

1999B – 2007A

396482612

UNIVERSIDAD DE GUADALAJARA

CENTRO UNIVERSITARIO DE CIENCIAS BIOLÓGICAS Y
AGROPECUARIAS
DIVISIÓN DE CIENCIAS BIOLÓGICAS Y AMBIENTALES



MANUAL DE PRÁCTICAS DE LA MATERIA DE QUÍMICA ANALÍTICA

PRODUCCIÓN DE MATERIALES EDUCATIVOS
PAQUETE DIDACTICO

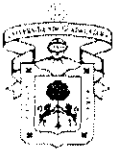
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE LICENCIADO EN BIOLOGÍA

PRESENTA

NESTOR ALEJANDRO SANTANA GONZALEZ

Las Agujas Zapopan, Jalisco, México

Enero de 2008



Universidad de Guadalajara
Centro Universitario de Ciencias Biológicas y Agropecuarias
Coordinación de Titulación y Carrera de Licenciatura en Biología

1258/ C. C. BIOLOGÍA

C. Nestor Alejandro Santana González

PRESENTE

Manifiestamos a usted que con esta fecha ha sido aprobado su tema de titulación en la modalidad de: **Producción de materiales educativos**, opción **Paquete didáctico**; con el título: **"Manual de Prácticas de la materia de Química Analítica"** para obtener la Licenciatura en Biología.

Al mismo tiempo le informamos que ha sido aceptado como Director / a de dicho trabajo el/la: **M.C. Salvador Velásquez Magaña** y como asesor el /la **Dr. Jesús Angel Andrade Ortega**.

Sin más por el momento. le envío un afectuoso saludo.

ATENTAMENTE
"PIENSA Y TRABAJA"

Las Agujas, Zapopan., 30 de noviembre del 2007.


DR. FRANCISCO MARTÍN HUERTA MARTÍNEZ
PRESIDENTE DEL COMITÉ DE TITULACIÓN

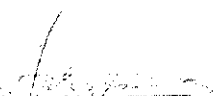

M en C. GLORIA PARADA BARRERA
SECRETARIO DEL COMITÉ DE TITULACIÓN

Dr. Fco. Martín Huerta Martínez.
 Presidente del Comité de Titulación.
 Licenciatura en Biología.
 CUCBA.
 Presente

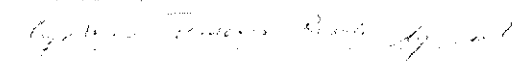
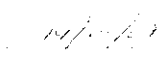
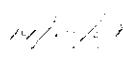



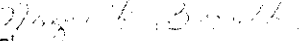

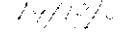



Nos permitimos informar a usted que habiendo revisado el trabajo de titulación, modalidad **Producción de material educativo**, opción **Paquete didáctico** con el título: **"Manual de Prácticas de la materia de Química Analítica"** que realizó el/la pasante **Nestor Alejandro Santana González** con número de código **396482612** consideramos que ha quedado debidamente concluido, por lo que ponemos a su consideración el escrito final para autorizar su impresión.

Sin otro particular quedamos de usted con un cordial saludo.

Atentamente
 Las Agujas, Nextipac, Zapopan a 13 de diciembre de 2007.

Firma 
 M. C. Salvador Velázquez Magaña
 Director del trabajo,

firma 
 Dr. Jesús Ángel Andrade Ortega
 Asesor

Nombre completo de los Síndicales asignados por el Comité de Titulación	Firma de aprobado	Fecha de aprobación
		
		
Supl. 		
		

AGRADECIMIENTOS

En primer lugar le agradezco a Dios por dejarme vivir hasta este momento de mi vida, por darme día a día las ganas, fuerzas y sabiduría para realizar este trabajo.

En segundo lugar agradezco mis padres y familia por darme su amor, cariño, dedicación y paciencia para terminar la carrera. A mi mamá en especial por darme la vida y estar conmigo en los momentos difíciles de mi vida por dedicarse y sacrificar su alma, vida y corazón.

En tercer lugar no menos importante les doy las gracias a mis amigos y profesores por darme su amistad, cariño, apoyo, y las herramientas para terminar la carrera.

Agradezco a mi Universidad, al mi director de tesis, asesor y sinodales, por apoyarme y dedicar su tiempo para aconsejar, revisar, comentar a detalle los problemas, defectos y correcciones en la tesis.

DEDICATORIA

En especial esta tesis se la dedico a mi madre (en paz descanse) y mi padre por darme su paciencia, tiempo y esfuerzo para que pudiera terminar mi carrera, **los quiero mucho**.

A mi hermano por cuidarme, apoyarme y acompañarme en mi primera salida a campo, **Gracias carnal**.

También les dedico la tesis a las maestras Cynthia, Dolores, Karina y Margarita por brindarme su amistad, apoyo y dedicación en la realización de esta tesis.

Lema

Familia que esta unida permanece unida

ÍNDICE

Prologo	II
Reglamento del Laboratorio	III
Recomendaciones	IV
Evaluación	V
Practica 1 Determinación de humedad.	1
Practica 2 Determinación de materia orgánica por calcinación.	5
Practica 3 Análisis volumétrico de neutralización.	10
Practica 4 Determinación volumétrica de acidez en vinagre.	16
Practica 5 Determinación volumétrica de acidez en vino.	20
Practica 6 Determinación de carbonatos totales en aguas naturales.	24
Practica 7 Titulación por precipitación. Preparación y valoración de nitrato de plata.	29
Practica 8 Determinación de la pureza de un cloruro mediante volumetría de precipitación.	33
Glosario	37
Literatura consultada	39

PROLOGO

Este manual de prácticas fue elaborado en el Departamento de Biología Celular y Molecular, del Centro Universitario de Ciencias Biológicas y Agropecuarias útil para los alumnos de la Licenciatura de Biología y opcional para los alumnos de las Licenciaturas de Agronomía y Veterinaria. La finalidad de contar con este documento es fortalecer el conocimiento teórico de los procesos de análisis químico mediante el desarrollo de las habilidades prácticas de laboratorio.

La química analítica puede definirse como la ciencia que desarrolla y mejora métodos e instrumentos para obtener información sobre la composición y naturaleza química de la materia.

Este manual es un intento de reunir una selección cuidadosa de prácticas de laboratorio con las siguientes características:

Ilustran la teoría, sin limitarse a tener un carácter demostrativo o simplemente académico, sino para buscar a la vez la adquisición de habilidades.

Son 8 prácticas sencillas apegadas al método científico. Los cuales no requiere del uso de equipos sofisticados o materiales costosos.

Contienen un cuestionario que se relacionan con el tema así como preguntas de comprensión sobre las prácticas realizada. Al final del manual de práctica se anexa la literatura consultada que apoye la parte teórica del texto y puede también servir como material de consulta.

REGLAMENTO DEL LABORATORIO

1. No se permitirá el acceso al laboratorio a los alumnos, en ausencia de su profesor o instructor autorizado, ni cuando la sesión practica haya iniciado.
2. Los alumnos y el profesor deben portar bata blanca de laboratorio, y cuando se considere necesario, usar guantes, anteojos de seguridad y cubre boca.
3. Se prohíbe fumar, masticar chicle e ingerir alimentos y cualquier tipo de bebidas.
4. El manejo de equipo por los alumnos, se hará solamente con asesoria directa del profesor o instructor.
5. Los alumnos deben tener conocimiento previo del protocolo de la práctica a realizar.
6. Cada alumno se integrara en una mesa o equipo de trabajo, y tendrá asignado un sitio en el laboratorio, en el cual debe permanecer durante el desarrollo de la practica, excepto si requiere hacer uso de algún aparato o lavar material.
7. Los integrantes de cada equipo de trabajo nombraran a un coordinador, el cual será el responsable directo del material y aparatos que utilizan sus compañeros mediante la firma de un vale, previa revisión de su integridad.
8. Cuando el material o aparatos resulten dañados o deteriorados, todos los integrantes del equipo de trabajo, deberán cooperar para su restitución o reparación.
9. El material, aparatos y mesa de trabajo deben quedar limpios al finalizar la practica

RECOMENDACIONES

Es importante considerar las siguientes recomendaciones de seguridad básicas para el trabajo en laboratorio, ya que permiten el buen funcionamiento del mismo y evitan daños a la salud.

1. Verificar con el responsable del laboratorio, la localización de la salida de emergencia, extintores de fuego, regaderas y botiquín de primeros auxilios.
2. Leer con cuidado las etiquetas de los frascos de los reactivos, prestar especial atención a sus características de peligrosidad: si son tóxicas, inflamables, oxidantes, irritantes, si producen quemaduras, etc., así como a las indicaciones para su manejo.
3. Reportar inmediatamente cualquier accidente que ocurriera, como daños físicos (quemaduras, cortadas, etc.), o alguno que cause deterioro al equipo de laboratorio.
4. Cuando un ácido, álcali o cualquier reactivo corrosivo haga contacto con su piel u ojos, enjuáguese inmediatamente con abundante agua.
5. Al preparar soluciones ácidas, añadir siempre el ácido al agua y nunca de forma inversa.
6. Para extraer los reactivos de los frascos que los contienen, usar siempre perillas de extracción y no hacerlo directamente con la boca, en el caso de reactivos sólidos, usar espátula.
7. Las sustancias tóxicas o irritantes deben mantenerse en frascos bien cerrados, no colocarse cerca de personas y mantenerse bajo la campana de extracción, el usuario debe llevar cubreboca, anteojos y usar perillas de tres vías.
8. Antes de encender el mechero, asegurarse que no haya vapores o líquidos inflamables.
9. Si requiere manipular un líquido orgánico (solvente), asegurarse de que no haya una flama cerca, y se necesita calentarlo o evaporarlo, utilizar baño maría.

10. Es preciso lavarse las manos después de haber manejado tanto productos orgánicos como tóxicos.
11. Use una toalla para proteger sus manos cuando corte vidrio o inserte tubo de vidrio o termómetros en tapones, lubricar los hoyos de tapones antes de introducir el tubo o termómetro.
12. Nunca caliente un aparato que no este abierto a la atmósfera.
13. Use siempre pipetas limpias para medir las diferentes sustancias y no regrese sobrantes a los envases originales.
14. No centrifugue ni deje en ningún equipo eléctrico soluciones que contengan éter o soluciones similares.
15. Conserve los frascos de reactivo herméticamente cerrados y en un lugar específico, seguro y con ventilación.
16. No maneje equipo de laboratorio del cual no conozca su instructivo, pues esto puede representar un peligro a su salud y un daño al aparato.

EVALUACION

Para evaluar las actividades y desempeño de los alumnos en las prácticas de química analítica, se considerarán los siguientes criterios:

- Asistencia y puntualidad.
- Participación en el desarrollo de las prácticas.
- Presentación correcta de reportes y cuestionarios completos.

Práctica 1

DETERMINACION DE HUMEDAD

Objetivo:

Que el alumno calcule y determine la humedad de una muestra u organismo al seguir un procedimiento de análisis químico.

Introducción

Al contenido de agua en una muestra se le conoce como humedad y se refiere a la cantidad de agua en la muestra, la determinación de esta suele ser parte de la mayoría de los análisis. El agua puede ser considerada como esencial o bien no esencial, el agua esencial esta representada en relación estequiométrica como agua de cristalización. Forma parte de los compuestos mediante un enlace físico $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ mientras que el agua no esencial esta presente en cantidades no estequiométricas, la cual puede ser considerada como agua ocluida, agua adsorbida en la superficie del compuesto o bien agua absorbida en la superficie y entre los intersticios de la materia o muestra.

La determinación de humedad es importante ya que la mayoría de los análisis son reportados en base seca esto es la muestra libre de humedad en particular del agua no esencial. Ya que la cantidad de la misma en la muestra puede variar de una muestra a otra, por lo tanto podemos obtener un dato erróneo al realizar a determinación.

En la industria determina diferentes procesos es importante para el almacenamiento de cereales, así como la vida de anaquel de ciertos productos, la utilización o no de la materia prima para determinar el procedimiento.

La determinación de humedad (agua no esencial) se realiza mediante el método gravimétrico indirecto, donde se evapora el agua de la muestra por calentamiento, el agua volatilizada mediante este procedimiento es determinada por la diferencia de peso inicial y final de la muestra. Este análisis se realiza como análisis de rutina en los laboratorios o en las empresas, se realiza secando la muestra en una estufa a una temperatura entre los 105 – 130 °C por un tiempo no mayor a las cuatro horas.

En algunos casos cuando la humedad se determina a material biológico, que se empleará para algún experimento posterior, las muestras se secan a 70 °C por un tiempo aproximado a 24 horas.

Cuando se determina la humedad de la muestra es necesario mencionar bajo que condiciones se realizo la determinación y especificar la temperatura y el tiempo de secado.

Materiales y equipo

- 1 Balanza analítica
- 1 Estufa
- 1 Desecador
- 1 Termómetro
- 1 Pinzas para crisol
- 1 Crisol porcelana

muestras

Muestras orgánicas variables
Hojas de árboles, ramas, pétalos

Procedimiento

Se lavan cuidadosamente los crisoles y se secan, posteriormente se ponen a peso constante, esto se realiza calentando en la estufa y dejándolo enfriar en el desecador en repetidas ocasiones el material a emplear, se registra el peso del mismo en cada ocasión, para obtener el peso constante del mismo, de manera general esto se logra al calentar el material a 110°C por una hora, se enfría y se pesa.

Una vez que el material se puso a peso constante se procede a determinar la humedad de las muestras, pesar entre 0.5 y 2.0 gramos de muestra, la cual se debe encontrar en un tamaño de partícula homogénea, el mismo se determina en una balanza analítica, con una exactitud de diezmilésimas de gramo, la muestra se coloca en el crisol y se introduce en una estufa de secado a una temperatura de 110 °C, por el tiempo de 60 minutos, pasado este tiempo la muestra se deja enfriar en el desecador y se registra el peso en la balanza analítica.

Cálculos:

La diferencia entre el peso inicial y el peso final sería igual a la humedad (H), la cual se reporta en porcentaje en peso de la muestra original.

$H = \text{peso final muestra} - \text{peso inicial de la muestra}$

H = humedad

$\% \text{ de } H = H \times 100 / \text{peso inicial}$

Resultados:

Pesos de la muestra	Resultados	Observaciones
Peso inicial de la muestra		
Peso final de la muestra		
Porcentaje % de Humedad		

Conclusiones:**Discusión:**

Cuestionarios

1.- ¿Que es la humedad?

2.- ¿Qué es el análisis gravimetrico?

3.- ¿Para qué es importante conocer el contenido de humedad de una muestra?

Práctica 2

DETERMINACION DE MATERIA ORGANICA POR CALCINACION

DETERMINACION DE CENIZAS POR CALCINACION

Objetivo:

Que el alumno determine las cenizas y analitos de una muestra problema.

Introducción:

Las determinaciones gravimétricas por calcinación se llevan a cabo a altas temperaturas entre los 400 y 550 °C mediante la utilización de una mufla en la cual el material se coloca por un tiempo entre una y cuatro horas, la determinación de materia orgánica por calcinación se realiza de manera general en el análisis de suelos por los agrónomos y bien por los geólogos siendo necesario para los parámetros edafológicos, por otro lado la determinación de cenizas se emplea en la industria alimentaria y esta relacionada con la cantidad de elementos traza (minerales), de los alimentos y balanceados alimenticios, que se pueden utilizar con acuicultura o alimentación de ganado o aves de corral.

Este método de análisis gravimétrico indirecto (materia orgánica), y directo (cenizas) se realiza en base al peso seco (PS) de la muestra original, este es la diferencia entre el peso inicial de la muestra (PI) y la cantidad de humedad de la misma (H).

$$PS = PI - H$$

Materiales y equipo

- 1 Balanza analítica
- 1 Mufla
- 1 Mechero bunsen
- 1 Soporte Universal
- 1 Triangulo de porcelana
- 1 Aro de metal
- 1 Estufa
- 1 Desecador
- 1 Termómetro
- 1 Pinzas para crisol
- 1 crisol de porcelana

Muestras

muestras orgánicas variables
Hojas de árboles, ramas, pétalos

Procedimiento:

Se lavan cuidadosamente los crisoles y se secan, posteriormente se ponen a peso constante, esto se realiza al calentar en la mufla y dejándolo enfriar en el desecador en repetidas ocasiones el material a emplear, se registra el peso del mismo en cada ocasión para obtener el peso constante del mismo, de manera general esto se logra mediante el calentamiento del material a 110°C por una hora, se enfría y se pesa.

Si lo que se quiere determinar es cenizas: En el crisol coloque una determinada cantidad de muestra la cual es pesada cuidadosamente en una balanza analítica, entre 0.5 y 2.0 g la muestra se calcina previamente con un mechero bunsen y un triangulo de porcelana colocado en el aro metálico detenido por un soporte universal, el crisol se coloca en la flama de oxidación del mechero, este procedimiento desprende una gran cantidad de humo, por lo cual es necesario realizar este procedimiento en un área bien ventilada, posteriormente se coloca

el crisol de porcelana en una mufla a 500°C por espacio de una hora, pasado este tiempo se deja enfriar en un desecador y se realiza la pesada final, con la finalidad de poder determinar la cantidad de cenizas en la muestra.

Si lo que se quiere determinar es materia orgánica: Se determina por calcinación directa en la mufla, por lo que solo es necesario colocar la muestra en el crisol el cual debe encontrarse previamente a peso constante, se pesa una cantidad de muestra entre 5 y 10 g los cuales se calcinan por espacio de dos horas a 550°C en una mufla, posteriormente se coloca en un desecador para dejarlo enfriar, ya que se encuentre el material frío se procede a pesar el residuo y se anota el peso final.

Cálculos

La cantidad de cenizas es igual al peso final de la muestra, el resultado se expresa en porcentaje de ceniza en base al peso seco de la muestra.
 $\% \text{ de cenizas} = \text{gr de cenizas} \times 100/\text{PS}$

Peso de Muestra	Resultados	Observaciones
Peso inicial		
Peso Final (cenizas)		
Porcentaje % de cenizas		

La cantidad de materia orgánica (MO) es igual a la diferencia entre el peso seco (PS) y el peso final (PF) de la muestra. Los resultados se expresan en porcentaje.

Peso de materia Orgánica	Resultados	Observaciones
Peso seco de la materia orgánica (Resultado de la práctica anterior).		
Porcentaje % de materia orgánica		

Resultados:

Conclusión:

Discusión:

Cuestionario:

1. ¿Que es la gravimetría indirecta?
2. ¿Qué es la gravimetría directa?
3. ¿Cuál es el equipo básico para la gravimetría?
4. ¿Para que se emplea la determinación de cenizas?
5. ¿Para que se emplea la determinación de materia orgánica?

Práctica 3

ANALISIS VOLUMETRICO DE NEUTRALIZACION

Objetivo:

Que el alumno realice la preparación y valoración de soluciones para análisis volumétrico de neutralización.

Introducción:

En el análisis volumétrico la concentración del analito se determina mediante la medición final de un volumen, lo cual involucra a una solución patrón capaz de reaccionar con la sustancia que se analiza, esta solución presenta una concentración conocida, y es capaz de reaccionar mas o menos al cien por ciento con la sustancia que se analiza.

Con la finalidad de conocer cuando la sustancia patrón reacciona con el total del analito se utilizan sustancias llamadas indicadores, en particular los indicadores del punto final de la neutralización son compuestos químicos que detectan cambios bruscos de pH los cuales suceden de manera general cuando ambas sustancias se encuentran ionizadas, esto justifica el empleo de ácidos y bases fuertes como estándar en las mediciones de neutralización.

Los reactivos mas empleados en el análisis de neutralización son el ácido clorhídrico (HCl) y el hidróxido de sodio (NaOH), ya que sus soluciones diluidas son estables por grandes periodos de tiempo y pueden utilizarse en presencia de la mayoría de los cationes sin que estos se precipiten. Estos reactivos tienen una gran aplicación en los métodos de análisis químicos de neutralización.

Materiales y equipo

3 Matraz erlenmeyer de 250 mL

1 Bureta 25 mL

1 Soporte universal

1 Pinzas para bureta

1 Pizeta

1 Espátula

2 Matraz aforado de 500 mL

1 Pipeta de 10 mL

1 Perilla para pipetear

1 Balanza analítica

Reactivos

Ácido Clorhídrico (HCl)

Hidróxido de sodio (NaOH)

Carbonato de sodio (Na_2CO_3)

Verde de bromocresol

Fenolftaleína

Procedimiento:

Preparación de ácido clorhídrico e hidróxido de sodio 0.5N:

Realice los cálculos necesarios para la preparación de 500 mL de cada solución, de la misma manera realice los cálculos para valorar la solución de ácido clorhídrico utilizando como patrón primario el carbonato de sodio, los cálculos mas adecuados serian aquellos donde se utilicen entre 50 y 80 ml de solución patrón, recuerde el equivalente químico del carbonato al sodio es igual a su peso molecular entre dos.

Experimento 1: Valoración del ácido clorhídrico:

El ácido clorhídrico se prepara a partir del reactivo concentrado, para lo cual el material a emplear se tiene que lavar cuidadosamente antes de comenzar la preparación de las soluciones, una vez determinada la cantidad del volumen a emplear mida el mismo, con la finalidad de valorar el ácido se pesan tres cantidades de carbonato de sodio entre 0.2 y 0.5 gr. con exactitud de diezmilésimas de gramo. Las cuales se colocan en matraces erlenmeyer de 250 mL y se diluyen en 50

mL de agua destilada, se agregan 3 gotas del verde de bromocresol, y se procede a verter la solución de ácido clorhídrico previamente colocada en la bureta, el punto final de la titulación de la solución se detecta cuando la solución cambie del color verde al azul. Se anota el volumen de la solución requerida en cada ocasión se obtiene el promedio y se procede a calcular la normalidad de la solución.

Experimento No. 2: Valoración del hidróxido de sodio:

Con la solución preparada de hidróxido de sodio se procede a valorarla por el procedimiento de retroceso con la solución de ácido clorhídrico con fenolftaleína como indicador, la solución preparada de hidróxido de sodio se coloca en la bureta, mientras que en los matraces erlenmeyer se colocan 10 mL de solución de ácido clorhídrico medidos con una pipeta volumétrica, a los cuales se les añade 3 o 4 gotas del indicador y se procede a la neutralización mediante la titulación, el punto final se detecta con el cambio de color del indicador el cual cambia de púrpura a incoloro. Se promedia el volumen utilizado de hidróxido de las tres mediciones y se calcula la normalidad de la solución.

Experimento # 1

Matraz	Carbonato de Sodio Na_2CO_3	Agua destilada	Verde de bromocresol
1	0.2 g	50mL	3 gotas
2	0.3 g	50mL	3 gotas
3	0.5 g	50mL	3 gotas

Experimento # 2

Matraz	Acido Clorhídrico HCl	Indicador Fenolftaleína
1	10 mL	2 gotas
2	10 mL	3 gotas
3	10 mL	4 gotas

Calculo:

Resultados:

Experimento 1

Matraz	Volumen gastado de HCl
1	
2	
3	
Total	

Experimento 2

Matraz	Volumen gastado de NaOH
1	
2	
3	
Total	

Normalidad de HCl	
Normalidad de NaOH	

Conclusiones:

Discusión:

Cuestionario:

1. ¿Qué son los indicadores acido-base?
2. ¿Cómo se lleva a cabo el proceso de neutralización?
3. ¿Cuál es el concepto de pH?

Práctica 4

DETERMINACIÓN VOLUMÉTRICA DE ACIDEZ EN VINAGRE

Objetivo:

Que el alumno determine el grado de acidez de vinagre mediante una titulación de neutralización.

Introducción

Dentro de las múltiples aplicaciones del análisis volumétrico de neutralización se encuentra la determinación de la acidez en vinagre, el cual se reporta como si estuviera todo en forma de ácido acético

($\text{CH}_3\text{-COOH}$), en algunos procesos la determinación de acidez revierte una gran importancia ya que es una sustancia que de manera general se utiliza para la conservación de alimentos, por lo que se mide rutinariamente en dichas empresas, el presente método puede ser empleado en diferentes determinaciones variando únicamente el indicador a emplear.

El contenido total de ácido acético, en vinagre comercial se realiza adecuadamente por valoración con una base patrón, aunque el vinagre contiene otros ácidos, los resultados se acostumbra como si todo fuera ácido acético, que es su principal constituyente ácido, los vinagres comerciales tienen aproximadamente una concentración del 6 % P/V como ácido acético.

Materiales y equipo

Reactivos

Matraz erlenmeyer de 250 mL (3)

agua destilada

Bureta de 25 mL (1)

Hidróxido de sodio (NaOH) valorado ~ 0.5 N

Soporte universal (1)

Fenolftaleína

Pinzas para bureta (1)

Pizeta (1)

Matraz aforado de 500 mL (1)

Pipeta de 10 mL(1)

Pipeta volumétrica de 20 mL (1)

Pipeta Volumétrica de 50 mL (1)

Perilla para pipetores (1)

Procedimiento:

Pipetear una alícuota de 50 mL de vinagre a un matraz aforado de 500 mL, los cuales se aforan en dicho matraz, mezclar bien, transferir alícuotas de 50 ml de la muestra diluida a un matraz erlenmeyer de 250 mL y se añaden unos 50 mL de agua destilada, a los cuales se agregan 2 o 3 gotas de indicador fenolftaleína, a continuación se valora dicha muestra con una base patrón hasta que la muestra adquiera un color rosa y dicho color persista durante 30 segundos, calcular la acidez en gramos de ácido acético por 100 mL de muestra.

Matraz erlenmeyer 250 mL	Muestra alícuota Vinagre	Agua destilada	Indicador fenolftaleína
1	50 mL	50 mL	3 gotas
2	50 mL	50 mL	3 gotas
3	50 mL	50 mL	3 gotas

Resultados:

Matraz erlenmeyer	Volumen gastado de hidróxido de sodio
1	
2	
3	

Cálculos:

**Resultado de acidez del ácido
acético en 100 mL de muestra**

Conclusiones:

Discusión:

Questionario:

1. ¿Cuántos y cuales ácidos diferentes hay aparte del ácido acético en el vinagre?
2. ¿Qué porcentaje total hay de ácido acético en el vinagre?
3. ¿Se podría utilizar anaranjado de metilo como indicador de la titulación de vinagre?

Práctica 5

DETERMINACIÓN VOLUMÉTRICA DE ACIDEZ EN VINO

Objetivo:

Que el alumno determine el grado de acidez del vino mediante titulación de neutralización.

Introducción:

Dentro de las múltiples aplicaciones del análisis volumétrico de neutralización se encuentra la determinación de la acidez en vino, el cual se reporta como si estuviera todo en forma de ácido tartárico $C_2H_4O_2 - (COOH)_2$, lo cual es una medida de la calidad de vino entre más ácido es este menos es su calidad. Por lo que se mide rutinariamente en las empresas vinícolas, el presente método puede ser empleado en diferentes determinaciones y cambiar del indicador a emplear.

El contenido total de ácido tartárico, en vino comercial se realiza adecuadamente por valoración con una base patrón, aunque el vino contiene otros ácidos, los resultados se reportan como se todo fuera ácido tartárico que es su principal constituyente ácido.

Materiales y equipo

Reactivos

Matraz erlenmeyer de 250 mL (3)

agua destilada

Bureta de 25 mL (1)

Hidróxido de sodio (NaOH) valorado ~ 0.5 N

Soporte universal (1)

Fenolftaleína

Pinzas para bureta (1)

Pizeta (1)

Matraz aforado de 500 mL (1)

Pipeta de 10 mL (1)

Pipeta volumétrica de 20 mL (1)

Pipeta Volumétrica de 50 mL (1)

Perilla para pipetores (1)

Procedimiento

Pipetear una alícuota de 50 mL de vino a un matraz aforado de 500 mL, los cuales se aforan en dicho matraz, mezclar bien, transferir alícuotas de 50 mL de la muestra diluida a un matraz erlenmeyer de 250 mL y se añaden unos 50 mL de agua destilada, a los cuales se agregan 2 o 3 gotas de indicador fenolftaleína, a continuación se valora dicha muestra con una base patrón hasta que la muestra adquiera un color rosa y dicho color persista durante 30 segundos, calcular la acidez en gramo de ácido tartárico por 100 mL de muestra.

Matraz erlenmeyer	Muestra alícuota de vino	Agua destilada	Indicador fenolftaleína
1	50mL	50mL	3 gotas
2	50mL	50mL	3 gotas
3	50mL	50mL	3 gotas

Resultados:

Matraz erlenmeyer	Volumen gastado de hidróxido de sodio
1	
2	
3	

Cálculos:

Resultado de acidez del ácido tartarico en 100 mL de muestra	
---	--

Conclusiones:

Discusión:

Cuestionario:

1. ¿Cuántos y cuales ácidos hay aparte del ácido tartárico en el vino?
2. ¿Qué porcentaje total hay de ácido tartárico en el vino?
3. ¿Qué rango de pH indica la fenolftaleína?

Práctica 6

DETERMINACIÓN DE CARBONATOS TOTALES EN AGUAS NATURALES

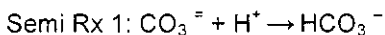
Objetivo:

Que el alumno determine la cantidad de carbonatos de una muestra de agua para saber su alcalinidad.

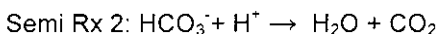
Introducción

En las aguas naturales es posible determinar los carbonatos presentes en las mismas los cuales nos darán información sobre la calidad de dichas aguas.

Para la presente determinación tenga en cuenta que el carbonato de sodio es transformado primero a bicarbonato y posteriormente los bicarbonatos en bióxido de carbono mas agua, mediante la adición de ácido clorhídrico. De acuerdo con las siguientes reacciones.



RX= Reacción



Tenga en cuenta que el equivalente químico del ácido clorhídrico y el del carbonato para que este se transforme en bicarbonato es el peso molecular entre uno, de ambos compuestos. La determinación global de todos los carbonatos y bicarbonatos en una muestra puede ser realizada mediante la utilización de un indicador adecuado como puede ser el verde de bromocresol, o el anaranjado de metilo, ya que dichos indicadores cambian de color a pH ácido. Por otra parte si se utiliza fenolftaleína como indicador y se titula en frío el cambio de color rosa a incoloro del indicador tendrá lugar cuando los carbonatos se transformen a bicarbonatos semi Rx1, en este momento se puede agregar el anaranjado de metilo, con la finalidad de que al cambiar este de color se tenga la transformación completa de carbonatos a bióxido de carbono mas agua semi Rx2.

Materiales equipo

Reactivos

Matraz erlenmeyer de 250 mL(3)	agua destilada
Bureta de 25 mL (1)	Acido clorhídrico (HCl) valorado ~ 0.3 N
Soporte universal (1)	Anaranjado de metilo
Pinzas para bureta (1)	
Pizeta (1)	
Pipeta volumétrica de 20 mL (1)	
Pipeta Volumétrica de 50 mL (1)	
Perilla para pipetores (1)	

Procedimiento

Como cada mol de carbonato al reaccionar con ácido clorhídrico forma una mol de bicarbonato y este reacciona con un mol de ácido clorhídrico, es necesario entonces el tomar una alícuota de muestra entre 50 y 100 mL de la muestra de agua, a la cual se le adiciona unas gotas de anaranjado de metilo y se comienza la titulación con ácido clorhídrico valorado 0.3 N, al virar la solución de color, se anota la cantidad de ácido (en este punto todos los carbonatos han sido transformados en bicarbonatos semi Rx1 por lo cual para que estos sean neutralizados en su totalidad se requiere el doble del volumen de ácido). Hacer esta determinación por triplicado para obtener el promedio de los volúmenes.

Los cálculos para determinar la cantidad de carbonatos (Na_2CO_3) se realizan de la siguiente forma, los carbonatos son igual a la cantidad total de ácido clorhídrico, multiplicado por la normalidad del ácido utilizado y peso equivalente de los carbonatos (peso molecular entre 2):

$$\text{g Na}_2\text{CO}_3 = \text{Vol total HCl} \times \text{N HCl} \times \text{PEQ Na}_2\text{CO}_3$$

Los resultados pueden ser expresados en porcentajes peso volumen, en la muestra P/V.

Matraz	alícuota	Anaranjado de metilo	Acido clorhídrico
1	50ml	4 gotas	La necesaria al cambio
2	50ml	4 gotas	La necesaria al cambio
3	50ml	4 gotas	La necesaria al cambio

Resultados

Matraz	Vol. de HCl
1	
2	
3	
Total	

Cálculos:

Conclusiones:

Discusión:

Cuestionario:

1. ¿La fenolftaleína que pH indica en la solución?

2. ¿El anaranjado de metilo que pH indica en la solución?

3. ¿Como interpreto los siguientes datos? Al titular una muestra, si gasta 10 mL de ácido clorhídrico en el vire de la fenolftaleína; y en el vire con el anaranjado de metilo gasto también 10 mL.
 - A.- Está presente una gran cantidad de carbonatos y bicarbonatos.
 - B.- Hay exactamente la misma cantidad de carbonatos y bicarbonatos.
 - C.- Existen solo carbonatos en la muestra.
 - D.- Existen solo bicarbonatos en la muestra.

TESIS/CUCBA

Práctica 7

ANÁLISIS VOLUMETRICO POR PRECIPITACION

PREPARACIÓN Y VALORACIÓN DE AgNO_3 0.1 N

Objetivo:

Que el alumno realice la preparación y valoración de soluciones para análisis volumétrico de precipitación.

Introducción

Las titulaciones de precipitación se fundamentan en reacciones que forman compuestos iónicos con solubilidad restringida, es además una de las técnicas de análisis más antiguas, su aplicación se remonta a mediados de 1800, sin embargo, la lenta velocidad de precipitación ocasiona que solo se pueda disponer de pocos agentes precipitantes que tengan aplicación en las titulaciones. En la mayoría de las titulaciones de precipitación se utiliza el nitrato de plata como el reactivo precipitante más importante, y uno de los más utilizados en la determinación de halogenuros, aniones de tipo halogenuros, mercaptanos, ácidos grasos y varios aniones inorgánicos divalentes. Los métodos por titulación que se basan en el empleo del nitrato de plata se conocen como métodos argentométricos.

Materiales y equipo

Reactivos

Matraz erlenmeyer de 250 mL (3)

agua destilada

Bureta de 25 mL(1)

Nitrato de plata AgNO_3

Soporte universal (1)

Cromato de potasio K_2CrO_4

Pinzas para bureta (1)

Cloruro de sodio NaCl

Pizeta (1)

Perilla para pipetores (1)

Balanza analítica

Procedimiento:

Preparación de nitrato de plata (AgNO_3) 0.1N:

Con la finalidad de preparar 500 mL de solución de nitrato de plata 0.1 N (PM 169.87gr mol), se calcula el peso equivalente de nitrato de plata, el cual es igual a el peso molecular entre uno. En la preparación de la solución hay que tener cuidado ya que el nitrato mancha la piel y la ropa, de la misma manera se tiene que tener cuidado con la solución la cual se guarda en frasco ámbar y en oscuro cuando no se utiliza.

Preparación de la solución de Cromato de potasio.

Se utiliza como indicador preparándose al 2%.

Preparación de la solución de Cloruro de Sodio y valoración del Nitrato de plata:

Con la finalidad de prepararlo se pesan por triplicado entre 0.3 y 0.2 g de cloruro de sodio QP, el cual se diluye aproximadamente con 100 mL de agua destilada en un matraz erlermeyer, el nitrato se coloca en la bureta y se procede a agregar entre 3 a 5 gotas del indicador iniciándose la titulación, se comienza a observar un precipitado rojo ladrillo, el cual indica el punto final de la titulación, se anota el volumen gastado y se procede a efectuar los cálculos respectivos, se le da el título a la solución y se guarda para la siguiente practica.

Matraz	Cloruro de sodio QP	Agua destilada	Cromato de potasio al 2%	Nitrato de Plata
1	0.3g	100mL	3 gotas	Lo necesario
2	0.3g	100mL	3 gotas	Lo necesario
3	0.3g	100mL	3 gotas	Lo necesario



Resultados

muestra	volumen gastado (mL)
1	
2	
3	

	Volumen gastado promedio
Nitrato de plata	

Cálculos:

Conclusiones:

Discusión:

Cuestionario:

1. ¿Que características debe reunir un indicador químico para titulaciones de precipitación?
2. ¿Por qué se utiliza indicador de Cromato de potasio en las titulaciones por precipitación?
3. Cuáles son las deferencias que encuentras entre titulaciones de neutralización y precipitación.
- 4.- ¿Para que determinaciones se utiliza este tipo de titulación?

Práctica 8

DETERMINACIÓN DE LA PUREZA DE UN CLORURO MEDIANTE VOLUMÉTRIA DE PRECIPITACIÓN

Objetivo:

Que el alumno realice una valoración de cloruros en una muestra por titulación de precipitación.

Introducción:

La cantidad de cloruros puede ser determinada mediante la titulación de la muestra con un estándar primario de nitrato de plata, dicho procedimiento puede ser llevado a cabo en una muestra de sal o bien, en la determinación de la cantidad de cloruro presente en un alimento, o como medio para conservar alimentos, por lo cual es importante conocer si las sales se encuentran en solución o bien en forma de cristales, el procedimiento para dicha determinación sería el mismo que el mencionado para la practica anterior, con la única diferencia de que se tendría que solubilizar la misma o bien diluirla si fuera necesario.

Materiales equipo

Reactivos

Matraz erlenmeyer de 250 mL (3)

agua destilada

Bureta de 25 mL (1)

Nitrato de plata AgNO_3 valorado

Soporte universal (1)

Cromato de potasio K_2CrO_4

Pinzas para bureta (1)

Muestra a valorar

Pizeta (1)

Perilla para pipetores (1)

Balanza Analítica

Procedimiento

Depende del tipo de muestra que se tenga, se procede a preparar dicha muestra ya sea diluyendo la misma o disolviéndola en agua destilada, para lo cual se tiene que anotar el peso inicial de la muestra o el volumen inicial, así como el volumen al que se lleva la misma.

Con la solución de nitrato de plata valorado titular la muestra en presencia de cromato de potasio como indicador hasta la obtención de un precipitado rojo ladrillo lo cual indica el punto final de la titulación y se anota el volumen a empleado, para realizar los cálculos necesarios y calcular la cantidad de cloruros presentes en la muestra.

Matraz erlenmeyer	Muestra	Agua destilada	Cromato de potasio 2%	Nitrato de plata
1			3 gotas	Lo necesario
2			3 gotas	Lo necesario
3			3 gotas	Lo necesario

Resultados:

	Promedio Volumen gastado
Nitrato de plata	

Cálculos:

$$1 \text{ mL AgNO}_3 \equiv \dots\dots\dots \text{ moles Cl}^- \equiv \dots\dots\dots \text{ gramos Cl}^-$$

Conclusiones:

Discusión:

Questionario:

1. ¿Menciona los métodos de titulación de argentometría de cloruros que existen?
2. ¿Para que se utiliza el cloruro de sodio en los alimentos?
3. ¿Porque es importante conocer el estado físico de la sal en las muestras a determinar?

GLOSARIO

Afore: marca en el cuello del material volumétrico que indica hasta donde se debe de llenar el material para tener un volumen exacto.

Alicuota: Fracción medida del volumen de una muestra de líquido.

Argentometría: se deriva del latín argentium que significa plata, medición de la plata contenida en una muestra.

Analito: los componentes que se van a determinar en una muestra.

Análisis: proceso que proporciona información física o química acerca de los componentes de una muestra o de la propia muestra.

Determinación: análisis de una muestra para identificar la identidad, concentración o propiedades del analito.

Estequiometria: relación de masas entre las especies químicas reaccionantes. Una ecuación química balanceada establece las relaciones de combinaciones o la estequiometria.

Indicador: Sustancia orgánica cuya característica es cambiar o virar de color al cambiar el pH de la solución en que se coloque.

Menisco: Superficie curva de un líquido confinado en un tubo angosto.

Método gravimétrico: De análisis se basa en las mediciones de masa o cambios de la masa.

Método volumétrico: De análisis se basa en las mediciones de volumen.

Molaridad: número de moles de soluto por litro de disolución (**M**).

Normalidad de una solución expresa el número de mili equivalentes de soluto contenido en 1 mL de solución o el número de equivalentes contenidos en 1L. (**N**)

Tara: Masa de un contenedor de muestras vacío. Tarar es el proceso de ajustar la balanza para que con el contenedor vacío sobre el platillo la lectura sea Cero.

Aparatos, instrumentos y Equipo utilizados

Balanza analítica: Instrumento utilizado para medir la masa de un objeto con gran exactitud y precisión. La más común es la macro balanza con una capacidad que se ubica dentro de un intervalo de 0.0001 a 200 g.

Bureta: Tubo de vidrio calibrado que contiene una válvula que regula la salida del líquido. Se utiliza en Titulaciones.

Crisol de porcelana: Utensilio de porcelana utilizado para las determinaciones gravimétricas por su resistencia a la temperatura y pequeño tamaño.

Estufa: Aparato utilizado para las técnicas de humedad. Con un dispositivo para regular la temperatura.

Desecador: Dispositivo utilizado para llevar las sustancias o los objetos a temperatura ambiente con el fin de reducir el mínimo la fijación de humedad.

Mechero Bunsen: es un instrumento de calentamiento que alcanza una temperatura elevada dependiendo del diseño del mechero y de las propiedades de combustión del combustible.

Mufla: horno eléctrico para trabajo pesado, es capaz de mantener temperaturas de 1100 °C o más.

Matraz Volumétrico: se utilizan para la preparación de soluciones estándar y para la disolución de muestras a un volumen fijo. Es fabricado con una capacidad que van desde los 5 mL y 5 L y están calibrados para contener un volumen especificado cuando se llenan hasta una línea grabada sobre el cuello conocido como afore.

Pipeta: Tubo de vidrio para administrar volúmenes específicos de disolución permite la transferencia de un recipiente a otro de volúmenes medidos exactamente. Una pipeta volumétrica o de transferencia transfiere un solo volumen fijo entre 0.5 y 200 mL. Muchas de esas pipetas están codificadas por color según el volumen para su adecuada identificación y distribución.

Termómetro: instrumento para medir la temperatura de una sustancia, se mide en grados centígrados y puede haber de varias escalas

BIBLIOGRAFIA

Baeza Juan J. sep. 1997, Última actualización, sep. 1999 *Química analítica y su metodología*
<http://www.uv.es/~baeza/metodo.html>

Bolaños Guillen Arturo, Determinación de carbonatos y bicarbonatos,
<http://www.avantel.net/~arbolag/html/carbo.htm>

H. A. Flaschka, A. J. Bernard Jr, P. E Sturrock, 1980, *Química analítica cuantitativa* Vol II, CECSA, Mexico, 303 pp.

Hamilton F. Leicester, Simpson G. Stephen, Ellis W. David, *Cálculos de química analítica*, 7ª ed, Mc Graw Hill, Mexico, 494pp.

Harvey David, 2002, *Química analítica moderna*, Mc Graw Hill, España, 569 pp.

Luna Rangel Reymundo, 1976, *Fundamentos de química analítica* Vol 1, Limusa, México, 428pp.

Manual de practicas de Bioquímica, Universidad de Guadalajara, México 2006 51 pp.

Nordmann Joseph, 1979, *Análisis Cualitativo y química Inorgánica*, 13ª ed., CECSA, México, 548pp.

Rubinson, J. Y Rubinson, X, 2000, *química analítica contemporánea*, Prentice Hall, 616pp.

Skoog D. A., West D. M. y Holler F. J., 1998, *Química analítica*, 6ª.ed., Mc Graw Hill, México, 612pp.

TESIS/CUCBA