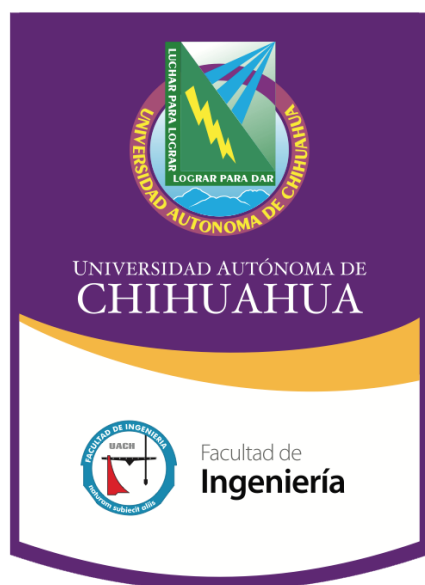


UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE CHIHUAHUA

FACULTAD DE INGENIERIA



MANUAL DE LABORATORIO

QUÍMICA ANALÍTICA

TITULARES:

M. A. HILDA CECILIA ESCOBEDO CISNEROS

M.C. DALILAJACQUELINE ESCUDEROALMANZA

Presentación

La guía para el estudiante de Laboratorio de Química Analítica está diseñada para cumplir con el objetivo de facilitar a los estudiantes la tarea de desarrollar competencias básicas como la solución de problemas, trabajo en equipo y además proporcionar al estudiante los principios de la Química Analítica, necesarios para que los aplique en situaciones específicas en el campo de acción profesional.

LABORATORIO DE QUÍMICA ANALÍTICA PROGRAMACIÓN

Número	Tema	Fecha de Práctica	Pág.
1	Uso de la Balanza Analítica		17
2	Preparación de NaOH y HCl		19
3	Grupo I cationes		20
4	Grupo 3 A cationes		23
5	Grupo 3 B cationes		24
6	Valoración de soluciones acidas y básicas		26
7	Muestra Problema de Na_2CO_3		28
8	Muestra problema de ftalato acido de potasio		30
9	Preparación y Valoración de solución de KMnO_4		32
10	Muestra Problema de $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$		35
11	Muestra Problema de Sal de Mohr		37
12	Preparación y Valoración de una solución de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$		39
13	Muestra Problema de Cu		41
14	Preparación y valoración de AgNO_3		43
15	Muestra Problema de NaCl		45
16	Gravimetría: Determinación de SO_4^{2-} soluble		46

	Anexo I	Manejo de la Bureta	48
	Anexo II	Método de la Doble Bureta	49
	Anexo III	Manejo del Potenciómetro	50
	Anexo IV	Manejo de la Propipeta de 3 Vías	51

NORMAS DE LA ASIGNATURA DEL LABORATORIO DE QUÍMICA ANALÍTICA

Para el logro de las competencias de este curso, es necesario que el alumno:

- Lea previamente el objeto de estudio correspondiente y realice las actividades de pre-laboratorio para realizar su práctica.
- Comprenda todos los aspectos experimentales, teóricos y de seguridad de cada una de las prácticas antes de llevar a cabo cada uno de los experimentos.

Normas:

- La puntualidad y la asistencia a todas las prácticas son **OBLIGATORIAS**
- No se puede abandonar la sesión de prácticas sin permiso.
- Cada alumno es responsable de las consecuencias que pueda acarrear el incumplimiento de las normas de seguridad, que provocará la inmediata expulsión del laboratorio y la suspensión de la clase.
- Antes de empezar la práctica, el profesor dará las indicaciones correspondientes para el buen funcionamiento de la misma.
- Ante cualquier duda pregunte a su profesor antes de realizar el experimento.
- Los alumnos deben de trabajar en la mesa que se les ha asignado.
- El alumno debe de rentar el material de laboratorio y resguardarlo en los casilleros destinados para ello. Es obligación del alumno mantener este material limpio y en perfecto estado en todo momento.

El listado de material a utilizar:

Material	Por equipo de 2 personas	Por equipo de 3 personas
Pipeta serológica 10ml ó 5ml	2	3
Pipeta volumétrica 10ml	2	3
Pipeta volumétrica 5ml	2	3
Probeta de 25ml	1	2
Vaso de precipitado 50ml	2	3
Vaso de precipitado 100ml	2	3
Espátula acanalada	2	2
Vidrio de reloj o pesafiltro	2	2
Soporte universal	1	2
Pinzas para bureta	1	2
Agitador de vidrio	1	2
Embudo chico de vidrio	1	1
Propipetero 10ml	1	2
Matraz aforado 50ml	2	2
Matraz aforado 100ml	2	3
Matraz aforado 250ml	2	2
Matraz Erlenmeyer 125ml	6	9
Bureta 25ml	2	3
Termómetro 0-100°C	1	2

Los alumnos deben de adquirir el siguiente material

- 2 frascos transparentes de 1 litro con tapón (por equipo)
- 1 frasco de 500 ml color ámbar (por equipo)
- 2 frascos goteros color ámbar de 60 ml (individualmente)

El alumno debe de traer OBLIGATORIAMENTE el siguiente material a cada sesión de laboratorio:

- Bata (de algodón, manga larga y cuyo largo cubra hasta la rodilla)
- Lentes de seguridad (que deberá usar en todo momento durante la práctica)
- Trapo o Magitel para limpieza
- Guía de Estudio, calculadora y bitácora de laboratorio
- Masking Tape (necesario para etiquetar soluciones)
- Jabón en polvo o líquido (para la limpieza del material de laboratorio)

EVALUACIÓN

1. Bitácora de Laboratorio:

Características

Debe emplearse un sólo cuaderno (de preferencia cosido por el lomo) del cual no se deberá arrancar ninguna página.

Uso de la bitácora de laboratorio

La bitácora de laboratorio sirve para tomar nota inmediata de todas las observaciones experimentales, de forma breve pero concisa y clara; en ella se pueden realizar operaciones y anotaciones relevantes al experimento. Debe de incluir diagrama de flujo de la práctica, cantidades utilizadas, pesos miliequivalentes, ml gastados, etc. Todos estos serán necesarios para completar el reporte final.

Toda anotación registrada en la bitácora debe realizarse con pluma. Este cuaderno puede ser considerado por su maestro como parte de su calificación.

2. Reporte:

Una vez concluida la práctica, será necesario elaborar un reporte de la misma. El reporte será elaborado individualmente y deberá ser entregado en la siguiente sesión de laboratorio.

El reporte debe ajustarse al siguiente formato:

PORTADA

- En la parte superior, centrado y con mayúsculas en dos renglones consecutivos (recuerde incluir los Logos institucionales):

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE CHIHUAHUA
FACULTAD DE INGENIERIA

- REPORTE DE LABORATORIO (en el primer tercio de la hoja y centrado).
- Objeto de estudio No. En el tercio medio de la hoja, centrado y con mayúscula seguido del número del objeto de estudio.
- Separado de dos o tres espacios, en mayúsculas y centrado el título de la práctica.
- En el último tercio de la hoja, centrado el nombre de la asignatura y en el siguiente renglón, el nombre del maestro.
- Al final de la portada, justificados al lado derecho el nombre completo y número de control de los alumnos que elaboraron el reporte, se incluye la fecha.

ÍNDICE (OPCIONAL)

Enumeración de los encabezados descritos a continuación con su correspondiente número de página.

RESUMEN

En un máximo de media cuartilla, escriba un resumen de la práctica que incluya los resultados y conclusiones más relevantes de la misma. Redáctelo utilizando el tiempo pasado (evite el uso de gerundios). Escriba siempre en tercera persona del singular y en forma impersonal. Use oraciones cortas y claras (en esta sección no es necesario mencionar citas bibliográficas).

INTRODUCCIÓN

Se debe escribir en forma breve, proporcionando únicamente la información que permita al lector entender la naturaleza y justificación del problema planteado, así como los objetivos de la práctica. Debe contener los temas relacionados con la práctica (extensión mínima 1 cuartilla y máxima de 2), presentando citas bibliográficas relevantes.

MATERIALES Y MÉTODOS

Debe contener dos partes:

- a) Materiales y equipo
- b) Métodos: Escribir pasos a paso el procedimiento realizado en el laboratorio.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En esta sección se presentarán los resultados obtenidos, así como una breve discusión de los resultados (explicar cómo se llegó a éstos, si son congruentes o no y qué factores influyeron en los resultados). De ser necesario, haga comparaciones entre los resultados obtenidos y referencias bibliográficas o datos previamente reportados.

CONCLUSIONES

Presente los resultados obtenidos durante la práctica.

BIBLIOGRAFÍA

Debe incluir cuando menos tres citas bibliográficas, de las cuales al menos una debe ser libro.

- Libros: Apellido del (los) autor (es) seguido de la iniciales del nombre y el segundo apellido respectivamente, año (entre paréntesis), título del capítulo o sección, nombre del libro, editorial, ciudad y número de páginas.

NOTA: De citarse revistas, sitios de internet, artículos o cualquier otra fuente de información; investigue la manera apropiada de citar dichas fuentes, de acuerdo al formato APA 6.0.

CARACTERÍSTICAS TIPOGRÁFICAS Y DEL PAPEL

- Márgenes: Se utilizarán márgenes de 2.5cm en todos sus lados.
- Papel: Deberá utilizarse papel color blanco, tamaño carta
- Espacio entre líneas: Sencillo o bien espacio y medio. Puede dejarse una sangría o un espacio entre párrafos
- Numeración de páginas: Todas deberán numerarse excepto la portada.
- Tamaño de letra: Será de 10, 11, ó 12 puntos. Los títulos y encabezados serán de un máximo de 20 puntos.
- Tipo de letra: Cualquiera que sea legible.

El Laboratorio de Química Analítica se evaluará cada práctica con muestras que serán entregadas por el profesor, queda a criterio del profesor tomar en cuenta otros parámetros de evaluación.

Formato de Reporte de Preparación de Soluciones Sólidas

Nombre _____ No. control _____ No. Lab. _____

NOMBRE DE LA PRÁCTICA: _____

Preparación de soluciones

Complete la siguiente tabla con los datos de la solución que desea preparar:

Solutos sólidos

Nombre del soluto _____

Fórmula química	Concentración	Volumen a preparar	pmeq	Fórmula a utilizar para determinar gramos	g de soluto a pesar

Cálculos:

--

Preparación del estándar

Nombre del Estándar _____

Fórmula química	Concentración	Volumen a preparar	pmeq	Fórmula a utilizar para determinar gramos	g del estándar a pesar

g de estándar pesados _____

Cálculos:

--

Normalidad del estándar de acuerdo a los g pesados _____

Valoración de la solución

Fórmula química de la solución a valorar _____

Fórmula química de la solución estándar _____

Muestra	Concentración del estándar	ml del estándar	ml gastados de titulante	Fórmula para determinar la N de la solución a valorar	N de la solución a valorar
1					
2					
3					
Normalidad Promedio					

Cálculo:

Formato de Reporte de Preparación de Soluciones Líquidas

Nombre _____ No. control _____ No. Lab. _____

NOMBRE DE LA PRÁCTICA: _____

Preparación de soluciones

Complete la siguiente tabla con los datos de la solución que desea preparar:

Soluto líquido

Nombre del soluto _____

Densidad _____

Pureza (%) _____

Fórmula química	Concentración	Volumen a preparar	pmeq	Fórmula a utilizar para determinar gramos	g de soluto	Fórmula a utilizar para determinar ml	ml del soluto a tomar

Cálculos:

--

Preparación del estándar

Nombre del Estándar _____

Fórmula química	Concentración	Volumen a preparar	pmeq	Fórmula a utilizar para determinar gramos	g del estándar a pesar

g de estándar pesados _____

Cálculos:

--

Normalidad del estándar de acuerdo a los g pesados _____

Valoración de la solución

Fórmula química de la solución a valorar _____

Fórmula química de la solución estándar _____

Muestra	Concentración del estándar	ml del estándar	ml gastados de titulante	Fórmula para determinar la N de la solución a valorar	N de la solución a valorar
1					
2					
3					
Normalidad Promedio					

Cálculo:

Formato de Reporte de Resultados de Muestra Problema

Nombre _____ No. control _____ No. Lab. _____

NOMBRE DE LA PRÁCTICA: _____

OBJETIVO: _____

No. Muestra Problema	Fórmula química de la MP	No. de unidades químicas*	pmeq de la MP	Aforo

*El número de unidades químicas corresponde al número de H^+ , OH^- , e^- (ganados o perdidos) o la valencia del metal; correspondientes a la muestra problema

Reacción:

Fórmula de la solución valorada _____

Concentración de la solución valorada _____

Indicador utilizado _____

Alícuota		Solución Valorada		Fórmula para determinar mg de la muestra problema	mg de la muestra problema
No.	ml	Concentración	ml		
1					
2					
3					
mg promedio en la MP					

Cálculo:

SEGURIDAD EN EL LABORATORIO

Es obligatorio conocer y observar todas las normas de seguridad presentadas en este manual de laboratorio de química analítica.

GENERAL: Nunca trabajes solo en el laboratorio ni realices experimentos no autorizados. No succiones con la boca para llenar las pipetas. No utilices vidrio roto. En el laboratorio está prohibido beber, comer y/o fumar. Es obligatorio llevar el cabello recogido cuando trabajes en el laboratorio, sobre todo cerca del fuego. Utiliza bata, preferentemente de algodón y no utilices calzado de tela o que deje el pie al descubierto. Debes saber localizar extintores, salida de emergencia, lavajos, ducha de emergencia y botiquín. Debes estar preparado para socorrer a otros. Si se presentase alguna contingencia en el laboratorio o en el exterior, apaga el mechero, deja lo que estés haciendo y encamínate con diligencia pero con calma hacia la salida de emergencia que deberá estar siempre accesible y sin obstáculos.

LENTES DE SEGURIDAD: Deben llevarse puestas en todo momento dentro del recinto del laboratorio, tanto si se está participando activamente en un experimento como si no. Las lentes de contacto no deben usarse nunca en el laboratorio por dos razones: porque no pueden retirarse con rapidez en caso de salpicadura accidental de reactivos y porque algunos reactivos volátiles se pueden concentrar entre la lente y el ojo sin que puedan ser eliminados por el lagrimal.

REACTIVOS: Maneja los reactivos químicos con cuidado. Evita contacto de éstos con la piel y/o la ropa. Limpia inmediatamente cualquier derrame, especialmente en las zonas comunes (balanzas, estanterías de reactivos y Mesas de trabajo). Debes reponer las tapaderas en botes y tapones en botellas tan pronto hayas terminado de utilizarlos. No manipules reactivos mal etiquetados (avisa al profesor para que los retire inmediatamente). Evita inhalación de vapores, tanto inorgánicos como orgánicos, particularmente de disolventes aromáticos y clorados. Las etiquetas de todos los botes y botellas que contienen los reactivos incluyen información sobre su toxicidad, inflamabilidad, volatilidad, etc. Esta información es tanto simbólica como escrita.

FAMILIARÍZATE con esos símbolos:

Clasificación de peligrosidad:

E. Explosivo	C. Corrosivo
O. Comburente	Xn. Nocivo
F. Inflamable	Xi. Irritante
T. Tóxico	

Explosivos: Sustancias y preparados que pueden explosionar bajo el efecto de una llama o que son más sensibles a los choques o a la fricción que el dinitrobenceno.

Comburentes: Sustancias y preparados, que en contacto con otros particularmente con los inflamables, originan una reacción fuertemente exotérmica.

Extremadamente inflamables: Sustancias y preparados líquidos cuyo punto de destello sea inferior a 0°C y su punto de ebullición inferior o igual a 35°C.

Fácilmente inflamables: Se definen como tales:

- Sustancias y preparados que a la temperatura ambiente en el aire y sin aporte de energía puedan calentarse e incluso inflamarse.
- Sustancias y preparados en estado líquido que tengan un punto de destello igual o superior a 0°C e inferior a 21°C.
- Sustancias y preparados sólidos que pueden inflamarse fácilmente por la acción breve de una fuente de ignición y que continúan quemándose o consumiéndose después del alejamiento de la misma.
- Sustancias y preparados gaseosos que sean inflamables en el aire a presión normal.
- Sustancias y preparados que en contacto con el agua o el aire húmedo desprenden gases fácilmente inflamables en cantidades peligrosas.

Inflamables: Sustancias y preparados cuyo punto de destello sea igual o superior a 21°C e inferior a 55°C.

Muy tóxicos: Sustancias y preparados que por inhalación, ingestión o penetración cutánea puedan entrañar riesgos extremadamente graves, agudos o crónicos e incluso la muerte.

Tóxicos: Sustancias y preparados que por inhalación, ingestión o penetración cutánea pueden entrañar riesgos graves, agudos o crónicos e incluso la muerte.

Nocivos: Sustancias y preparados que por inhalación, ingestión o penetración cutánea pueden entrañar riesgos de gravedad irritada.

Corrosivos: Sustancias y preparados que en contacto con los tejidos vivos puedan ejercer sobre ellos una acción destructiva.

Irritantes: Sustancias y preparados no corrosivos, que por contacto inmediato, prolongado o repetido puedan presentar riesgos inmediatos o diferidos para el medio ambiente.

Peligroso para el medio ambiente: Sustancias y preparados cuya utilización presente o puedan presentar riesgos inmediatos o diferidos para el medio ambiente.

Carcinogénicos: Sustancias y preparados que por inhalación, ingestión o penetración cutánea puedan producir cáncer o aumento de su frecuencia.

Teratógenos: Sustancias y preparados que por inhalación, ingestión o penetración cutánea puedan inducir lesiones en el feto durante su desarrollo intrauterino.

Mutagénicos: Sustancias y preparados que por inhalación, ingestión o penetración cutánea puedan producir alteraciones en el material genético de las células.

EN CASO DE ACCIDENTE

En caso de accidente notificarlo **INMEDIATAMENTE** al profesor.

ROPA ARDIENDO: Evita que la persona corra avivando las llamas. Hacerla rodar por el suelo ayudará a extinguir las llamas y evitará que las inhale. Si sospechas que el fuego ha sido producido por un reactivo que se inflama con el agua, debes evitarla y sofocar el fuego con una manta.

REACTIVOS ARDIENDO: Apaga todos los mecheros de alrededor y retira todos los reactivos y disolventes combustibles. Un fuego pequeño en un matraz o vaso de precipitados se puede apagar cubriéndolo con un vaso más grande o con un vidrio de reloj por eliminación del oxígeno. Si fuera necesario, utiliza un extintor seco apuntando a la base de las llamas. Nunca utilices agua (por si ha sido producido por esta). En caso de incendio mayor da la alarma y abandona el recinto con calma.

QUEMADURA TÉRMICA O QUÍMICA: No debes tocarte o rascarte la zona afectada porque extenderás el producto químico causante de la quemadura. Enjuaga la zona quemada con agua fría durante unos 15 minutos (sigue más tiempo si el dolor no cesa). Lava los reactivos con jabón suave y agua. Actualmente se desaconseja el uso de reactivos neutralizantes, ungüentos, cremas o lociones. No obstante y para el caso de quemaduras térmicas leves se puede aplicar una crema calmante existente en el botiquín. Para el caso de quemaduras leves de ácidos se puede aplicar solución de ácido pícrico existente en el botiquín. Si el reactivo causante de la quemadura se encontrase extendido en una gran superficie del accidentado, se le debe quitar la ropa contaminada mientras se le mantiene bajo la ducha de seguridad. Los segundos cuentan y no es momento para pudores. En todo caso, hay que buscar atención médica rápidamente.

SALPICADURAS DE REACTIVOS EN LOS OJOS: Evítelas utilizando siempre gafas de protección. Cuando se produzcan hay que lavar los ojos con abundante agua en la fuente lavaojos del laboratorio. Aunque se sienta dolor y/o escozor, es muy importante mantenerlos abiertos para que se produzca el lavado también por detrás de los párpados y no restregarse los ojos con manos, telas, papeles, etc. Independientemente de la severidad de la lesión hay que buscar atención médica inmediatamente.

CORTES: Si se produjesen cortes menores en la piel, que es el accidente más común en un laboratorio de estas características, lavar el corte con abundante agua, observar y eliminar fragmentos de cristal y aplicar agua oxigenada y presión para cortar la hemorragia. Si se considera necesario, buscar atención médica. Si se produjesen cortes mayores y la hemorragia es considerable hay que colocar una compresa esterilizada en la herida, aplicando presión sobre esta, arrojando al accidentado para evitar un shock y buscar atención médica inmediata. Si se produjese la extirpación de algún apéndice debe introducirse este inmediatamente en hielo para intentar su implantación.

VENENOS: Si se sospecha un posible envenenamiento de cualquier tipo, comunícalo rápidamente. De nuevo los segundos cuentan y no es momento de valorar individualmente el incidente.

Objeto de Estudio No.1

Tema 1



Uso de la Balanza Analítica

La *BALANZA ANALÍTICA* es un instrumento de medición que se utiliza para saber cuánta masa tiene un objeto determinado. A diferencia de la *BALANZA GRANATARIA*, la analítica es un Instrumento mucho más preciso y por lo tanto más delicado, una balanza analítica nos proporciona un margen de error menor que cualquier balanza granataria.

Actualmente existen balanzas analíticas que pueden manejar cantidades del orden de los microgramos. Una de las desventajas de este tipo de balanzas es su mantenimiento, debido a que para lograr una mayor precisión, el equipo se vuelve más sensible al medio ambiente y por lo tanto su mantenimiento debe ser riguroso. El buen uso de la balanza analítica depende del cuidado que nosotros le dediquemos, ya que este instrumento es sumamente sensible al medio, de manera que las medidas que debemos tomar respecto a su cuidado son las siguientes:

1. Las balanzas analíticas deberán encontrarse en un lugar cerrado, cuando entremos en él no se deberá dejar nunca la puerta abierta, ya que el aire puede mover la balanza y por su alta sensibilidad puede alterarse la lectura correspondiente.
2. Antes de empezar a trabajar con la balanza se debe limpiar cuidadosamente el área de trabajo, es decir, el platillo, el área alrededor del platillo y la mesa en donde se encuentra, pues de otro modo el polvo o basuritas pueden introducirse en la balanza y afectar el peso.
3. Nunca hay que recargarse ni escribir en la mesa de trabajo pues se puede descalibrar la balanza, produciéndose los consecuentes errores.

Técnica General

1. Para activar la balanza pulse una vez la tecla ON/OFF (tecla redonda con una letra "I" adentro) situada en el ángulo superior izquierdo del panel. Para desactivarla, vuelva a pulsar la tecla.
2. Pulse la tecla O/T para reponer la pantalla en cero
3. Pulse la tecla Units para seleccionar la unidad de medida.
4. Pulse  o  hasta la unidad de medida deseada, en este caso no es necesario porque ya está en gramos.
5. Pulse la tecla ENTER ahora la balanza esta lista para pesar.
6. Ponga el objeto o material a pesar en el platillo.
7. Espere a que aparezca el indicador de estabilidad antes de leer el peso.

Cero/Tara

Cuando se pesa material u objetos que necesitan recipiente, el tarado almacena el peso de este en la memoria de la balanza, aparte del peso del material en el recipiente.

1. Pulse la tecla O/T sin carga en el platillo para ajustar la balanza a cero.
2. Ponga un recipiente vacío en el platillo. Aparece su peso.
3. Pulse O/T la pantalla no indica nada hasta que llegan lecturas estables de peso y luego indica cero. El peso del recipiente se almacena en la memoria.
4. Añada material al recipiente. A medida que se añada el material, aparece su peso neto.

5. La separación del recipiente y del material de la plataforma hará visualizar el peso del recipiente como numero negativo. El peso tarado permanecerá en la memoria hasta nueva pulsación de O/T o desactivación de la balanza.
6. La pulsación de O/T repone la balanza a cero.

Al pesar una sustancia, no se va a hacer directamente sobre la balanza, sino utilizando un pedazo de papel encerado el cual deberá primero doblarse apropiadamente, una cápsula de porcelana o vidrio de reloj que deberán pesarse siguiendo el procedimiento de tarado anteriormente descrito.

Objeto de estudio No. 2 ESTEQUIOMETRIA DE LAS DISOLUCIONES

Preparación de una solución ácida y una básica

ACTIVIDADES DE PRELABORATORIO

1. Calcule los pesos molecular y el Peso equivalente de las siguientes sustancias:
 - a. Ácido clorhídrico (HCl)
 - b. Hidróxido de sodio (NaOH).
2. Consulte en la hoja de seguridad de los reactivos los siguientes datos, según sea el caso:
 - a. Estado de agregación
 - b. Densidad
 - c. Pureza
 - d. Precauciones especiales (si las hay)
3. Realice los cálculos necesarios para preparar las siguientes soluciones:
 - a. 250 mL de una solución 0.05N de HCl
 - b. 250 mL de una solución 0.05N de NaOH
4. Lea el anexo I y II
5. Lea detenidamente la práctica de laboratorio y realice un diagrama de flujo para la preparación de las soluciones descritas.

PROCEDIMIENTO

➤ *Preparación de ácido clorhídrico, HCl 0.05 N (ácido fuerte):*

1. Disuelva 1.1ml de HCl concentrado en 50ml de agua destilada dentro de un vaso de precipitado.
2. Transfiera dicha solución a un matraz aforado de 250ml y afore hasta la marca con agua destilada.
3. Tape el matraz aforado y agite para homogenizar la solución.

NOTA: El HCl grado reactivo tiene una concentración de 37.5% y su densidad es 1.17gr/ml, lo cual equivale a una solución 12N.

➤ *Preparación de hidróxido de sodio, NaOH 0.05 N (base fuerte):*

1. Pese 0.5g de NaOH (alrededor de 4 a 6 lentejas).
2. Disuelva con 100ml de agua destilada, en un vaso de precipitado.
3. Transfiera dicha solución a un matraz aforado de 250ml y afore con agua destilada hasta la marca.
4. Tape el matraz aforado y agite para homogenizar la solución.

Ambas soluciones se guardan en frascos para utilizarlas en las siguientes prácticas.

Para la neutralización de residuos ácidos y/o básicos utilice las soluciones que se encuentran preparadas en el laboratorio.

Objeto de estudio No. 3 Equilibrio Químico y KPS

GRUPO I DE CATIONES DE LA MARCHA ANALITICA

ACTIVIDADES DE PRELABORATORIO

1. ¿Qué es solubilidad?
2. ¿Qué es el producto de solubilidad?
3. ¿Qué relación existe entre Q y Kps? ¿Cuál es la utilidad de esta relación?
4. ¿Cómo afecta el efecto del ión común y el pH a la solubilidad?
5. Consulte cuáles son los miembros del grupo I de cationes, así como algunas de sus características.
6. Elabore un diagrama de flujo de la separación de los cationes del grupo I
7. Elabore una lista de los reactivos y material que requiere

PROCEDIMIENTO

NOTA: Los pasos siguientes serán hechos tanto a la muestra problema como a la tipo, es decir se correrán al mismo tiempo.

Precipitación de Grupo 1 de Cationes.

1. **Recomendación, ponga a calentar suficiente agua en el Vaso de Precipitado.**
2. Coloque **10** gotas de la muestra problema en un tubo de ensaye.
Nota: Hacer lo mismo simultáneamente con la muestra tipo, esto servirá de referencia para confirmar que el procedimiento es el correcto, ya que esta muestra contiene los tres cationes y por lo tanto debemos confirmar la presencia de los tres en ella.
3. Agregue **4** gotas de **HCl 3 F**.
4. Agite vigorosamente y centrifugue.
5. Agregue nuevamente **1** gota de **HCl**, para comprobar que la precipitación ha sido completa.
6. Centrifugue y tire el centrifugado.

Análisis de Grupo I de Cationes.

7. Lave el precipitado con **10** gotas de **agua fría** que contengan **1** gota de **HCl 3 F**, descarte las aguas de lavado (tirelas).

El precipitado puede contener **PbCl₂**, **AgCl** y **Hg₂Cl₂**.

8. Agregue de 6 a 7 gotas de agua caliente, ponga los tubos a baño maria (en el vaso de precipitado), durante 3 minutos agitando.
9. Centrifugue inmediatamente, estando aún caliente, separe el centrifugado, y consérvelo en otro tubo de ensaye.
10. Repita el paso los dos pasos anteriores, y combine los centrifugados.

Precipitado El residuo puede contener AgCl o Hg ₂ Cl ₂ . Lave dos veces con agua caliente, para remover los excesos de Pb ⁺⁺ . Descarte el agua de lavado. Agregue 5 gotas de NH₄OH concentrado 15 F. Mezcle y Centrifugue.	Centrifugado Este puede contener iones Pb ⁺⁺ Agregue 4 gotas de K₂CrO₄ 1 F. La formación de un precipitado amarillo confirma la presencia del ión Plomo .
Precipitado Un precipitado negro confirma la existencia del ión Mercuroso , debido a que puede contener Hg, HgNH ₂ Cl y Hg ₂ O.	Centrifugado El centrifugado puede contener Ag(NO ₃) ²⁺ . Agregue HNO₃ 3 F, hasta que la solución sea ácida. (pH de 2 a 3). Si se forma un precipitado blanco se confirma la presencia del ión Plata .

NOTAS EN EL ANÁLISIS DEL GRUPO I DE CATIONES

1.- La solución que va a ser analizada puede contener un precipitado blanco. Este precipitado puede estar formado por los cationes del grupo I o los oxiclорuros de antimonio y bismuto. Estos cloruros de antimonio y bismuto precipitan debido a la hidrólisis, y se diferencian de los cloruros del grupo I, porque son solubles en HCl concentrado. Esto se verifica de la siguiente manera:

- Separar dos gotas que contengan precipitado, centrifugar y este precipitado se tratará con una gota de HCl concentrado; calentar a baño maría. Los oxiclорuros de antimonio y bismuto deberán diluirse, mientras que los del grupo I “no”.
- Otra diferencia es que los precipitados del grupo I, son cristalinos y se sedimentan rápidamente después de agitarlos, mientras que los oxiclорuros de antimonio y bismuto aparecen como una solución de aspecto lechoso cuando se les agita y se sedimentan lentamente.

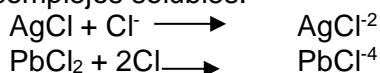
Teóricamente la reacción de un oxiclорuro con HCl concentrado es reversible y la precipitación depende de una baja concentración de los iones hidrógeno.



El SbOCl es el más insoluble conforme aumenta el tiempo, y se le debe de mantener en solución o se perderá el procedimiento ordinario de análisis. A través de diversas experiencias, el autor de esta técnica ha encontrado que, el antimonio se pierde con más facilidad que cualquier otro catión.

2.- Un ligero exceso de HCl no sólo causa una más completa precipitación de los cloruros del grupo I, debido al efecto del ión común, y el exceso puede causar la información de los oxiclорuros de antimonio y bismuto. Una gran concentración de iones cloruro debe evitarse, dado que el

cloruro en grandes concentraciones incrementa la solubilidad de los cloruros precipitados, causando la formación de iones complejos solubles.



3.- El cloruro de plomo puede disolverse en una cantidad considerable durante el procedimiento de lavado; por consiguiente, el agua de lavado debe de contener HCl, así la solubilidad de PbCl_2 se reducirá por efecto del ión común.

Reportar los cationes encontrados en la muestra problema.

NOTA: Esta práctica se calificara de acuerdo al número de cationes contenidos en la muestra problema y a la exactitud al identificarlos.

La calificación estará repartida entre los cationes puestos en la muestra, si son los tres cationes cada uno equivale a un 33 %, si son dos cada uno equivale a un 50 %, y si solamente, este equivale al 100 %.

Dependiendo de los cationes reportados será la suma de la calificación, en caso de que se reporte un catión que no se encontraba en la muestra, este se descontara de la calificación final.

MANEJO DE RESIDUOS

En esta práctica los residuos obtenidos se disponen en material inorgánico. **No** tirar a la tarja

GRUPO III DE CATIONES DE LA MARCHA ANALITICA

ACTIVIDADES DE PRELABORATORIO

1. Consulte cuáles son los miembros del grupo III de cationes, así como algunas de sus características.
2. Elabore un diagrama de flujo de la separación de los cationes del grupo III
3. Elabore una lista de los reactivos y material que requiere

ANALISIS DEL GRUPO III DE CATIONES

PROCEDIMIENTO

NOTA: Los pasos siguientes serán hechos tanto a la muestra problema como a la tipo, es decir se correrán al mismo tiempo.

Precipitación de Grupo 1 de Cationes.

1. **Recomendación, ponga a calentar suficiente agua en el Vaso de Precipitado.**
2. Coloque **10** gotas de la muestra problema en un tubo de ensaye.
Nota: Hacer lo mismo simultáneamente con la muestra tipo, esto servirá de referencia para confirmar que el procedimiento es el correcto, ya que esta muestra contiene los tres cationes y por lo tanto debemos confirmar la presencia de los tres en ella.
3. Agregue 4 gotas de solución saturada de NH_4Cl
4. agregue amoníaco (NH_4OH concentrado), gota a gota hasta que la solución sea claramente amoniacal
5. Agregue un total de 10 gotas de tioacetamida en solución y coloque en baño de agua hirviendo por 5
6. Centrifugue y tire el centrifugado.

Separación en subgrupos III A y III B

7. Trate el precipitado con 5 gotas de HCl concentrado y agite. Si se efectúa una disolución completa del precipitado, esto indicará la ausencia de los iones Ni y Co .
8. Agregue 3 gotas de HNO_3 concentrado y caliente en baño de agua hasta que la disolución del precipitado sea completa.
9. Haga básica su solución con KOH 3F y agregue enseguida Na_2O_2 sólido, lentamente y con agitación (una cantidad aproximada de 0.2 gr, o sea la punta de una espátula pequeña).
10. Caliente en baño de agua durante 3 minutos y centrifugue.
11. Lave el residuo con porciones de 10 gotas de agua y agregue las aguas de lavado al centrifugado.

Separación e identificación del Grupo IIIA de cationes.

El centrifugado contiene los iones de aluminato, cromato y zincato.

12. Agregue HCl concentrado, gota a gota con agitación, hasta que sea ligeramente ácida.
13. Enseguida, agregue 20 gotas de NH_4Cl saturado y amoníaco concentrado, gota a gota, con agitación, hasta que la solución sea básica.
14. Agregue 4 gotas de NH_4OH concentrado en exceso.
15. Coloque el tubo de ensaye en baño de agua hirviendo durante 3 minutos.
16. Deje enfriar, centrifugue y separe

<p>Precipitado: Puede ser hidróxido de aluminio. Lave con 10 gotas de agua y descarte las aguas de lavado. Agregue 10 gotas de HCl 3F y caliente en baño de agua durante 3 minutos y enseguida centrifugue. Conserve el centrifugado, y descarte cualquier residuo producido en el tratamiento con ácido. Agregue al centrifugado claro, 4 gotas de aluminón. Agregue 4 gotas de NH_4OH 3F gota a o gota hasta que la solución sea básica. Caliente en baño de agua por 2 minutos y centrifugue. La formación de un precipitado rojizo indica la presencia del ion aluminio. (2)</p>	<p>Centrifugado Puede contener CrO_4^{2-} y $\text{Zn}(\text{NH}_3)_4^{2+}$ (3). Agregue $\text{Ba}(\text{Ac})_2$, 1F, hasta que la precipitación sea completa. Centrifugue.</p>		
	<table> <tr> <td data-bbox="565 636 995 1560"> <p>Precipitado: Puede ser BaCrO_4 y BaSO_4 (4). Agregue 10 gotas de HCl 3F, caliente en baño de agua durante 1 min. Centrifugue y descarte el residuo blanco. Coloque un trozo de papel filtro sobre un vidrio de reloj y ponga 2 gotas del centrifugado. Agregue 2 gotas de H_2O_2 (solución nueva). La formación de un color azul, el cual desaparece rápidamente confirma la presencia del ion cromo.</p> </td><td data-bbox="1003 636 1463 1560"> <p>Centrifugado: Puede contener el ion $\text{Zn}(\text{NH}_3)_4$. Agregue 5 gotas de tioacetamida y caliente en baño de agua hirviendo por 3 minutos. La formación de un precipitado blanco indica la posible presencia del ion zinc. Agregue HCl 3F gota a gota que la solución sea ácida. Si el precipitado es soluble, dejando solo un pequeño residuo, se confirma la presencia del ion zinc.</p> </td></tr> </table>	<p>Precipitado: Puede ser BaCrO_4 y BaSO_4 (4). Agregue 10 gotas de HCl 3F, caliente en baño de agua durante 1 min. Centrifugue y descarte el residuo blanco. Coloque un trozo de papel filtro sobre un vidrio de reloj y ponga 2 gotas del centrifugado. Agregue 2 gotas de H_2O_2 (solución nueva). La formación de un color azul, el cual desaparece rápidamente confirma la presencia del ion cromo.</p>	<p>Centrifugado: Puede contener el ion $\text{Zn}(\text{NH}_3)_4$. Agregue 5 gotas de tioacetamida y caliente en baño de agua hirviendo por 3 minutos. La formación de un precipitado blanco indica la posible presencia del ion zinc. Agregue HCl 3F gota a gota que la solución sea ácida. Si el precipitado es soluble, dejando solo un pequeño residuo, se confirma la presencia del ion zinc.</p>
<p>Precipitado: Puede ser BaCrO_4 y BaSO_4 (4). Agregue 10 gotas de HCl 3F, caliente en baño de agua durante 1 min. Centrifugue y descarte el residuo blanco. Coloque un trozo de papel filtro sobre un vidrio de reloj y ponga 2 gotas del centrifugado. Agregue 2 gotas de H_2O_2 (solución nueva). La formación de un color azul, el cual desaparece rápidamente confirma la presencia del ion cromo.</p>	<p>Centrifugado: Puede contener el ion $\text{Zn}(\text{NH}_3)_4$. Agregue 5 gotas de tioacetamida y caliente en baño de agua hirviendo por 3 minutos. La formación de un precipitado blanco indica la posible presencia del ion zinc. Agregue HCl 3F gota a gota que la solución sea ácida. Si el precipitado es soluble, dejando solo un pequeño residuo, se confirma la presencia del ion zinc.</p>		

Separación e identificación del grupo IIIB de cationes.

El precipitado puede contener los hidróxidos de hierro, cobalto y níquel y además el dióxido de manganeso hidratado.

17. Lave con 10 gotas de agua y descarte los lavados.
18. Disuelva el precipitado con HCl concentrado.
19. Diluya la solución resultante con agua destilada hasta aproximadamente 20 ml y divídala en 4 porciones.

<p>Primera porción: Agregue a ésta 0.2 gr aproximadamente de bismutato de sodio sólido. Agítelo bien y enseguida centrifugue. Un color violeta en el líquido sobrenadante confirma presencia del ion manganeso. (1)</p>	<p>Segunda porción: Para probar la presencia del ion férrico, agregue 2 gotas de una solución de NH_4CNS 3F. La aparición de un color rojo intenso, confirma la presencia del ion férrico. (2)</p>	<p>Tercera porción: Realice la identificación del cobalto de la siguiente forma: Agregue NaF sólido hasta que quede una pequeña porción sin disolver. Ponga 10 gotas de NH_4CNS en solución alcohólica, dejando correr por las paredes del tubo de ensayo. La aparición de un color azul-verde en la unión de los dos líquidos confirma la presencia del ion cobalto. (4)</p>	<p>Cuarta porción: Para la prueba del níquel, agregue NaF sólido (3), y agite hasta que quede un pequeño remanente sin disolver. Haga la solución básica con NH_4OH 3F concentrado, enseguida agregue 4 gotas de dimetilglioxima. La formación de un precipitado rosa-rojizo, confirma la presencia del ion níquel. (5)</p>
---	---	--	---

MANEJO DE RESIDUOS

En esta práctica los residuos obtenidos se disponen en material inorgánico. **No** tirar a la tarja

Objeto de estudio No. 4

EQUILIBRIO ACIDO BASE

Tema 1

Valoración de una solución de ácido clorhídrico e hidróxido de sodio

ACTIVIDADES DE PRELABORATORIO

1. Calcule los pesos miliequivalentes de las siguientes sustancias:
 - a. Carbonato de sodio (Na_2CO_3)
 - b. Ftalato ácido de potasio ($\text{C}_6\text{H}_4\text{COOHCOOK}$)
2. Consulte en la hoja de seguridad de los reactivos los siguientes datos, según sea el caso:
 - a. Masa molecular
 - b. Estado de agregación
 - c. Densidad
 - d. Pureza
 - e. Precauciones especiales (si las hay)
3. Realice los cálculos necesarios para preparar las siguientes soluciones:
 - a. 50 mL de una solución 0.03N de $\text{C}_6\text{H}_4\text{COOHCOOK}$
 - b. 50 mL de una solución 0.05N de Na_2CO_3
4. Lea detenidamente el Anexo I, correspondiente a la técnica de valoración de la doble bureta
5. Consulte el pH de vire para los indicadores fenolftaleína y anaranjado de metilo ¿Qué indicador será más apropiado para utilizar con cada solución estándar?
6. Consulte y escriba las reacciones que se llevan a cabo en cada valoración
7. Lea detenidamente la práctica de laboratorio y realice un diagrama de flujo para la preparación de las soluciones descritas, así como la valoración de las soluciones de HCl y NaOH preparadas anteriormente

PROCEDIMIENTO

- *Preparación de soluciones estándares*
- *Preparación de la solución estándar de carbonato de sodio (Na_2CO_3)*
 1. Coloque en la estufa el Na_2CO_3 a secar (120°C , 1 hora).
 2. Pesar aproximada pero exactamente entre 0.10 y 0.12 g de Na_2CO_3 para preparar 50 mL de una solución estándar.
 3. Disuelva en una cantidad apropiada de agua destilada auxiliándose de un vaso de precipitado.
 4. Transfiera la solución al matraz aforado y afora hasta la marca con agua destilada.
 5. Tape el matraz y agite hasta homogenizar la solución.
 6. Calcule la concentración exacta de la solución preparada e indíquela en la etiqueta del matraz aforado.
 - *Preparación de la solución estándar de ftalato ácido de potasio ($\text{C}_6\text{H}_4\text{COOHCOOK}$)*
 1. Coloque en la estufa el $\text{C}_6\text{H}_4\text{COOHCOOK}$, también conocido como KHP, a secar (a 120°C , 1 hora).
 2. Pesar aproximada pero exactamente entre 0.25 y 0.30 g de KHP para preparar 50 mL de solución estándar.
 3. Disuelva en una cantidad apropiada de agua destilada auxiliándose de un vaso de precipitado.
 4. Transfiera la solución al matraz aforado y afora hasta la marca con agua destilada.

5. Tape el matraz y agite hasta homogenizar la solución.
6. Calcule la concentración exacta de la solución preparada e indíquela en la etiqueta del matraz aforado.

NOTA: Cada equipo deberá preparar sus propias soluciones estándar.

➤ *Valoración de las soluciones*

○ *Valoración de HCl 0.05 N (0.05M)*

1. Tome la solución necesaria de estándar de Na_2CO_3 para llenar una bureta hasta la marca de 25 ml.
2. Llene una segunda bureta con el ácido a valorar.
3. Valore la solución siguiendo el método de la doble bureta (ver Anexo I), utilizando de 1-2 gotas de indicador anaranjado de metilo.
El vire del indicador se presenta cuando la solución cambia de color, de un tono amarillo a un tono naranja o rojizo.
4. Calcule la concentración de la solución de HCl.

○ *Valoración de NaOH 0.05 N (0.05M)*

1. Tome la solución necesaria de estándar de KHP para llenar una bureta hasta la marca de 25 ml.
2. Llene una segunda bureta con la base a valorar.
3. Valore la solución siguiendo el método de la doble bureta (ver Anexo I) utilizando de 1-2 gotas de indicador fenolftaleína.
El vire del indicador se presenta cuando la solución cambia de color, de incolora a rosada.
4. Calcule la concentración de la solución de NaOH.

MANEJO DE RESIDUOS

En esta práctica se obtendrán dos residuos, ambos pueden ser desechados por la tarja pero antes deben de ser neutralizados entre un pH de 6.7 - 7.4.

El pH se verifica con un potenciómetro. En caso de no entrar en el rango de neutralidad, emplee las soluciones -HCl o NaOH- destinadas para residuos hasta alcanzar un pH en el rango indicado; posteriormente elimine los residuos por la tarja.

Tema 2

Determinación de carbonatos en una muestra problema

ACTIVIDADES DE PRELABORATORIO

1. ¿Qué indicador considera que debería utilizarse en la determinación?
2. Consulte y escriba la reacción que se lleva a cabo en la valoración
3. Lea detenidamente la práctica de laboratorio y realice un diagrama de flujo para la determinación de carbonatos en su muestra problema por el método de titulación

PROCEDIMIENTO

➤ *Preparación muestra problema:*

1. Diluya la muestra problema y traspásela a un matraz aforado de 100ml.
2. Afore hasta la marca con agua destilada, tape y agite para homogenizar la solución.
3. Llene una bureta con la solución aforada y etiquétela como muestra problema y su nombre o número de laboratorio con cinta masking.

NOTA: Tenga precaución con este procedimiento ya que toda la muestra problema que se le proporcionó debe quedar aforada en 100ml, todos los errores se verán reflejados en la exactitud con la que cuantifique el contenido de su muestra.

➤ *Preparación de buretas para valoración.*

1. Llene una bureta con Na_2CO_3 y etiquétela con masking tape.
2. Llene una bureta con su HCl valorado y etiquétela con masking tape.

NOTA: Las buretas con Na_2CO_3 y HCl serán usadas por los integrantes del equipo.

➤ *Procedimiento de determinación de $(\text{CO}_3)^{-}$*

TITULACION DIRECTA

1. Tome una alícuota de 10ml de la bureta con solución problema y colóquela en un matraz Erlenmeyer.
2. Añada de 2 a 3 gotas del indicador de anaranjado de metilo.
3. Titule con el ácido valorado, hasta que el indicador vire de amarillo a naranja.
4. Anote el volumen gastado y calcule los miligramos de carbonato de sodio en la muestra total.
5. Adicione 2ml con la bureta de muestra problema al matraz Erlenmeyer. (Note que el indicador regresa al color amarillo inicial).
6. Titule con el ácido valorado, hasta que el indicador vire de amarillo a naranja.
7. Anote el volumen gastado y calcule los miligramos de carbonato de sodio en la muestra total
8. Repita el paso 5, 6 y 7.

-

MANEJO DE RESIDUOS

En esta práctica se obtendrán dos residuos, pueden ser desechados por la tarja después de ser neutralizados entre un pH de 6.7 - 7.4:

- Valoración de la muestra problema.
- El sobrante de la muestra problema en el matraz aforado.

El pH se verifica con un potenciómetro. En caso de no entrar en el rango de neutralidad, emplee las soluciones –HCl o NaOH- destinadas para residuos hasta alcanzar un pH en el rango indicado; posteriormente elimine los residuos por la tarja.

Tema 3

Determinación de Ftalato acido de potasio en una muestra problema

ACTIVIDADES DE PRELABORATORIO

1. ¿Qué indicador considera que debería utilizarse en la determinación?
2. Consulte y escriba la reacción que se lleva a cabo en la valoración
3. Lea detenidamente la práctica de laboratorio y realice un diagrama de flujo para la determinación de ftalato en su muestra problema por el método de titulación directa

PROCEDIMIENTO

➤ *Preparación muestra problema:*

1. Diluya la muestra problema y traspásela a un matraz aforado de 100ml.
2. Afore hasta la marca con agua destilada, tape y agite para homogenizar la solución.
3. Llene una bureta con la solución aforada y etiquétela como muestra problema y su nombre o número de laboratorio con cinta masking.

NOTA: Tenga precaución con este procedimiento ya que toda la muestra problema que se le proporcionó debe quedar aforada en 100ml, todos los errores se verán reflejados en la exactitud con la que cuantifique el contenido de su muestra.

➤ *Preparación de buretas para valoración.*

1. Llene una bureta con ftalato acido de potasio y etiquétela con masking tape.
2. Llene una bureta con su NaOH valorado y etiquétela con masking tape.

NOTA: Las buretas con ftalato acido de potasio y NaOH I serán usadas por los integrantes del equipo.

➤ *Procedimiento de determinación de Ftalato ácido de potasio ($C_6H_4COOHCOOK$)*

TITULACION DIRECTA

1. Tome una alícuota de 10ml de la bureta con solución problema y colóquela en un matraz Erlenmeyer.
2. Añada de 2 a 3 gotas del indicador de fenoftaleína.
3. Titule con el hidróxido valorado, hasta que el indicador vire de incoloro a rosa.
4. Anote el volumen gastado y calcule los miligramos de carbonato de sodio en la muestra total.
5. Adicione 2ml con la bureta de muestra problema al matraz Erlenmeyer. (Note que el indicador regresa al color inicial).
6. Titule con el ácido valorado, hasta que el indicador vire.
7. Anote el volumen gastado y calcule los miligramos de carbonato de sodio en la muestra total
8. Repita el paso 5, 6 y 7.

MANEJO DE RESIDUOS

En esta práctica se obtendrán dos residuos, pueden ser desechados por la tarja después de ser neutralizados entre un pH de 6.7 - 7.4:

- Valoración de la muestra problema.
- El sobrante de la muestra problema en el matraz aforado.

El pH se verifica con un potenciómetro. En caso de no entrar en el rango de neutralidad, emplee las soluciones –HCl o NaOH- destinadas para residuos hasta alcanzar un pH en el rango indicado; posteriormente elimine los residuos por la tarja.

NOTA: Ésta es la última práctica en la que se emplean las soluciones valoradas de NaOH y HCl, preguntar al profesor como disponer de ellas.

Objeto de estudio No. 5 Equilibrio oxido-reducción

PERMANGANIMETRÍA

Tema 1

Preparación y Valoración de una solución de KMnO_4

ACTIVIDADES DE PRELABORATORIO

1. Calcule los pesos miliequivalentes de las siguientes sustancias:
 - a. Permanganato de Potasio (KMnO_4)
 - b. Oxalato de Sodio ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$)
2. Consulte en la hoja de seguridad de los reactivos los siguientes datos, según sea el caso:
 - a. Masa molecular
 - b. Estado de agregación
 - c. Densidad
 - d. Pureza
 - e. Precauciones especiales (si las hay)
3. Realice los cálculos necesarios para preparar las siguientes soluciones:
 - a. 50 mL de una solución 0.03N de $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$
 - b. 500 mL de una solución 0.02N de KMnO_4
4. Lea detenidamente el Anexo I, correspondiente a la técnica de valoración de la doble bureta
5. Consulte que indicador es necesario emplear para la valoración del KMnO_4 con $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$.
6. Consulte y escriba las semi-reacciones de oxidación y reducción que se llevan a cabo en la valoración, así como sus respectivos potenciales
7. Lea detenidamente la práctica de laboratorio y realice un diagrama de flujo para la preparación de las soluciones descritas, así como para la valoración del KMnO_4

PROCEDIMIENTO

- *Preparación de solución (Cantidad suficiente para 2 equipos)*
 1. Pese entre 0.31 a 0.33g de permanganato de potasio en la balanza analítica.
 2. Disuelva en un vaso de precipitado y traspáselo a un matraz aforado de 500ml.
 3. Afore hasta la marca con agua destilada, tape y agite para homogenizar.
 4. Transfiera la solución a una botella limpia color ámbar. (Se deja reposar la solución 3 o 4 días al abrigo de la luz, al cabo de los cuales se procede a valorar).
 5. Calcule la concentración.

NOTA: El volumen de solución preparada es suficiente para ser utilizada por 2 equipos. En la siguiente sesión se valorará la solución preparada para determinar su concentración exacta.

- *Valoración de solución*
 - *Preparación de solución de estándar primario*
 1. Pese aproximada pero exactamente de 0.10 a 0.14g de oxalato de sodio puro, previamente seco en la estufa a 110°C .
 2. Disuelva en un vaso de precipitado y traspáselo a un matraz aforado de 50ml.
 3. Afore hasta la marca con agua destilada, tape y agite para homogenizar.
 4. Calcule la concentración.

NOTA: La cantidad de solución es suficiente para que 2 ó 3 equipos valoren su permanganato de potasio, espere indicaciones del profesor para aclarar si la solución será preparada por equipo.

○ *Valoración por método de las 2 buretas*

1. Llene una bureta con su solución de KMnO_4 y la otra con la solución de $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$.
2. Tome una alícuota de 10ml de la bureta con solución de $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ y colóquela en un matraz Erlenmeyer.
3. Añada 2ml de ácido sulfúrico 1:8
4. Caliente a 70°C (medido con termómetro) en una parrilla de calentamiento.
5. Retire de la parrilla de calentamiento y valore caliente con la disolución de permanganato contenida en la bureta hasta que la solución vire a rosa y que éste no desaparezca por agitación (más de 30 seg.). Ver observación 1.
6. Anote el volumen gastado y calcule la concentración del KMnO_4 .
7. Adicione 2ml de $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ de la bureta de solución estándar al matraz Erlenmeyer. (La solución vuelve a ser incolora)
8. Con la alícuota a 70°C (caliente en la parrilla de ser necesario) valore con su KMnO_4 hasta que vire a rosa y éste no desaparezca por agitación. Ver observación 2.
9. Anote el volumen gastado y calcule la concentración del KMnO_4 .
10. Repita el paso 7, 8 y 9.

➤ *Observaciones*

1. La decoloración del permanganato es lenta al principio de la valoración, por lo que es necesario esperar la decoloración tras la adición de las primeras porciones de MnO_4^- . Posteriormente la decoloración es más rápida debido a la acción catalítica de los iones Mn^{2+} que se originan en la reacción entre el permanganato y el oxalato.
2. La temperatura en las proximidades del punto final no debe descender de unos 60°C si la valoración ha requerido tiempo considerable es conveniente volver a calentar la disolución antes de llegar al punto final.
3. Si el permanganato se adiciona rápidamente se puede formar MnO_2 junto con el Mn^{2+} , dando lugar a una disolución de color café. Esto no es un problema mientras haya suficiente oxalato para reducir el MnO_2 a Mn^{2+} , simplemente hay que esperar a que desaparezca este color, para asegurarnos que la disolución esté libre de MnO_2 en el punto final de la valoración.
4. El permanganato de la disolución preparada por este procedimiento está sometido a un lento proceso de reducción por trazas de sustancias reductoras presentes en el agua y de descomposición catalizada por el MnO_2 por ello es imprescindible determinar nuevamente la normalidad de la solución antes de su utilización si transcurre mucho tiempo desde la fecha de su preparación.

MANEJO DE RESIDUOS

En esta práctica se obtendrán dos residuos, pueden ser desechados por la tarja después de ser neutralizado entre un pH de 6.7 - 7.4:

- Valoración del KMnO_4 : las tres alícuotas se neutralizan con NaOH.
- Solución de $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$: verificar pH y verter por la tarja

El pH se verifica con un potenciómetro (en caso de no entrar en el rango de neutralidad, se emplea mas solución -HCl o NaOH - para lograrlo) y posteriormente los residuos se eliminan por la tarja.

NOTA: La solución de permanganato de potasio valorada debe guardarse, pues será utilizada en prácticas posteriores.

Tema 2

Determinación de oxalato en una muestra problema

ACTIVIDADES DE PRELABORATORIO

1. Calcule los pesos miliequivalentes de las siguientes sustancias:
 - a. Oxalato de Sodio ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$)
2. Lea detenidamente el Anexo I, correspondiente a la técnica de valoración de la doble bureta
3. Consulte que indicador es necesario emplear para la valoración del KMnO_4 con $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$.
4. Consulte y escriba las semirreacciones de oxidación y reducción que se llevan a cabo en la valoración, así como sus respectivos potenciales
5. Lea detenidamente la práctica de laboratorio y realice un diagrama de flujo para el desarrollo de la práctica

PROCEDIMIENTO

➤ *Preparación de muestra problema*

1. Diluya la muestra problema traspasándola a un matraz aforado de 100ml.
2. Afore hasta la marca con agua destilada, tape y agite para homogenizar la solución.
3. Llene una bureta con la solución aforada y etiquétela como muestra problema y su nombre o número de laboratorio con cinta masking.

NOTA: Tenga precaución con este procedimiento ya que toda la muestra problema que se le proporcionó debe quedar aforada en 100ml, todos los errores se verán reflejados en la exactitud con la que cuantifique el contenido de su muestra.

➤ *Preparación de buretas para la determinación*

- Coloque la bureta llena con muestra problema y etiquetada, en el soporte.
- Llene otra bureta con solución valorada de KMnO_4 y etiquétela.

NOTA: La bureta etiquetada como KMnO_4 será utilizada por todos los miembros del equipo: tenga cuidado de lavar apropiadamente la bureta etiquetada como muestra problema antes de reemplazar la solución por otra muestra.

➤ *Procedimiento para la determinación de $(\text{C}_2\text{O}_4)^{2-}$*

1. Tome una alícuota de 10ml de la bureta con muestra problema y colóquela en un matraz Erlenmeyer.
2. Añada 2ml de ácido sulfúrico 1:8
3. Caliente a 70°C (medido con termómetro) en una parrilla de calentamiento.
4. Retire de la parrilla de calentamiento y valore caliente con la disolución de permanganato contenida en la bureta hasta que la solución vire a rosa y la coloración persista más de 30 segundos manteniendo la agitación. Ver observación 1.
5. Anote el volumen gastado y calcule los miligramos de oxalato de sodio en la muestra total.
6. Adicione 2ml de muestra problema de la bureta etiquetada al matraz Erlenmeyer. (La solución vuelve a ser incolora)
7. Con la alícuota a 70°C (caliente en la parrilla de ser necesario) continúe adicionando KMnO_4 hasta que vire a rosa y éste no desaparezca por agitación. Ver observación 2.
8. Anote el volumen gastado y calcule los miligramos de oxalato de sodio en la muestra total.
9. Repita el paso 6, 7 y 8.

➤ *Observaciones*

1. La decoloración del permanganato es lenta al principio de la valoración, por lo que es necesario esperar la decoloración tras la adición de las primeras porciones de MnO_4^- . Posteriormente la decoloración es más rápida debido a la acción catalítica de los iones Mn^{2+} que se originan en la reacción entre el permanganato y el oxalato.
2. La temperatura en las proximidades del punto final no debe descender de unos 60°C si la valoración ha requerido tiempo considerable es conveniente volver a calentar la disolución antes de llegar al punto final.
3. Si el permanganato se adiciona rápidamente se puede formar MnO_2 junto con el Mn^{2+} , dando lugar a una disolución de color café. Esto no es un problema mientras haya suficiente oxalato para reducir el MnO_2 a Mn^{2+} , simplemente hay que esperar a que desaparezca este color, para asegurarnos que la disolución esté libre de MnO_2 en el punto final de la valoración.
4. El permanganato de la disolución preparada por este procedimiento está sometido a un lento proceso de reducción por trazas de sustancias reductoras presentes en el agua y de descomposición catalizada por el MnO_2 por ello es imprescindible determinar nuevamente la normalidad de la solución antes de su utilización si transcurre mucho tiempo desde la fecha de su preparación.

MANEJO DE RESIDUOS

En esta práctica se obtendrán dos residuos, puede ser desechado por la tarja después de ser neutralizado entre un pH de 6.7 - 7.4:

- Valoración del KMnO_4 : las tres alícuotas se neutralizan con NaOH .
- Solución de $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$: verificar pH y verter por la tarja

El pH se verifica con un potenciómetro (en caso de no entrar en el rango de neutralidad, se emplea mas solución $-\text{HCl}$ o NaOH - para lograrlo) y posteriormente los residuos se eliminan por la tarja.

NOTA: La solución de permanganato de potasio valorada debe de guardarse para prácticas posteriores.

Tema 3

Determinación de sal de Mohr en una muestra problema

ACTIVIDADES DE PRELABORATORIO

1. Calcule los pesos miliequivalentes de las siguientes sustancias:
 - a. Sal de Mohr o Sulfato Ferroso Amoniacal ($\text{Fe}(\text{SO}_4)_2(\text{NH}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)
2. Lea detenidamente el Anexo I, correspondiente a la técnica de valoración de la doble bureta
3. Consulte que indicador es necesario emplear para ésta determinación
4. Consulte y escriba las semirreacciones de oxidación y reducción que se llevan a cabo en la valoración, así como sus respectivos potenciales
5. Lea detenidamente la práctica de laboratorio y realice un diagrama de flujo para el desarrollo de la práctica

PROCEDIMIENTO

➤ *Preparación de muestra problema*

1. Diluya la muestra problema traspasándola a un matraz aforado de 100ml.
2. Afore hasta la marca con agua destilada, tape y agite para homogenizar la solución.
3. Llene una bureta con la solución aforada y etiquétela como muestra problema y su nombre o número de laboratorio con cinta masking.

NOTA: Tenga precaución con este procedimiento ya que toda la muestra problema que se le proporcionó debe quedar aforada en 100ml, todos los errores se verán reflejados en la exactitud con la que cuantifique el contenido de su muestra problema.

➤ *Preparación de buretas para la determinación*

- Coloque la bureta llena con muestra problema y etiquetada, en el soporte.
- Llene otra bureta con solución valorada de KMnO_4 y etiquétela.

NOTA: La bureta etiquetada como KMnO_4 será utilizada por todos los miembros del equipo: tenga cuidado de lavar apropiadamente la bureta etiquetada como muestra problema antes de reemplazar la solución por otra muestra problema.

PRECAUCIÓN: La muestra problema fue preparada en ácido sulfúrico 1M tenga cuidado al manipularla.

➤ *Procedimiento para la determinación de $\text{Fe}(\text{SO}_4)_2(\text{NH}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$*

1. Tome una alícuota de 10ml de la bureta con muestra problema y colóquela en un matraz Erlenmeyer.
2. Añada 2ml de ácido sulfúrico 1:8
3. Valore con la disolución de permanganato contenida en la bureta hasta que la solución vire a rosa y la coloración persista más de 30 seg. manteniendo la agitación.
4. Anote el volumen gastado y calcule los miligramos de sulfato doble de hierro (II) y amonio hexahidratado en la muestra total.
5. Adicione 2ml de muestra problema de la bureta etiquetada al matraz Erlenmeyer. (La solución vuelve a ser incolora)
6. Continúe adicionando KMnO_4 hasta que vire a rosa y éste no desaparezca por agitación.
7. Anote el volumen gastado y calcule los miligramos de sal de Mohr en la muestra total.
8. Repita el paso 5, 6 y 7.

MANEJO DE RESIDUOS

En esta práctica se obtendrán dos residuos, puede ser desechado por la tarja después de ser neutralizado entre un pH de 6.7 - 7.4:

- Valoración del KMnO_4 : las tres alícuotas se neutralizan con NaOH.
- Solución de muestra problema: neutralizar con NaOH, verificar pH y verter por la tarja

El pH se verifica con un potenciómetro (en caso de no entrar en el rango de neutralidad, se emplea mas solución -HCl o NaOH - para lograrlo) y posteriormente los residuos se eliminan por la tarja.

NOTA: La solución de permanganato de potasio valorada debe de guardarse para prácticas posteriores.

IODOMETRÍA

Tema 1

Preparación y Valoración de una solución de Tiosulfato de sodio 0.03N

ACTIVIDADES DE PRELABORATORIO

1. Calcule los pesos miliequivalentes de las siguientes sustancias:
 - a. Tiosulfato de Sodio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)
 - b. Yodato de Potasio (KIO_3)
2. Consulte en la hoja de seguridad de los reactivos los siguientes datos, según sea el caso:
 - a. Masa molecular
 - b. Estado de agregación
 - c. Densidad
 - d. Pureza
 - e. Precauciones especiales (si las hay)
3. Realice los cálculos necesarios para preparar las siguientes soluciones:
 - a. 250 mL de una solución 0.03N de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
 - b. 100 mL de una solución 0.03N de KIO_3
4. Consulte que indicador es necesario emplear para la valoración del $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ con KIO_3
5. Consulte y escriba las semirreacciones de oxidación y reducción que se llevan a cabo en la valoración
6. Lea detenidamente la práctica de laboratorio y realice un diagrama de flujo para la preparación de las soluciones descritas, así como para la valoración del $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

PROCEDIMIENTO

➤ Preparación de solución

1. Pese entre 2.00 a 2.20g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ y 0.1g de carbonato de sodio en la balanza analítica.
2. Disuelva en un vaso de precipitado y traspáselo a un matraz aforado de 250ml.
3. Afore hasta la marca con agua destilada, tape y agite para homogenizar.
4. Transfiera la solución a una botella limpia color ámbar.

NOTA: Esta solución se debe valorar después de dejarla reposar por cuando menos 1 día. Por consiguiente, distribúyase el trabajo de laboratorio de tal manera que la solución se prepare en una sesión para valorarla en la siguiente. Es preferible usar agua destilada en lugar de agua desionizada, pues la cuenta de tiobacterias de esta última suele ser alta. Cuando la solución haya estado guardada por más de 3 semanas es aconsejable no utilizarla.

➤ Valoración de solución

○ Preparación de solución de estándar primario

1. Pese aproximada pero exactamente de 0.12 a 0.13g de yodato de potasio puro, con exactitud de décimas de miligramo.
2. Disuelva en un vaso de precipitado y traspáselo a un matraz aforado de 100ml.
3. Afore hasta la marca con agua destilada, tape y agite para homogenizar.
4. Calcule la concentración.

NOTA: La cantidad de solución es suficiente para que 2 o 3 equipos valoren su solución de tiosulfato de sodio, espere indicaciones del profesor para aclarar si la solución será preparada por equipo.}

- *Valoración por método tradicional.*
 1. Llene una bureta con su solución de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.
 2. Tome una alícuota de 10ml de la solución de KIO_3 y colóquela en un matraz Erlenmeyer.
 3. Añada 0.2g de KI (yoduro de potasio) a la solución.
 4. Añada 1ml de ácido sulfúrico 2N (puede utilizarse HCl 2N).
 5. Titúlese la solución resultante con el tiosulfato de sodio hasta que el color café amarillento del yodo cambie a un amarillo pálido.
 6. Añádanse de 2 a 3 gotas de solución de almidón (ver Nota) y continúese la titulación hasta que desaparezca el color azul del complejo almidón-yodo.
 7. Anote el volumen gastado y calcule la concentración del tiosulfato de sodio.
 8. Repita el procedimiento por triplicado.

NOTA: Se preparó una solución de almidón que se encuentra en la zona de indicadores, en caso de que no funcione su forma de preparación es la siguiente:

La solución de almidón se prepara pesando 0.5g de Almidón, el cual se macera en el mortero hasta formar una pasta homogénea. Se diluye con más agua y se vierte en 100ml de agua hirviendo, prolongándose la ebullición por 2 o 3 minutos más, se enfría la solución sumergiendo el vaso en agua y se filtra en papel. Este filtrado está listo para ser usado.

MANEJO DE RESIDUOS

En esta práctica se obtendrán dos residuos, puede ser desechado por la tarja después de ser neutralizado entre un pH de 6.7 - 7.4:

- Valoración de la solución de tiosulfato de sodio: las tres alícuotas se neutralizan con NaOH.
- El sobrante de la solución de yodato de potasio: se neutraliza con NaOH, verificar pH y verter por la tarja

El pH se verifica con un potenciómetro (en caso de no entrar en el rango de neutralidad, se emplea mas solución –HCl o NaOH- para lograrlo) y posteriormente los residuos se eliminan por la tarja.

NOTA: la solución de tiosulfato de potasio valorada debe de guardarse para prácticas posteriores.

Tema 2

Determinación iodimétrica del Cu en una muestra problema

ACTIVIDADES DE PRELABORATORIO

1. Calcule los pesos miliequivalentes de las siguientes sustancias:
 - a. Cobre sólido (Cu)
2. Consulte que indicador es necesario emplear para la valoración iodométrica de Cu
3. Consulte y escriba las semirreacciones de oxidación y reducción que se llevan a cabo en la valoración
4. Lea detenidamente la práctica de laboratorio y realice un diagrama de flujo para la preparación de las soluciones descritas, así como para el desarrollo de la práctica

PROCEDIMIENTO

➤ *Preparación de muestra problema*

1. Diluya la muestra problema traspasándola a un matraz aforado de 100ml.
2. Afore hasta la marca con agua destilada, tape y agite para homogenizar la solución.

NOTA: Tenga precaución con este procedimiento ya que toda la muestra problema que se le proporcionó debe quedar aforada en 100ml, todos los errores se verán reflejados en la exactitud con la que cuantifique el contenido de su muestra problema.

PRECAUCIÓN: La muestra problema fue preparada en ácido nítrico concentrado y luego diluida con agua, tenga cuidado al manipularla.

➤ *Procedimiento para la determinación de Cobre*

1. Tome una alícuota de 10ml de la bureta con muestra problema y colóquela en un matraz Erlenmeyer.
2. Añada 20ml de agua destilada y de 0.45 a 0.50g de yoduro de potasio (Fig. 1), agite para disolver la sal.
3. Valore con la disolución de tiosulfato contenida en la bureta hasta que la solución pase a ser amarillo pálido (Fig. 2), agregue entonces 0.5g de tiocianato de potasio medidos aproximadamente.
4. Adicione de 3 a 5 gotas de la solución de almidón* (Fig. 3), continúe la titulación hasta que desaparezca el color azul del indicador (Fig. 4). No debe tomarse en cuenta la posible reaparición del color después de unos minutos.
5. Repita la titulación según las indicaciones del profesor encargado.
6. Exprese el resultado en miligramos de cobre contenidos en la muestra.

* Se preparó una solución de almidón que se encuentra en la zona de indicadores, en caso de que no funcione su forma de preparación esta descrita en la práctica de *Preparación y Valoración de una solución de Tiosulfato*.

MANEJO DE RESIDUOS

En esta práctica se obtendrán tres residuos:

- Valoración de la muestra problema de cobre: las alícuotas se neutralizan con aproximadamente NaOH y se eliminan por tarja.
- El sobrante de la muestra problema en el matraz aforado: se neutraliza con NaOH y se elimina por la tarja.

Verificar con el potenciómetro y emplear las soluciones para neutralizar de NaOH o HCl en caso de ser necesario (Rango de Neutralidad pH 6.7 - 7.4).

- Sobrante de la solución valorada de tiosulfato de sodio: preguntar al profesor como disponer de ella



Figura 1. Muestra de cobre con KI



Figura 2. Amarillo pálido esperado en la valoración



Figura 3. Coloración azul-verde al adicionar el KSCN y almidón



Figura 4. Final de la valoración (vire)

ARGENTOMETRÍA

Tema 1

Preparación y Valoración de una solución de AgNO_3 0.01N

ACTIVIDADES DE PRELABORATORIO

1. Calcule los pesos miliequivalentes de las siguientes sustancias:
 - a. Nitrato de Plata (AgNO_3)
 - b. Cloruro de Sodio (NaCl)
2. Consulte en la hoja de seguridad de los reactivos los siguientes datos, según sea el caso:
 - a. Masa molecular
 - b. Estado de agregación
 - c. Densidad
 - d. Pureza
 - e. Precauciones especiales (si las hay)
3. Realice los cálculos necesarios para preparar las siguientes soluciones:
 - a. 250 mL de una solución 0.01N de AgNO_3
 - b. 100 mL de una solución 0.01N de NaCl
4. Consulte que indicador es necesario emplear para la valoración del AgNO_3 con NaCl
5. Consulte y escriba la reacción que se lleva a cabo durante la valoración
6. Lea detenidamente la práctica de laboratorio y realice un diagrama de flujo para la preparación de las soluciones descritas, así como para la valoración del AgNO_3

PROCEDIMIENTO

➤ Preparación de solución

1. Pese entre 0.430 y 0.440g de nitrato de plata en la balanza analítica.
2. Disuelva en un vaso de precipitado y traspáselo a un matraz aforado de 250ml.
3. Afore hasta la marca con agua destilada, tape y agite para homogenizar.
4. Transfiera la solución a una botella limpia color ámbar (solo si la usará en otra sesión).

NOTA: Esta solución será usada por cada 2 equipos. Espere indicaciones del profesor encargado.

➤ Valoración de solución

○ Preparación de solución de estándar primario

1. Pese aproximada pero exactamente de 0.050 a 0.070g de cloruro de sodio puro, previamente seco en la estufa a 110°C .
2. Disuelva en un vaso de precipitado y traspáselo a un matraz aforado de 100ml.
3. Afore hasta la marca con agua destilada, tape y agite para homogenizar.
4. Calcule la concentración.

NOTA: La cantidad de solución es suficiente para que todo el grupo valore su nitrato de plata, espere indicaciones del profesor para aclarar si la solución será preparada por equipo.

- *Valoración por método de Mohr*
 1. Llene la bureta con su solución de nitrato de plata
 2. Tome una alícuota de 5ml de la solución de NaCl y colóquela en un matraz Erlenmeyer.
 3. Añada de 3 a 5 gotas del indicador K_2CrO_4 la solución se vuelve amarilla. (Ver Figura 1)
 4. Valore con la disolución de $AgNO_3$ contenida en la bureta hasta que la solución vire a un amarillo rojizo y que éste no desaparezca por agitación (más de 30 segundos). (Ver Figura 2)
 5. Anote el volumen gastado y calcule la concentración del $AgNO_3$.
 6. Repita por duplicado o triplicado según lo indique el profesor encargado.

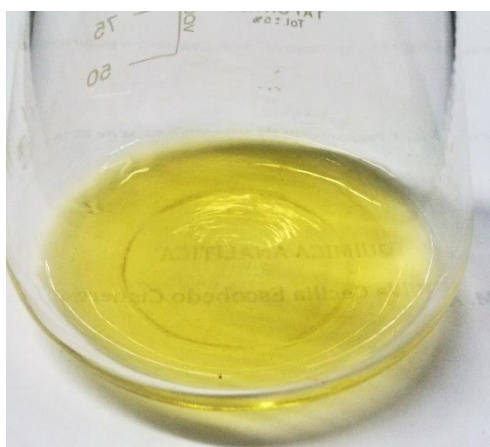


Figura 1. Solución con indicador

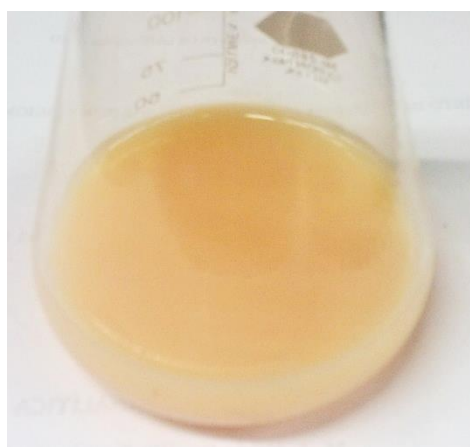


Figura 2. Vire de la solución

MANEJO DE RESIDUOS

En esta práctica se obtendrán dos residuos:

- Valoración del $AgNO_3$: las alícuotas se disponen en un contenedor (NO SE ELIMINAN POR LA TARJA).
- Solución de NaCl: Se elimina por la tarja directamente.

Tema 2

Determinación de cloruros en una muestra problema

ACTIVIDADES DE PRELABORATORIO

1. Calcule los pesos miliequivalentes de las siguientes sustancias:
 - a. Cloruro de Sodio (NaCl)
2. Consulte que indicador es necesario emplear para la valoración del AgNO_3 con NaCl
3. Consulte y escriba la reacción que se lleva a cabo durante la valoración
4. Lea detenidamente la práctica de laboratorio y realice un diagrama de flujo para el desarrollo de la práctica

PROCEDIMIENTO

➤ *Preparación de muestra problema*

1. Diluya la muestra problema traspasándola a un matraz aforado de 100ml.
2. Afore hasta la marca con agua destilada, tape y agite para homogenizar la solución.

NOTA: Tenga precaución con este procedimiento ya que toda la muestra problema que se le proporcionó debe quedar aforada en 100ml, todos los errores se verán reflejados en la exactitud con la que cuantifique el contenido de su muestra problema.

➤ *Procedimiento para la determinación de NaCl*

1. Tome una alícuota de 5ml del matraz aforado con muestra problema y colóquela en un matraz Erlenmeyer.
2. Añada de 3 a 5 gotas de K_2CrO_4
3. Titule con la disolución valorada de AgNO_3
4. Anote el volumen gastado y calcule los miligramos de NaCl en la muestra total.
5. Repita por duplicado o triplicado según las indicaciones del profesor encargado.

MANEJO DE RESIDUOS

En esta práctica se obtendrán tres residuos:

- Valoración de la muestra problema: las tres alícuotas de cada práctica se disponen en un contenedor (NO SE ELIMINA POR TARJA), ya que la muestra contienen Plata y Cromo.
- El sobrante de la muestra problema en el matraz aforado: se elimina por tarja directamente.
- Sobrante de AgNO_3 : se dispone en un contenedor (NO SE ELIMINA POR TARJA) diferente al de la valoración de la muestra problema.

Objeto de estudio No. 7

Gravimetría

Tema 1

Determinación gravimétrica de un sulfato soluble en una muestra problema

ACTIVIDADES DE PRELABORATORIO

1. Consulte las reglas de solubilidad para los sulfatos (puede consultar cualquier libro de química general)
2. ¿Para qué muestras es necesario utilizar la técnica analítica de gravimetría?
3. Consulte y escriba la reacción que se lleva a cabo durante la determinación (*suponga que la reacción se efectuará entre Na_2SO_4 y BaCl*)
4. Lea detenidamente la práctica de laboratorio y realice un diagrama de flujo para el desarrollo de la práctica
5. **Al menos 3 días antes de la práctica** adquiera su crisol, identifíquelo adecuadamente con un lápiz de grafito y entréguelo al profesor encargado

PROCEDIMIENTO

- *Procedimiento para obtener el peso constante el crisol*
 1. Un día antes, marque su crisol en la parte inferior con lápiz No. 2
 2. Colóquelo en la estufa a 100 °C
 3. El día de la práctica saque el crisol de la estufa y colóquelo en el desecador por una hora
 4. Pese en la balanza analítica el crisol. Este será el peso w_1
- *Procedimiento para determinar Na_2SO_4 (sulfato de sodio)*
 1. Coloque la muestra problema en un vaso de precipitados de 400 ml.
 2. Agregue aproximadamente 1ml de HCl concentrado.
 3. Caliente a ebullición.
 4. Agregue solución al 5 % (aprox. 0.25 M) de cloruro de Bario gota a gota, al tiempo que se agita vigorosamente. Sabiendo que la muestra es de sulfato de sodio, se calcula el volumen necesario de solución de cloruro de bario y se añade un exceso de 10 %. (MÁXIMO 120 mL de BaCl al 5% por equipo)
 5. Digiera por lo menos una hora a la mayor temperatura posible, pero sin llegar a ebullición, dos horas o más son preferibles.
 6. Filtre a través de un papel filtro de poro fino que no de cenizas al incinerarse. Este precipitado tiende a ascender por las paredes de los recipientes. Al filtrar, el papel filtro se llena sólo hasta alrededor de $\frac{3}{4}$ partes.
 7. Lave el precipitado unas 10 veces con agua caliente.
 8. Doble el papel filtro con el precipitado, dentro de crisoles tapados.
 9. Carbonice el papel con una llama baja. Se debe tener cuidado de no envolver el crisol con la llama, porque el BaSO_4 se reduce a Ba_2S por el gas no quemado y por el carbón del papel.
 10. Incinere a 800°C hasta el peso constante
 11. Al día siguiente saque el crisol de la mufla y colóquelo en la estufa por una hora
 12. Pase el crisol al desecado y déjelo por una hora
 13. Pese el crisol, este será el peso w_2
 14. Calcule el porcentaje del sulfato de sodio que contenga la muestra original

MANEJO DE RESIDUOS

En esta práctica se obtendrán dos residuos:

- El residuo del filtrado es NaCl por lo que se tira directamente en la tarja
- El residuo de la calcinación colocarlo en un recipiente para su disposición final

ANEXO I

Manejo de la Bureta

Las buretas deben estar perfectamente limpias para que las mediciones de volúmenes sean reproducibles en todas las titulaciones. Si es necesario engrasar la llave, deberá usarse la menor cantidad posible de grasa o vaselina para lubricarla. Si la llave es de teflón debe extraerse y limpiarse perfectamente, tanto la llave como la superficie de vidrio, eliminando las partículas de polvo que podrían rayar la superficie de teflón al girar la llave. Al insertar la llave debe obtenerse un ajuste correcto, ya que si queda demasiado floja puede haber pérdidas.

La bureta debe estar limpia. Lavarla con pequeñas porciones de solución titulante antes de llenarla, descartando cada vez la solución en un vaso. Utilizar un embudo apropiado y verificar antes de los lavados o el llenado que la llave esté cerrada. Finalmente, llenar la bureta con solución indicada hasta sobrepasar el enrase.

Colocar un recipiente bajo la bureta y abrir la llave por completo permitiendo que el líquido fluya rápidamente así como se muestra en la figura 1. Con esto se logra que la porción debajo de la llave se llene completamente, sin que queden burbujas de aire atrapadas. Cuando esto se logra, cerrar rápidamente la llave y enrasar en cero ml.

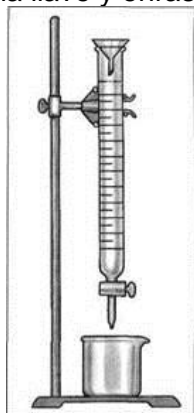


Figura 1. Montaje adecuado para eliminar la burbuja de la punta de la bureta



Figura 2. Manipulación adecuada de la bureta durante la titulación

Al terminar de usarla, la bureta debe lavarse y enjuagarse con agua corriente y luego con agua destilada. En el caso de emplear soluciones alcalinas, quite la llave para asegurar su limpieza; para manejar la llave durante una valoración, al tiempo que se agita la disolución, debe seguirse un método como el indicado en la figura 2.

La técnica para efectuar una valoración es la siguiente:

1. Con el pico introducido en el cuello del Erlenmeyer agregar la disolución desde la bureta a incrementos de un mililitro aproximadamente.
2. Agitar (o hacer girar) constantemente la muestra que hay en el matraz Erlenmeyer para mezclar rápidamente.
3. Disminuir el volumen de las adiciones sucesivas al ir progresando la valoración; en la vecindad inmediata del punto final hay que agregar el reactivo gota a gota. Cuando se juzgue que ya solo faltan unas gotas, enjuagar con agua las paredes interiores del matraz de valoración, y luego completar esta.
4. Dejar transcurrir un minuto entre la última adición de reactivo y la lectura de la bureta.

ANEXO II

Método de la Doble Bureta

Bureta A

1. Limpie la bureta utilizando agua destilada y finalmente enjuáguela con un poco de la solución a valorar (base o ácido según sea el caso).
2. Llene la bureta con la solución a valorar. Sea cuidadoso de eliminar la burbuja de la punta de la bureta.
3. Tome la lectura inicial de la bureta manteniendo la vista al nivel del menisco inferior de la solución.

Bureta B

1. Llene la segunda bureta con la solución estándar previamente preparada (Na_2CO_3 , KHP o según sea el caso), eliminando la burbuja de la punta de la bureta y leyendo el menisco inferior.
2. Tome un matraz Erlenmeyer y añada 10 mL de solución estándar y 1-2 gotas de indicador.
3. Coloque el matraz Erlenmeyer debajo de la Bureta A y comience la titulación de la solución hasta alcanzar el vire del indicador (el color debe mantenerse por al menos 30 segundos). Anote el volumen total gastado en cada bureta.
4. Sin desechar la solución del matraz Erlenmeyer, adicione 2 mL de la solución estándar contenida en la Bureta B.
5. Repita los pasos 3 y 4 hasta realizar al menos 3 lecturas.
6. Calcule la concentración de la solución.

Resultados y cálculos

Anota tus resultados en tu bitácora con el siguiente formato:

Lectura No.	Bureta A			Bureta B		
	Lectura inicial (L1)	Lectura final (L2)	mL gastados ($mL_A = L2 - L1$)	Lectura inicial (L1)	Lectura final (L2)	mL gastados ($mL_B = L2 - L1$)
1						
2						
3						

Con los mL gastados en cada lectura, calcula la concentración utilizando la siguiente fórmula:

$$N_A \cdot mL_A = N_B \cdot mL_B$$

Ejemplo:

Lectura No.	Bureta A (NaOH)			Bureta B (KHP 0.05050N)		
	Lectura inicial (L1)	Lectura final (L2)	mL gastados ($mL_A = L2 - L1$)	Lectura inicial (L1)	Lectura final (L2)	mL gastados ($mL_B = L2 - L1$)
1	0.0 mL	9.7 mL	9.7 mL	0.0 mL	10.0 mL	10.0 mL
2	0.0 mL*	11.8 mL	11.8 mL	0.0 mL*	12.0 mL	12.0 mL

*La lectura inicial es igual porque el matraz Erlenmeyer es el mismo.

Ahora para realizar los cálculos de concentración con ambas lecturas, se sustituyen los datos en la fórmula como se muestra a continuación:

Lectura 1:	Lectura 2:
$N_A = \frac{N_b \cdot mL_B}{mL_A} = \frac{0.05050N \cdot 10.0mL}{9.7mL} = 0.05206N$	$N_A = \frac{N_b \cdot mL_B}{mL_A} = \frac{0.05050N \cdot 12.0mL}{11.8mL} = 0.05136N$

Note que en este caso la lectura inicial fue en 0.0 mL, pero puede partirse desde cualquier volumen lo importante es conocer los mililitros gastados a lo largo de la titulación.

ANEXO III

Manejo del Potenciómetro

El valor del pH se puede medir de forma precisa mediante un potenciómetro, un instrumento que se basa en el método de detección cero para determinar el voltaje entre dos electrodos midiendo la diferencia de potencial. El principio básico de la medida electrométrica del pH se fundamenta en el registro potenciométrico de la actividad de los iones hidrógeno por el uso de un electrodo de vidrio que es sensible al ión hidrogeno y un electrodo de referencia (generalmente de plata/cloruro de plata), o un electrodo combinado.

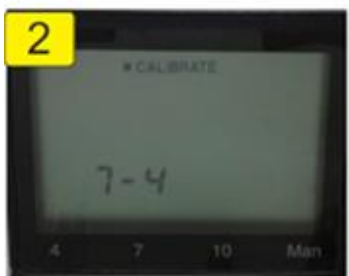
Calibración de potenciómetro



1. Para **encender** presione el botón **POWER**



4. Coloque el electrodo dentro del frasco de **Buffer pH 7**, espere a que el potenciómetro marque **READY**, entonces presione **YES**



2. Presione el botón **MODE** hasta que la pantalla **CALIBRATE** aparezca, enseguida presione **YES**



5. Repita el **PASO 3**. Coloque el electrodo dentro del frasco de **Buffer pH 4**, espere a que el potenciómetro marque **READY**, entonces presione **YES**



3. **LAVE** la punta del electrodo en un vaso de precipitado con ayuda de una piseta con agua destilada



6. Espere unos segundos hasta que el potenciómetro marque **MEASURE**. Repita el **PASO 3**. El equipo está calibrado.

Notas:

- El electrodo es muy frágil y sensible, **NO ES AGITADOR**.
- Evite que el electrodo toque el fondo del recipiente.
- Mantenga el electrodo siempre hidratado.
- Entre cada medición enjuague el electrodo con agua destilada.
- Al terminar de usar el potenciómetro, enjuague con agua destilada el electrodo e introdúzcalo en la solución buffer para electrodo.

ANEXO IV

Manejo de la Propipeta de 3 Vías



Figura 1. Dispositivo tipo pera para crear vacío y succión en la pipeta

La pera de hule, como la que se muestra en la Figura 1, cuenta con tres puntos rotulados con flechas o A, B y C o 1, 2 y 3. Al ejercer presión manual en uno de esos puntos, un balón interno permitirá la entrada o salida de aire.

- (A) o (1) Se utiliza para que la pipeta pueda succionar el líquido
- (B) o (2) Se utiliza para que la pipeta pueda dispensar el líquido que contiene.
- (C) o (3) Es útil para dispensar la última gota en aquellas pipetas que son de soplar.

El uso correcto de este dispositivo requiere de práctica para ajustar la fuerza manual que debe usarse para ejercer presión. Si en algún momento su pera se humedece con el líquido a dispensar, dejará de funcionar pues no se podrá ejercer vacío. Para proceder, es necesario secar antes bien la pera.

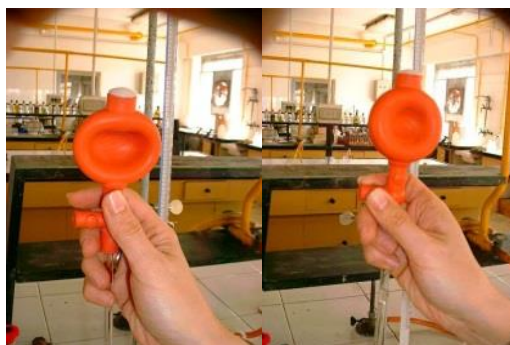


Figura 2. Uso de la propipeta de 3 vías

La pipeta se debe llenar hasta un poco más arriba del inicio de la graduación de la escala y luego poco a poco se ajusta, frente a los ojos y en posición vertical, al punto exacto de graduación de la escala (generalmente 0). Recuerde que para líquidos transparentes, el fondo del menisco del líquido se ajusta a la graduación, mientras que para líquidos no transparentes, los extremos del menisco se ajustan a la graduación de la escala. Una vez ajustado el volumen, la pipeta conteniendo el líquido a dispensar es transferida al recipiente donde se depositará el líquido. En este momento se presiona la pera suavemente en el punto que permitirá la salida del líquido, manteniendo la pipeta en posición vertical y con la punta de la misma descansando en el recipiente. Una vez dispensado el volumen, se retira la pera y la pipeta se descarta cuidadosamente, con la punta hacia abajo en el recipiente para descartar pipetas.