

## DETERMINACIÓN DEL PORCENTAJE DE $\text{CaCO}_3$ POR RETROTITULACIÓN

### 1. Objetivos

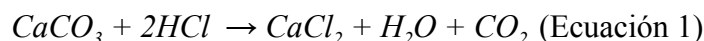
- Familiarizarse con la titulación y la retrotitulación como procedimientos químicos básicos.
- Conocer el funcionamiento de un indicador y aprender a identificar cuál es el adecuado en una valoración volumétrica.
- Adquirir las destrezas necesarias para realizar correctamente una titulación.

### 2. Aspectos generales

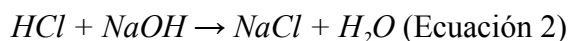
La mayoría de los carbonatos son insolubles en agua con excepción de los carbonatos de los elementos del primer grupo de la tabla periódica y los carbonatos de amonio. Este comportamiento hace que por lo general la determinación de carbonatos se realice por métodos indirectos.

En esta práctica de laboratorio se determinará la concentración de Carbonato de Calcio ( $\text{CaCO}_3$ ) en una muestra. Para esto se disuelve el carbonato en HCl de concentración conocida asegurando que este último sea el reactivo en exceso. Luego, el exceso de HCl (el que no reaccionó con el  $\text{CaCO}_3$ ) se cuantifica con una solución de NaOH de concentración conocida mediante una titulación ácido base.

Las ecuaciones químicas involucradas en este procedimiento son:



y



A este tipo de procedimiento, en el que se titula un reactivo un exceso, se le conoce como titulación por retroceso o retro-titulación.

Los puntos finales de las reacciones están relacionados con cambios fisicoquímicos fuertes,



como, por ejemplo, en el pH, el voltaje o el color; por lo cual estas propiedades pueden monitorearse para determinar el punto final de una reacción. En el caso de los indicadores ácido-base estos muestran el punto final con un cambio de color, el cual está relacionado con un pequeñísimo exceso de titulante una vez alcanzado el punto de equivalencia y con la naturaleza del indicador. Este pequeño exceso de titulante define lo que se conoce como error volumétrico, el cual es un error inherente a todas las titulaciones y esa también es la razón por la cual no es lo mismo punto final que punto de equivalencia. El primero está relacionado con el resultado experimental mientras el segundo se define a partir de cálculos estequiométricos (teóricos) empleando la reacción entre titulante y analito (sustancia analizada).

### **3. Materiales y Reactivos**

- Bureta de 25 mL (1)
- Erlenmeyer de 100 mL (3)
- Vaso de precipitados de 100 mL (2)
- probeta de 50 mL (1)
- Pipeta aforada de 5 mL (1)
- Espátula (1)
- Frasco lavador (1)
  
- HCl 0.1 M
- NaOH 0.1 M
- Naranja de metilo

### **4. Parte experimental**

- Pese sobre un vidrio de reloj (o en un vaso pequeño) alrededor de 0.1 g de muestra problema en una balanza que posea una incertidumbre de al menos  $\pm 0.01\text{g}$ .
- Transfiera cuidadosamente la muestra a un erlenmeyer, ayúdese de un frasco lavador con agua destilada.
- Agregue una alícuota de 5.0 mL de HCl 0.1M, verifique que la muestra esté disuelta



y agregue otra alícuota de 5.0 mL de HCl 0.1 M.

- Adicione aproximadamente 10 mL de agua destilada al erlenmeyer.
- Agregue a la solución 2 gotas del indicador naranja de metilo. La solución debe tomar una coloración rojiza.
- Llene la bureta con NaOH 0.10 M. Recuerde lavar y purgar la bureta previamente.
- Titule la solución en el erlenmeyer con el NaOH hasta que desaparezca la tonalidad rojiza (para verificar el viraje puede hacerse una comparación con un blanco).
- Registre el volumen total de NaOH adicionado.
- Realice un duplicado del experimento completo.

## 5. Cálculos

- Con el volumen de NaOH gastado en la titulación calcule las moles de HCl en exceso (utilice la ecuación 2).
- Con las moles iniciales y en exceso de HCl, calcule las moles de HCl que reaccionan con el  $\text{CaCO}_3$ .
- Calcule los gramos de  $\text{CaCO}_3$  presentes en la muestra pesada (utilice la ecuación 1).
- Calcule el porcentaje de  $\text{CaCO}_3$  en la muestra problema.
- Reúna los resultados del porcentaje de  $\text{CaCO}_3$  de al menos cuatro grupos.
- Determine el porcentaje promedio de  $\text{CaCO}_3$  y la desviación estándar con todos los datos.

## 6. Discusión

- 6.1. ¿Cuál es el porcentaje de  $\text{CaCO}_3$  en la muestra problema (valor promedio)? indique si realizó o no la respectiva estandarización de NaOH y HCl mediante un patrón primario y por qué es importante realizar la estandarización.
- 6.2. ¿Por qué es importante realizar un blanco de reactivos? y ¿cómo lo preparo o lo prepararía?
- 6.3. Análise los resultados obtenidos para el porcentaje de la muestra de  $\text{CaCO}_3$  en

términos de precisión, exactitud y error de titulación.

6.4. Determine las fuentes de error que contribuyeron a la incertidumbre en la determinación del porcentaje de  $\text{CaCO}_3$ .

## 7. Cuestionario adicional (Debe ser contestado con anterioridad a la práctica)

7.1. ¿De manera muy concreta, cuál es el funcionamiento de un indicador ácido base?

7.2. ¿Cuál es el rango de viraje del indicador utilizado?

7.3. ¿Cuál es el pH en el punto de equivalencia cuando se titula HCl con NaOH?

7.4. ¿Por qué se utiliza este método (indirecto) para determinar  $\text{CaCO}_3$ ?

7.5. ¿Cuál es la diferencia entre el punto final y el punto de equivalencia de una titulación?

## 8. Ecuaciones de trabajo

*moles totales de HCl*

*= volumen en litros de HCl tomados inicialmente \* molaridad del HCl*

*moles en exceso de HCl*

*= volumen en litros gastados de NaOH \* molaridad de NaOH*

$$* \frac{1 \text{ mol HCl}}{1 \text{ mol NaOH}}$$

*moles de HCl que reaccionan con  $\text{CaCO}_3$  = Moles totales de HCl – moles en exceso HCl*

$$\text{moles de } \text{CaCO}_3 = \text{moles de HCl que reaccionaron con } \text{CaCO}_3 * \frac{1 \text{ mol } \text{CaCO}_3}{2 \text{ moles HCl}}$$

$$\% \text{CaCO}_3 = \frac{g \text{CaCO}_3}{g \text{ muestra problema pesada}} * 100$$

 <b>Universidad de los Andes</b>	<p style="text-align: center;">DEPARTAMENTO DE QUÍMICA PRÁCTICAS DE LABORATORIO DE QUÍMICA-QUIM 1104</p>
---	--

## Práctica: Determinación del porcentaje de $\text{CaCO}_3$ por retrotitulación

Fecha:

Sección:

Vbo profesor

Vbo profesor

Integrantes:

Nombre

Código

Nombre

Código

Resultados

### 4. Parte experimental

Experimento	m muestra (g)	Moles de HCl iniciales	V(NaOH) (mL)	Moles de HCl en exceso
1				
2				

Experimento	Moles de $\text{CaCO}_3$ presentes en la muestra	masa de $\text{CaCO}_3$ en la muestra (g)	Porcentaje de $\text{CaCO}_3$ en la muestra
1			
2			
Promedio			

### Resultados de los grupos

Grupo	1	2	3	4	5	Promedio Porcentaje de $\text{CaCO}_3$ en la muestra	$\sigma$
Porcentaje de $\text{CaCO}_3$ en la muestra							

## 6. Discusión

6.1. \_\_\_\_\_  
 \_\_\_\_\_  
 \_\_\_\_\_  
 \_\_\_\_\_  
 \_\_\_\_\_  
 \_\_\_\_\_

6.2. \_\_\_\_\_  
 \_\_\_\_\_  
 \_\_\_\_\_  
 \_\_\_\_\_  
 \_\_\_\_\_  
 \_\_\_\_\_

6.3. \_\_\_\_\_  
 \_\_\_\_\_  
 \_\_\_\_\_  
 \_\_\_\_\_  
 \_\_\_\_\_  
 \_\_\_\_\_

6.4. \_\_\_\_\_  
 \_\_\_\_\_  
 \_\_\_\_\_  
 \_\_\_\_\_  
 \_\_\_\_\_  
 \_\_\_\_\_

## 7. Cuestionario adicional

7.1. \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

7.2. \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

7.3. \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

7.4. \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

7.5. \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_