

1. Duración del semestre en que se imparte cada uno de los cursos.
2. Material, aparatos y equipo con que cuenta el laboratorio
3. Reactivos empleados en las actividades experimentales

En lo referente a los cursos se pueden hacer las siguientes observaciones:

Técnicas de Análisis Químico I.

El programa del curso es muy extenso y no es posible cumplir con todos los objetivos; en esta obra se han eliminado temas tratados en cursos anteriores, sobre todo en lo referente a la parte teórica.

En forma general lo que se ve en este curso son reacciones características para cada uno de los iones de los diferentes grupos y la coloración, aspectos -- que presentan los precipitados al agregarles ciertos reactivos; en menor escala se ve la separación de los cationes de los diferentes grupos.

El comportamiento de los alumnos en este primer curso presenta ciertas características; se percibe un poco su desilusión al no identificar algunos de -- los iones en la muestra problema, esto se debe principalmente a que no tienen toavía el criterio suficiente ni la habilidad que poco a poco adquieren con la -- práctica; cometen algunas equivocaciones al no agregar el reactivo indicado u -- omiten algún paso dentro de la marcha analítica.

Debido al calendario escolar, hay semestres en que se trabaja con grupos saturados y en otras ocasiones hay pocos alumnos y se trabaja con mayor efectividad. Para un mejor aprovechamiento, lo más aceptable es trabajar en equipos de dos integrantes.

El aspecto de evaluación se hace en base a:

1. Reporte de reacciones de identificación
2. Reporte de análisis
3. Solución a ejercicios y problemas. Prueba objetiva.

Técnicas de Análisis Químico II.

Esta parte de la química analítica, es la que da mejores resultados al impartirse a los alumnos. Se cumple con la mayoría de los objetivos del programa por contarse con tiempo suficiente, material, aparatos, equipo y reactivos necesarios.

A excepción del capítulo de gravimetría, que no es tan atractivo para los alumnos como el capítulo de volumetría (las determinaciones son rápidas y efectivas aparte de ser vistosas y coloridas), es el curso en el cual se trabaja con mayor entusiasmo.

En esta obra sólo se mencionan para cada capítulo 2 ó 3 actividades experimentales; el participante escoge la más sencilla o la que le indique el instructor y cumpla con los objetivos del curso.

El alumno se encuentra más identificado tanto con maestros, compañeros y con el lenguaje empleado en el análisis; tiene mayor destreza y habilidad y va adquiriendo su propio criterio.

Se plantean las visitas a diferentes industrias por medio del departamento de promociones empresariales que se encuentran en cada plantel; esto con la finalidad de familiarizar al alumno con su futura actividad y como complemento de este curso.

Los alumnos pueden hacer sus determinaciones cuantitativas individualmente o en equipos de dos integrantes.

El aspecto evaluación se hace en base a:

1. Resultados de las actividades experimentales aceptables con un 5% de error.
2. De acuerdo a las normas industriales.
3. Solución a problemas y ejercicios.

Técnicas de Análisis Químico III.

Con este curso queda integrada la preparación del técnico, para el desempeño de las actividades propias de esta especialidad.

Se le proporcionan algunas bases para aplicar técnicas de muestreo, ensaye y análisis de ciertas industrias de acuerdo a las características de cada una de ellas y asimismo de práctica elemental para la interpretación de resultados; este criterio lo puede ampliar una vez incorporado a actividades industriales: ayudante de analista, muestreador, ayudante de laboratorio, inspector de control de calidad.

Las dos primeras unidades se trabajan en forma general y las actividades experimentales se realizan en forma individual; a partir de la tercera unidad las actividades experimentales se llevan a cabo en equipos de 5 en forma rotativa y simultánea.

Los alumnos tienen participación directa en el desarrollo del programa; por equipos desarrollan una unidad, visitan diferentes industrias, consultan en el departamento de Normas diferentes técnicas y seleccionan 2 ó 3 actividades experimentales que se puedan realizar en el laboratorio.

La evaluación se hace en base al informe presentado de la unidad correspondiente investigada por los equipos y las actividades experimentales llevadas a cabo.

BIBLIOGRAFIA.

- 1.- Ayres, S. H.
Análisis Químico Cuantitativo
Ed. Harper and Row
México, 1975
- 2.- Bennett, H.
Comercial Waxes. Pág. 233
Chem. Pub. Co. Inc.
- 3.- Brumbly, R.V.
Análisis Cualitativo
Ed. CECSA
México, 1969
- 4.- Catalán, L.
Química del Agua
Ed. Blume (1969). Madrid, España
- 5.- Hamilton-Simpson
Cálculos de Química Analítica
Ed. Mc. Graw Hill
México, 1971
- 6.- Heuglin, M.
Ensayo al Soplete (Análisis de Minerales)
Ed. Hispano Americana
México, 1962
- 7.- Horwitz, W.
Official Methods of Analysis of the Association of
Official Analytical Chemists. (A.O.A.C.)
12a. Edit. 1975
- 8.- Jackson, M. L.
Análisis Químico de Suelos
2a. Ed. OMEGA
México, 1970
- 9.- Jander, G.K.
Análisis Volumétrico
UTHEA, México, D.F.

- 10.- Juárez y Rochín
Manual de Química Aplicada
Ed. Porrúa
México, 1970
- 11.- Juran, J.M.
Quality Control Handbook
Ed. Mc. Graw Hill
New York, 1969
- 12.- Mc. Donald, P.
Nutrición Animal
Ed. Acribia
Zaragoza, España, 1969
- 13.- Millard, C.E., Turk, L.M.
Fundamentos de la Ciencia del Suelo
Ed. CECSA
México, 1975
- 14.- Orozco, F.
Análisis Químico Cuantitativo
Ed. Porrúa
México, 1970
- 15.- Parks, G.D. y Meller, I.W.
Química Inorgánica
Ed. Longmans, Grenand Company
- 16.- Rodríguez, E.
Técnica Química de Laboratorio
Ed. Gustavo Gil
- 17.- Swen, D.
Badley's Industrial Oil and Fats Products
3a. Edición.
Interscience, 1964
- 18.- Tirado, D.
Manual de Laboratorio de Química Analítica
Cualitativa V.I.
I.P.N., E.N.C.B.
México, 1975

- 19.- Tirado, D.
Manual de Laboratorio de Química Analítica
Cuantitativa
I.P.N., E.N.C.B.
México, 1975
- 20.- Standard Methods for the examination of water and
sewage
N.Y. American Public Health Ass.
- 21.- Vogel, A.
Química Analítica Cualitativa
Ed. Kapelusz
Buenos Aires, 1960
- 22.- Vogel, A.
Química Analítica Cuantitativa, Vol. I
Ed. Kapelusz
Buenos Aires, 1960
- 23.- Winton, A.
Análisis de Alimentos
Ed. CÉCSA
México, 1975