

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	1 de 78

MANUAL DE LA ASIGNATURA LABORATORIO DE ANÁLISIS QUÍMICO CUANTITATIVO

**Yaneth Cardona Rodríguez
Qca., M.Sc**

**Amanda Lucia Chaparro García
Qca., M.Sc., Ph.D.**

**UNIVERSIDAD DE PAMPLONA
FACULTAD DE CIENCIAS BÁSICAS
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA
PAMPLONA, NORTE DE SANTANDER.
COLOMBIA
2018**

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	2 de 78

CONTENIDO

Laboratorio 1. Presentación del Laboratorio de Análisis Químico Cuantitativo	3
I. Instrucciones generales	3
II. Instrucciones sobre operaciones en el laboratorio.....	4
<i>Contaminación de reactivos</i>	4
<i>Transferencia de sólidos</i>	4
<i>Transferencia de líquidos</i>	5
<i>Medida de volúmenes</i>	5
III. Guía para llevar el cuaderno de laboratorio	7
IV. Informe de laboratorio.....	8
Laboratorio 2. Estimación de errores usando la balanza analítica y la balanza de tres brazos.....	12
Laboratorio 3. Calibración del material volumétrico, uso y transferencia de líquidos	18
Laboratorio 4. Preparación de soluciones, patrones Acido-Base y determinación de la concentración de una solución	26
Laboratorio 5. Uso del pH-metro, titulación potenciométrica y soluciones buffer.....	34
Laboratorio 6. Evaluación del porcentaje de acidez de vinagre comercial.....	39
Laboratorio 7. Evaluación de antiácidos comerciales	42
Laboratorio 8. Determinación de cloruro en aguas mediante el método de Mohr	46
Laboratorio 9. Determinación de calcio en un suplemento	54
Laboratorio 10. Método analítico para la determinación de humedad	58
Laboratorio 11. Método analítico para la determinación de cenizas.....	61
Laboratorio 12. Determinación gravimétrica de SiO ₂ en un Cemento.....	64
ANEXOS	68
Anexo A. Normas de seguridad en el laboratorio de química.	68
Anexo B. Presentación de referencias bibliográficas.....	72
Anexo C. Factores de conversión	74
Anexo D. Propiedades fisicoquímicas de sustancias comunes.	76
Anexo E. Bibliografía de interés.....	77

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	3 de 78

1. TITULO

Laboratorio 1. Presentación del Laboratorio de Análisis Químico Cuantitativo

2. OBJETIVO

- ❖ El objetivo de este laboratorio es dar al estudiante las instrucciones generales tanto de seguridad como de entrega de informes y evaluación del correspondiente curso.

3. MARCO TEÓRICO

I. Instrucciones generales

Tenga en cuenta las siguientes instrucciones generales.

- 1º. Se debe conocer la ubicación de los elementos de seguridad en el lugar de trabajo: extintores, salidas de emergencia, lavaojos, gabinete para contener derrames y línea de desechos, etc.
- 2º. No se permite comer, beber, fumar o maquillarse dentro del laboratorio, ni se deben guardar alimentos.
- 3º. Se debe utilizar una vestimenta apropiada para realizar trabajos de laboratorio y **cabello recogido** (bata preferentemente de algodón y de mangas largas, **zapatos cerrados, evitando el uso de accesorios colgantes**).
- 4º. Para asistir al laboratorio cada alumno deberá llevar **gafas de seguridad, guantes de nitrilo, bata de laboratorio manga larga, un paño para la limpieza de su mesa de trabajo, gotero, cinta de enmascarar, marcador borrable y marcador permanente, además de jabón y cuaderno de trabajo**.
- 5º. Todos los alumnos deberán conocer el nombre de los utensilios de trabajo que van a manejar.
- 6º. Antes de entrar en el laboratorio, cada alumno deberá haber estudiado cuidadosamente la práctica que va a realizar y las instrucciones correspondientes, **por ello deberá presentar un pre-informe de laboratorio para poder ingresar a dicho recinto**. Cualquier duda deberá resolverla antes de empezar el trabajo.
- 7º. Durante la realización de la práctica deberá anotar en su cuaderno todas las observaciones que realice y los cálculos que desarrolle. Agilizar la capacidad de observación es uno de los primeros objetivos del curso práctico.
- 8º. Los residuos inservibles y los productos sólidos de deshecho no deben abandonarse sobre la mesa ni arrojarse al suelo o a la pila de desagüe sino únicamente a la basura o a los recipientes habilitados para ello. Los productos líquidos de deshecho, se depositarán en los recipientes destinados a tal efecto. Si por descuido se vierte cualquier sustancia sobre la mesa, debe ser inmediatamente recogida. La mesa de trabajo debe estar siempre limpia y ordenada. Al final de cada sesión todo el material debe ser adecuadamente recogido. El material de vidrio que se rompa, se entregará al ayudante de laboratorio que procederá a su reposición. Los

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	4 de 78

fragmentos de vidrio roto no se tirarán a la basura normal sino que se depositarán en los recipientes especiales para vidrio.

- 9º. Para verter sustancias en la pila de desagüe ha de tomarse la precaución de abrir la llave previamente para diluirlas, especialmente si se trata de ácidos o bases fuertes. Cuando se utilice ácido, recuerde que el agua nunca se añade sobre este: *“el ácido se añade sobre el agua”*.
- 10º. Se debe trabajar en campanas de extracción de gases siempre que se utilicen sustancias que así lo requieran (volátiles, inflamables, irritantes, o con cualquier otro grado de peligrosidad). Nunca debe calentarse con el mechero un líquido que produzca vapores inflamables. Cuando se caliente un tubo de ensayo, debe cuidarse que la boca del tubo no se dirija hacia ninguna persona cercana. Nunca deben dejarse los reactivos cerca de una fuente de calor.
- 11º. Cualquier accidente, corte o quemadura que sufra algún estudiante, debe comunicarse inmediatamente al profesor. Si por descuido se ingiere cualquier reactivo debe enjuagarse rápidamente con agua abundante y consultar al profesor. **Importante: se prohíbe pipetear cualquier producto con la boca.**
- 12º. Un posible peligro de envenenamiento, frecuentemente olvidado, es la contaminación a través de la piel. Lávese las manos inmediatamente después de exponerse a un reactivo peligroso y antes de dejar el laboratorio. Es conveniente usar **guantes de nitrilo** cuando se trabaja con reactivos peligrosos. Los símbolos de peligrosidad de las sustancias se muestran en la tabla 1.
- 13º. No deben transportarse innecesariamente los reactivos de un sitio a otro del laboratorio. Si tuviese que transportarlos, tenga cuidado con las botellas que deben ser siempre transportadas cogiéndolas por el fondo, nunca por la boca.
- 14º. El lugar y el material de trabajo deben quedar limpios y ordenados.
- 15º. **Hasta que el profesor no de su autorización no se considera finalizada la práctica y por lo tanto, no se puede salir del laboratorio.**

II. Instrucciones sobre operaciones en el laboratorio.

Contaminación de reactivos

La contaminación de reactivos sólidos y líquidos puede evitarse teniendo en cuenta las siguientes normas:

1. La parte interna del cierre de los frascos de los reactivos nunca se pondrá en contacto con la mesa y otras fuentes de contaminación.
2. Un reactivo cristalino o en polvo se sacará de su frasco con una espátula limpia y seca.
3. Después de que se saca una muestra de reactivo de un frasco, no debe devolverse al frasco ninguna porción de ella.
4. Antes de sacar una muestra de reactivo del frasco se debe estar seguro que es el reactivo necesario en la experiencia.

Transferencia de sólidos

Cantidades pequeñas de un reactivo sólido granulado o en polvo se transfieren desde un frasco a un recipiente, generalmente con una espátula limpia y seca.

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	5 de 78

1. Para sacar una gran cantidad de un reactivo sólido del frasco almacén se gira éste lentamente de un lado a otro en posición inclinada.
2. Un trozo de papel limpio y blanco ayuda a extraer un reactivo sólido de un frasco almacén y echarlo en un recipiente que tiene una abertura relativamente pequeña. Si se trata de grandes cantidades se utiliza un trozo de papel enrollado en forma de cono y si son pequeñas cantidades se vierte el sólido en una estrecha de papel previamente doblada. El papel se inserta en la pequeña apertura del recipiente y el reactivo se transfiere fácilmente. Si el sólido se va a disolver, se puede recoger en un embudo previamente dispuesto y añadir el disolvente a través del embudo en fracciones sucesivas para no dejar nada de sólido en el embudo.

Transferencia de líquidos

Para evitar salpicaduras al verter un líquido de un recipiente a otro se apoya una varilla de vidrio sobre el pico del recipiente de forma que el líquido fluya por la varilla y se recoja en el otro recipiente.







Si el recipiente tiene una abertura pequeña, debe utilizarse un embudo de vidrio seco y limpio en el que caiga el líquido procedente de la varilla.

Medida de volúmenes

Son cuatro los instrumentos utilizados para la medida de volúmenes líquidos: pipetas, probetas, buretas y matraces aforados. Estos instrumentos tienen marcas grabadas en su superficie que indican volúmenes determinados. Las pipetas y las buretas se utilizan para transferir volúmenes de líquido cuya medida requiere cierta exactitud. Los matraces aforados se emplean para preparar volúmenes determinados de disoluciones de concentración conocida con una cierta exactitud. Las probetas se emplean cuando el volumen a medirse no requiere de una gran exactitud. La precisión de las medidas obtenidas con las probetas disminuye a medida que aumenta su capacidad. Para medir el volumen, el nivel del líquido se compara con las marcas de graduación señaladas sobre la pared del instrumento de medida. Dicho nivel se lee en el fondo del menisco que se forma en el líquido. Se obtienen lecturas exactas situando el ojo a la altura del menisco.

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	6 de 78

Tabla 1. Símbolos de peligrosidad más habituales

Símbolo	Tipo de sustancia
	Explosivos. Sustancias y preparados que pueden explotar bajo el efecto de una llama.
	Comburente. Sustancias y preparados que, en contacto con otros, particularmente con los inflamables, originan una reacción fuertemente exotérmica.
	<p>Extremadamente inflamables Sustancias y productos químicos cuyo punto de ignición sea inferior a 0°C, y su punto de ebullición inferior o igual a 35°C.</p> <p>Fácilmente inflamables</p> <ul style="list-style-type: none"> • 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 con un punto de ignición igual o superior a 0°C e inferior a 21°C. • Sustancias y preparados sólidos que puedan inflamarse fácilmente por la acción breve de una fuente de ignición y que continúen 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 y el aire húmedo, desprendan gases inflamables en cantidades peligrosas. <p>Inflamables Sustancias y preparados cuyo punto de ignición sea igual o superior a 21°C e inferior a 55°C.</p>
	Muy tóxicas. Sustancias y preparados que por inhalación, ingestión o penetración cutánea puedan entrañar riesgos graves, agudos o crónicos, e incluso la muerte.
	<p>Nocivas. Sustancias y preparados que por inhalación, ingestión o penetración cutánea puedan entrañar riesgos de gravedad limitada.</p> <p>Irritantes. Sustancias y preparados no corrosivos que por contacto inmediato, prolongado o repetido con la piel o mucosas pueden provocar una reacción inflamatoria.</p>
	Corrosivas. Sustancias y preparados que en contacto con los tejidos vivos puedan ejercer sobre ellos una acción destructiva.

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	7 de 78

III. Guía para llevar el cuaderno de laboratorio

El uso adecuado del cuaderno del laboratorio es una cualidad adquirida que requiere práctica. El completo cuidado de registro de eventos y observaciones puede ser aplicado en muchos campos. Las claves para un buen cuaderno de laboratorio son:

- ❖ Descripciones buenas y concisas
- ❖ Claro esquema

Las razones para mantener un cuaderno de laboratorio son muchas. Por ejemplo, repeticiones innecesarias de experimentos pueden ser evitadas teniendo un buen registro de notas. En situaciones en la industria, puede ser usado como evidencia para disputas de patentes o para verificación de evaluación de productos.

El cuaderno de laboratorio debe estar bien organizado y completo para que pueda ser una herramienta útil. El contenido debe ser completo, de tal manera que una persona con el mismo nivel del autor pueda leer el cuaderno y reproducir los experimentos.

El Cuaderno:

1. **Debe ser cocido** para evitar la pérdida de hojas.
2. **No se deben remover páginas del cuaderno o dejar páginas en blanco.** La excepción es la primera hoja donde se debe incluir la tabla de contenido cuando el trabajo sea concluido.
3. Todas las páginas deben ser numeradas consecutivamente.
4. La tabla de contenido debe aparecer en la primera hoja del cuaderno.

Adecuado registro de la información:

Técnicas experimentales, datos y observaciones deben ser registradas a medida que el trabajo es desarrollado.- Esto ayuda a evitar pérdida de información importante que puede ser olvidada.

Títulos claros y descriptivos ayudan al experimentador a organizar la información importante. Comúnmente, el cuaderno de laboratorio es escrito en primera persona para dar crédito al autor del trabajo realizado.

Tomar datos de interés de los equipos utilizados, dicha referencia debe incluirse en el cuaderno (equipo, fabricante, modelo, etc...).

Material de escritura:

Usar un lapicero de tinta permanente. **No usar lápiz.**

No se permite el uso de correctores líquidos. Si se comete algún error en el registro de información, se debe colocar una línea sobre la parte errada y colocar al lado de información correcta.

Organización de la información:

La habilidad más importante para mantener el cuaderno de notas es aprender a organizar la

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	8 de 78

información para que sea de acceso fácil y entendible.

El formato para cada experimento puede variar dependiendo de las metas planteadas.

La discusión de resultados es una parte importante del reporte. Debe ser breve y concisa de lo que fue desarrollado o aprendido.

Tablas y gráficas:

Las tablas y gráficas son importantes para organizar y presentar los datos. Cuando haga una tabla, tenga en cuenta los datos que va a registrar y deje un espacio para el cálculo de datos y comentarios. Otros puntos para recordar:

- ❖ Cada tabla o gráfica requiere de un título descriptivo. **Numere las tablas y gráficas consecutivamente.**
- ❖ Escribir las correspondientes unidades de medida en las columnas de las tablas o en los ejes de las gráficas.
- ❖ Anote la localización de cualquier dato adicional usado para el cálculo.

Discusión o evaluación de datos:

Anotar las ideas y pensamientos acerca del experimento y lo que usted percibe de los resultados obtenidos. Puede incluir sugerencias para mejorar la técnica, equipo, cantidades de materiales usado. Rescriba la meta del experimento y lo que fue encontrado. ¿Ayuda esto a apoyar la hipótesis?, ¿Cuáles futuros experimentos podrían ser realizados para apoyar o refutar lo que usted ha hecho?

IV. Informe de laboratorio.

El informe o reporte del laboratorio, es la puesta por escrito de los resultados de **SU** experimento. **Ningún tipo de plagio es permitido.** Esto puede ser:

- **Copia de datos de otra persona.**
- **Copia de texto de reportes viejos o de reportes de otros estudiantes de su clase.**
- **Copia exacta de texto de un libro, revista etc... sin escribir la respectiva referencia.**

Usted debe presentar sus propios resultados lo mejor que pueda, si usted tiene problemas con la escritura científica, está a tiempo de empezar a trabajar en ello.

El informe debe incluir una fotocopia de las secciones relevantes de su cuaderno de notas, el cual debe ser firmado por el docente al terminar la práctica, como apéndice. Estas deben ser referenciadas en su reporte, “según los resultados obtenidos se puede concluir.... (*Cuaderno de notas del laboratorio*)”

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	9 de 78

Los informes deben ser escritos: a mano, con letra legible y con lapicero de tinta negra o en computador siguiendo las pautas de un artículo científico (ver secciones). Cuando escriba el reporte de laboratorio debe considerarlo como un ejemplo del tipo de reporte que usted haría en su trabajo. Pregúntese: ¿Está tan bien preparado como para entregárselo al jefe? Tenga en mente las limitaciones de tiempo y de equipo.

Las figuras y tablas tienen que ir enumeradas en orden secuencial con el respectivo título. Las ecuaciones tienen que ser escritas en una línea separada con la respectiva referencia.

SECCIONES DEL INFORME DE LABORATORIO Y CALIFICACIÓN:

En caso de elaborar el informe en computador, deberá realizarse en letra tipo Arial tamaño 12.

TÍTULO: Debe estar centrado, en mayúscula, negrita y **debe coincidir con la práctica realizada, en caso de que no coincida, el informe NO será calificado.**

AUTORES: Integrantes del grupo de laboratorio, deben estar separados por punto y coma, centrados y en negrita. Ejemplo:

**MANTILLA SÁNCHEZ, Angie Daniela; RODRÍGUEZ ALMEYDA, Rodrigo Andrés y
VILLAMIZAR TORRES, Lilia Juliana.**

RESUMEN (0,5): Resumen de 1-5 frases (máximo 120 palabras), que expliquen que se hizo, porque se realizó, que se obtuvo y porque es importante. En una compañía este resumen es sumamente importante y crítico, hasta el punto que es la única parte que muchas personas leen. Es muy importante aprender cómo decir el punto principal en pocas frases. Los resúmenes no contienen referencias.

ABSTRACT: Resumen en inglés.

PALABRAS CLAVE(S) (0,2): 5 a 7 palabras consideradas como “claves” en la práctica realizada.

KEYWORDS: Palabras clave(s) en inglés.

INTRODUCCIÓN (0,5): Marco teórico, describe las bases teóricas del experimento, incluye todas las ecuaciones y demostraciones necesarias para entender el reporte. Generalmente la introducción contiene las referencias de los trabajos realizados previamente, que son importantes para el informe, y **todos tienen que estar citados en la bibliografía.** Lo anterior no significa que usted tenga que ser un tratado de química referente al tema, sea conciso. **La introducción debe escribirse a modo de ensayo y debe incluir MÍNIMO un artículo científico de habla inglesa.**

PARTE EXPERIMENTAL: Tiene que describir todos los materiales, reactivos y equipos con sus respectivas referencias y la forma como los utilizó de una manera tan clara que cualquier otra persona leyendo su informe pueda repetir el procedimiento sin prestarse a confusiones. Este espacio consta de dos partes:

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	10 de 78

Materiales y reactivos (0,2): Citar montajes, equipos y reactivos con sus respectivas marcas, modelos y concentraciones, nada debe ir en lista y debe evitar escribir vidriería.

Procedimiento (0,3): Relate lo realizado (pasado, tercera persona), ciñéndose al procedimiento seguido en el laboratorio, incluidas las modificaciones que se consideraron necesarias en su momento.

RESULTADOS Y ANÁLISIS (2,0): Tablas de resultados y cálculos, los cuales deben usar las ecuaciones reportadas en la introducción. En esta parte, después de presentados los resultados, **debe realizarse el análisis e interpretación de los mismos** y la simultánea discusión de los problemas que se pudieron presentar con el experimento, las posibles fuentes de error y la propagación del error si es necesario. Esta puede ser cualitativa o cuantitativa dependiendo de la medida. Esta es una parte muy importante del reporte pues es aquí donde se justifica si los resultados obtenidos son válidos o no y por lo tanto deben tenerse en cuenta o desecharse. No olvide interpretar los resultados en el contexto del tema que se está tratando e incluir la validez que usted le da a los mismos con base en la discusión hecha.

CONCLUSIONES (0,5): Como su nombre lo dice hace referencia a los aspectos más relevantes que **usted obtuvo o consiguió con la práctica de laboratorio**. Deben ser muy concisas y describir la importancia de los resultados, evite poner introducción o conjugar en pasado los objetivos.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS (0,3): Enumerar las respectivas referencias de acuerdo a su aparición en el reporte. En el reporte usar corchetes para las referencias, ejemplo: [1,4,8] o superíndices, ejemplo: ^{1,4,8}. Utilizar paréntesis para enumerar las ecuaciones (1).

ANEXOS

Respuesta a las preguntas formuladas en la guía (0,5): Responda las preguntas formuladas en la guía cuando haya lugar. En caso de que no haya preguntas en la guía; este 0,5 se tendrá como calificación del análisis de resultados, que en este caso será de 2,5.

Además anexe:

Las respectivas copias de su cuaderno de notas del laboratorio (en caso de ser necesario).

Otra información que usted considere importante para complementar el reporte.

Importancia relativa de las secciones del reporte: En un trabajo su jefe, típicamente leerá solamente el resumen y algunas veces la sección de conclusiones. Si estas secciones resultan importantes, el jefe leerá la sección de discusión. Usualmente confiarán en que usted trabajó bien la parte experimental y la sección de errores, al menos que ocurra alguna razón para dudar de los resultados. Mirando las cosas desde este punto de vista, las secciones de la parte experimental y los errores son importantes para validar sus resultados.

Calificación:

10% Resumen.

4% Palabras clave(s).

10% Introducción.

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	11 de 78

10% Parte Experimental.
 40% - 50% Resultados y análisis.
 10% Conclusiones
 6% Referencias
 0 – 10% Anexos

Los reportes de laboratorio deben ser entregados una semana después de que se realizó la parte experimental, antes de iniciar la práctica siguiente. **NO SE ACEPTAN REPORTES FUERA DE LA FECHA LÍMITE.** Si desea más información sobre cómo presentar el informe de laboratorio, se recomienda leer el artículo "Algunas claves para escribir correctamente un artículo científico" de Villagran y Harris.

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

No aplica

5. REACTIVOS

No aplica

6. PROCEDIMIENTO

Discusión de procedimiento que se seguirá para trabajar en el laboratorio y aclaración de dudas a los estudiantes.

7. NIVEL DE RIESGO

Ninguno

8. BIBLIOGRAFÍA

- S. Bawn, W. Bowen: "Laboratory Exercises in Organic and Biological Chemistry" 2º Edición. Mac Millan Publishers, New York 1981.
- A. Pomilio, A. Vitale "Métodos Experimentales de Laboratorio en Química Orgánica." O.E.A. 1988

9. ANEXOS

No aplica

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	12 de 78

1. TITULO

Laboratorio 2. Estimación de errores usando la balanza analítica y la balanza de tres brazos

2. OBJETIVO

- Introducir al estudiante en el manejo de las herramientas básicas que utilizan los químicos analíticos en sus medidas, como lo es el uso de las balanzas analíticas.
- Instruir al estudiante en el manejo y calibración de la balanza analítica electrónica.

3. MARCO TEÓRICO

La balanza analítica es uno de los instrumentos de medida más usados en laboratorio y del cual dependen básicamente todos los resultados analíticos.

Las balanzas analíticas modernas, que pueden ofrecer valores de precisión de lectura de 0,1 µg a 0,1 mg, están bastante desarrolladas de manera que no es necesaria la utilización de cuartos especiales para la medida del peso; aun así, el simple empleo de circuitos electrónicos no elimina las interacciones del sistema con el ambiente. De estos, los efectos físicos son los más importantes porque no pueden ser suprimidos.

Localización de la balanza: La precisión y la confianza de las medidas del peso están directamente relacionadas a la localización de la balanza analítica. Los principales puntos que deben de ser considerados para su correcta posición son:

Características de la sala de medida

- Tener solo una entrada.
- Tener el mínimo número de ventanas posible, para evitar la luz directa del sol y corrientes de aire.
- Ser poco susceptible a choques y vibraciones

Las condiciones de la mesa para la balanza

- Quedar firmemente apoyada en el suelo o fija en la pared, de forma que transmita el mínimo de vibraciones posibles.
- Ser rígida, no pudiendo ceder o inclinarse durante las operaciones de medida. Se puede utilizar una de laboratorio bien estable o una de piedra.
- Localizarse en los sitios más rígidos de la construcción, generalmente en los rincones de la sala.
- Ser antimagnética (no contener metales o acero) y protegida de cargas electrostáticas (no contener plásticos o vidrios).

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	13 de 78

Las condiciones ambientales:

- Mantener la temperatura de la sala constante.
- Mantener la humedad entre 45% y 60% (debe ser monitoreada siempre que sea posible).
- No permitir la incidencia de luz solar directa.
- No hacer las medidas cerca de irradiadores de calor.
- Instalar las luminarias lejos de la bancada, para evitar problemas por radiación térmica. El uso de lámparas fluorescentes es menos problemático.
- Evitar la medida cerca de aparatos que utilicen ventiladores (ej: aire acondicionado, ordenadores, etc.) o incluso cerca de la puerta.

Cuidados Operacionales

Cuidados básicos

- Verificar siempre la nivelación de la balanza.
- Dejar siempre la balanza conectada a la toma y prendida para mantener el equilibrio térmico de los circuitos electrónicos.
- Dejar siempre la balanza en el modo "stand by", evitando la necesidad de nuevo tiempo de calentamiento ("warm up").

El frasco de medida

- Usar siempre el menor frasco de medida posible.
- No usar frascos plásticos cuando la humedad esté abajo del 30-40%.
- La temperatura del frasco de medida y su contenido deben estar a la misma temperatura del ambiente de la cámara de medida.
- Nunca tocar los frascos directamente con los dedos al ponerlos o sacarlos de la cámara de medida.

El plato de medida

- Poner el frasco siempre en el centro del plato de medida.
- Remover el frasco del plato de medida luego que termine la operación de medida del peso.

La lectura

- Verificar si el mostrador indica exactamente cero al empezar la operación. Tare la balanza, si es necesario.

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	14 de 78

- Leer el resultado de la operación luego que el detector automático de estabilidad desaparezca del mostrador.

Calibración

- Calibrar la balanza regularmente, aún más cuando está siendo operada por primera vez, si fue cambiada de sitio, después de cualquier nivelación y después de grandes variaciones de temperatura o de presión atmosférica.

Mantenimiento

- Mantener siempre la cámara de medida y el plato limpios.
- Usar apenas frascos de medida limpios y secos.

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

Balanza Analítica

Vidrio de reloj

* **Debe ser proporcionado por los estudiantes.**

5. REACTIVOS

* Monedas (ver características en el procedimiento)

* Guantes de nitrilo

* **Debe ser proporcionado por los estudiantes.**

6. PROCEDIMIENTO

BALANZA ANALITICA

Una balanza analítica se emplea para la medición de masas en el rango de los 0.0001 g. Úsela en los casos en que se requiera de una alta exactitud y precisión.

1. Usando una Balanza Analítica

Encienda la balanza presionando la barra de control. El rectángulo de visualización se mantiene encendido varios segundos, y luego se establece a 0,0000 g.

Coloque papel de filtro para pesar pequeñas masas en el platillo de la balanza.

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	15 de 78

Cierre las puertas de cristal deslizándolas suavemente. Espere el punto verde a la izquierda para salir. Ésta es la luz del indicador de estabilidad e indica que el peso es estable.

Presione la barra del control para dejar fuera el peso del envase o del papel. El rectángulo de visualización mostrará otra vez 0,0000 g.

Agregue **CUIDADOSAMENTE** la sustancia que se pesará hasta la masa deseada. No procure alcanzar una masa determinada exactamente.

Antes de registrar la masa cierre las puertas de cristal y espere hasta que la luz del detector de la estabilidad aparezca.

No tome recipientes del platillo con sus manos desnudas pues sus huellas digitales agregan masa. Use pinzas para prevenir esto.

No se apoye en el banco mientras pesa.

Anote la masa de su recipiente, si lo requerirá para más adelante.

Verifique si el indicador de estabilidad parpadea antes de pesar. Los dos pies de equilibrio traseros sirven como tornillos de estabilidad.

2. Limpieza

Use el cepillo para limpiar los derramamientos en la cámara de pesar.

3. Pesada directa

- ✓ Realice medidas del peso de seis monedas (misma denominación). Tabule en forma adecuada los datos, observe y realice el análisis correspondiente.
- ✓ Realice el mismo procedimiento utilizando una balanza de tres brazos.

4. Pesada indirecta

- ✓ Realice la medida del peso de seis monedas (misma denominación), de la siguiente forma: coloque las seis monedas en el platillo de la balanza y tome nota del peso total, en seguida, quite una moneda y tome nota del nuevo peso, repita el procedimiento quitando una moneda cada vez. Por diferencia

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	16 de 78

calcule el peso de las monedas individuales. Tabule en forma adecuada los datos, observe y realice el análisis correspondiente.

- ✓ Realice el mismo procedimiento utilizando una balanza de tres brazos.

Como precisión se reportará la desviación estándar de las medidas y siempre debe utilizar ese valor para los cálculos en las prácticas posteriores.

Apreciación y precisión de la balanza:

Apreciación y precisión son términos diferentes. La apreciación tiene que ver con la cantidad mínima que puede estimar un instrumento, mientras que la precisión con la reproducibilidad de la misma. En algunos casos la apreciación y la precisión pueden ser iguales, en todo caso la precisión nunca puede ser menor que la apreciación de un instrumento.

La apreciación de la balanza analítica de 0.0001g, posee una precisión ligeramente mayor (mientras mayor es el valor absoluto de la precisión, es más imprecisa).

Para saber la precisión de una determinada balanza, se debe pesar un mismo objeto repetidas veces y calcular la desviación estándar de la misma.

Por ejemplo, para saber la precisión de la balanza cuando se está pesando 0.1 g, se debería tomar un objeto de aproximadamente ese peso (no higroscópico), y pesarlo al menos diez veces. Se calcula la desviación estándar y se reporta como este valor de precisión.

Una balanza en buenas condiciones, presenta un valor de la desviación estándar de aproximadamente de 0.0001 a 0.0002 g, en todo caso va a depender mucho del estado de la balanza y debe ser determinado para cada caso.

Por otra parte la precisión de la balanza puede variar con el peso, de allí la importancia de medir la precisión a diferentes pesos.

5. Precisión y exactitud

- ✓ Tome dos (2) monedas de 100 pesos colombianos (nueva y antigua familia de monedas) y dos (2) monedas de 200 pesos colombianos (nueva y antigua familia de monedas).

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	17 de 78

- ✓ Pese diez (10) veces en la balanza analítica cada una de las 4 monedas.
- ✓ Realice el mismo procedimiento utilizando una balanza de tres brazos.

TABLA DE DATOS.

Diseñe una tabla adecuada para la toma de los datos del laboratorio, la cual debe estar en el cuaderno de laboratorio antes de iniciar la práctica.

7. NIVEL DE RIESGO

No aplica

8. BIBLIOGRAFÍA

- Arenas, J. G. Química Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo cuantitativa. Bucaramanga: ediciones UIS.
- Chang, Raymond y College, Williams. Química. (7^a ed.). Bogata: McGraw-Hill, 2002. 1001p.
- Holler, F.J.; Skoog, D.A. y West, D.M. Química Analítica. (6^a ed.), McGraw-Hill, 1995
- Ellis, D.W.; L.F. Hamilton y S.G. Simpson. Cálculos de Química Analítica. (6^a ed.), McGraw-Hill, 1989.

9. ANEXOS

Incluir en el reporte:

- ¿Qué es y para qué sirve una balanza analítica?
- ¿Cuáles son los errores más comunes (por lo menos describe 4) en los que puede incurrir el operador al pesar?
- ¿Qué requisitos se deben tener al entrar a trabajar en el cubículo de las balanzas analíticas?
- Busque un artículo científico de habla inglesa (diferente al referenciado en la introducción) relacionado con el tema de esta práctica y hable sobre lo que se llevó a cabo en el mismo.

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	18 de 78

1. TITULO

Laboratorio 3. Calibración del material volumétrico, uso y transferencia de líquidos

2. OBJETIVO

- Calibrar el material volumétrico.
- Mejorar la técnica para la manipulación del material volumétrico.
- Acondicionar material de laboratorio para su eficaz utilización en la preparación de soluciones.
- Aplicar criterios de exactitud y precisión en escogencia de material de vidrio
- Diferenciar la exactitud en la medición de los instrumentos de laboratorio destinados a contener de los destinados a medir.

3. MARCO TEÓRICO

El análisis cuantitativo clásico se lleva a cabo partiendo de dos mediciones básicas: la masa y el volumen. De allí que análisis exactos exijan siempre dispositivos de medición altamente confiables.

Tanto los equipos de pesada como el material volumétrico se ofrece en diferentes calidades, por otra parte estos equipos son degradados por el uso y la incorrecta manipulación; por lo tanto, es indispensable conocer la condición del mismo, lo que quiere que tanto balanzas como pipetas aforadas, buretas, matraces (balones) entre otros, deban ser periódicamente chequeados.

Una característica importante de los buenos analistas es su habilidad para obtener los mejores resultados posibles con sus instrumentos. Con este propósito, es recomendable que el estudiante calibre su propio material volumétrico (buretas, pipetas, matraces, etc.) a fin de medir exactamente los volúmenes vertidos o contenidos.

A medida que la Química ha evolucionado, los químicos han desarrollado instrumentos y técnicas para las operaciones básicas en el laboratorio. En esta práctica se dan a conocer algunas en detalle. Los materiales de uso común para el manejo de reactivos en un laboratorio de química pueden clasificarse de la siguiente manera:

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	19 de 78

Material de Alta Precisión y Exactitud

Es el material que nos permite realizar medidas de volúmenes que requieren de una precisión y exactitud alta, tales como, tomar una alícuota, diluir a un volumen determinado, determinar el punto final en una valoración, Relaciona la operación con cada uno de los instrumentos mencionados en el diagrama.

Material de Baja Precisión y Exactitud

Es el material que nos permite realizar medidas de volúmenes cuando no es necesaria una gran exactitud o precisión de la medida, como análisis cualitativos, volúmenes mínimos para disolver un sólido, etc.

Usos no Cuantitativos

En usos no cuantitativos se incluyen aquellos materiales que nos permiten almacenar reactivos o muestras, realizar evaporaciones, digestión de precipitados, calentar líquidos, etc.

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

1 Balanza Analítica	1 Pipeta graduada de 10mL
1 Termómetro	1 Pipeta graduada de 5mL
2 Buretas (25mL y 50mL)	1 Erlenmeyer de 50mL
1 Probeta 25mL	1 Pipeteador
1 Balón aforado de 25mL	*1 gotero
1 Soporte con pinza	*Toallas de papel
1 picnómetro	*Guantes desechables

* Debe ser proporcionado por los estudiantes.

5. REACTIVOS

Agua destilada

6. PROCEDIMIENTO

ACONDICIONAMIENTO DEL MATERIAL DE LABORATORIO

Limpieza del Material de Vidrio

La limpieza perfecta del material de vidrio que se va a utilizar en los Laboratorios reviste una gran importancia. Antes de usar cualquier material de laboratorio, asegúrese que está limpio. Generalmente, este material se limpia con una solución

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	20 de 78

de un buen detergente seguido del enjuague con agua de chorro y luego con agua destilada. A fin de facilitar la limpieza de estos equipos, generalmente los laboratorios están dotados de cepillos de diferentes tamaños, adecuados a las exigencias de los mismos. Si quedan gotas adheridas a las paredes del material, es indicio de que no está completamente limpio por lo que es recomendable el uso de mezcla sulfocrómica o potasa alcohólica seguido de agua de un enjuague con agua de chorro y por último agua destilada.

Cuando el experimento lo requiera, es aconsejable secar el material, pero sin contaminarlo. A tal efecto se recomienda el dejar escurrir bien, o secarlo en la estufa o mediante el uso de aire comprimido libre de grasa.

"Curado" de la Pipeta

El "curado" de un material de vidrio se realiza siempre que se quiera asegurar que no varíe la concentración de la solución dentro de dicho material, con el "curado" se busca "sustituir" el resto de agua destilada por la solución a utilizar.

Para el caso de la pipeta, ésta se introduce (a profundidad suficiente) por su extremo inferior, terminado en punta, en el recipiente que contiene el líquido que se va a medir. Luego se aspira lentamente con la pro pipeta, de manera de introducir líquido suficiente para llenar el bulbo aproximadamente hasta un tercio de su capacidad. Manteniéndola casi horizontal, se gira la pipeta cuidadosamente hasta que el líquido cubra toda la superficie interior, luego se deja salir el líquido y se repite la operación 2 ó 3 veces más.

"Curado" de la Bureta"

Asegúrese que la llave de la bureta esté cerrada, añada de 5 a 10 ml de la solución con la que va a titular y manteniéndola casi horizontal se gira cuidadosamente para cubrir toda la superficie interior. Descarte el líquido y repita este procedimiento 2 ó 3 veces más.

OPERACIONES QUE SE PUEDEN REALIZAR CON EL MATERIAL DE LABORATORIO

Transferencia Cuantitativa:

La Transferencia cuantitativa significa que **TODO** material o sustancia es transferido de un lugar a otro de forma íntegra. Por ejemplo, cada partícula de sólido que debe ser transferida desde el papel de pesado hacia un beaker limpio. Cuando se transfieren líquidos desde un frasco que contiene un reactivo, la tapa del frasco debe mantenerse en la mano, la etiqueta del frasco debe quedar cubierta con la palma de la mano, de tal forma que no haya oportunidad de dañarla si el líquido se derrama fuera de la botella. Cuando vierta algún reactivo, hágalo lentamente

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	21 de 78

evitando así salpicaduras peligrosas.

A tal efecto, es conveniente dirigir el flujo con una varilla de vidrio limpia hacia el interior del recipiente

Medida de una Alícuota:

Se aspira, utilizando una pera de succión, el líquido hasta que el volumen esté 1 ó 2 centímetros por encima de la señal de enrase (aforo) de la **PIPETA VOLUMÉTRICA**.

Debe tener cuidado de no succionar muy fuerte pues el líquido puede llegar a la pera de succión. Se seca la punta de la misma con la ayuda de un papel de filtro y manteniendo apoyado el extremo inferior en la pared del recipiente que contiene la solución de partida, se deja bajar el menisco del líquido hasta alcanzar la señal de enrase o aforo. Luego de conseguir el enrase en la pipeta, se procede al vaciado de la solución contenida en ella al recipiente, manteniendo el extremo inferior de la pipeta apoyado contra la pared del mismo, esto facilita el drenaje de la solución. Esta operación facilita el drenaje de la solución contenida en la pipeta hacia el recipiente.

Dependiendo de la finalidad para la cual se toma la alícuota, el recipiente puede ser un balón aforado (dilución de soluciones) o un erlenmeyer (titulación).

Llenado de la Bureta:

Llene la bureta, de tal forma que el menisco esté por encima del enrase (0 ml). Se abre la llave para llenar el pico de la bureta de forma tal que no queden burbujas de aire en la punta y el nivel del líquido se coloca en 0 ml, siempre teniendo cuidado de ubicarse enfrente del instrumento de medida, a la altura del enrase para evitar el error de paralaje.

Transferencia cuantitativa de un Sólido:

Esto debe ser hecho cuidadosamente dejando pasar el sólido por un doblez previamente realizado al papel de pesado hasta añadir completamente el sólido en el beaker. Removiendo suavemente el papel con una espátula podrá lograr que todas las partículas pasen al beaker. Finalmente, el papel debe ser enjuagado dentro del beaker, para remover todas las trazas del sólido.

Transfiriendo una Solución o Mezcla:

Si usted está transfiriendo una solución o mezcla heterogénea hacia otra vasija, enjuague el contenedor con solvente para asegurarse de que la transferencia es

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	22 de 78

cuantitativa. Los enjuagues deben ser transferidos a la segunda vasija junto con el resto de la solución o mezcla.

Tenga en cuenta la siguiente información:

- Calibración de la bureta:

1. Se llena la bureta con agua destilada y se expulsa cualquier burbuja de aire retenida en la punta. Obsérvese que la bureta se vacíe sin dejar gotas adheridas a la pared. Si este es el caso, se limpia la bureta con agua y jabón o se le deja sumergida con una solución limpiadora a base de ácido sulfúrico - peroxidisulfato. Se ajusta el nivel del menisco en 0.00mL o un poco abajo, y se toca la pared interna de un vaso de precipitados con la punta de la bureta para eliminar la gota de agua suspendida. Se deja la bureta en reposo durante 5 min mientras se pesa un erlenmeyer de 125mL provisto de un tapón. (no debe tocarse el erlenmeyer con los dedos, a fin de no modificar su masa con residuos de las huellas dactilares.) si el nivel del líquido en la bureta ha cambiado, se aprieta y se repite el procedimiento.
2. Se vierten aproximadamente 10mL de agua (a un gasto menor de 20mL/min) en el matraz previamente pesado y se tapa este para evitar la evaporación. Se deja durante 30s que la película de líquido adherida a la pared escurra antes de efectuar la lectura de la bureta. Todas las lecturas se estiman hasta el centésimo de mL más cercano. Se pesa de nuevo el matraz y se determina la masa de agua transferida.
3. Ahora se extraen de la bureta 10 a 20mL, y se mide la masa de agua desalojada. Se repite el procedimiento para 30, 40 y 50mL. Después de terminar, se repite el procedimiento completo (10, 20, 30, 40 y 50mL). No olvidar tomar la temperatura del agua.
4. Utilizar las tablas de densidad del agua a diferentes temperaturas para convertir la masa de agua en volumen vertido. Se repite cualquier juego de valores de correcciones de bureta cuya concordancia no sea menor que 0.04mL. Se hace una gráfica de calibración, donde se indique el factor de corrección para cada intervalo de 10mL.

- Otras calibraciones

- Las pipetas pueden calibrarse pesando el agua que vierten.
- Un balón aforado puede calibrarse pesándolo primero vacío y luego pesándolo de nuevo lleno hasta la marca con agua destilada. Cada procedimiento debe realizarse por lo menos 2 veces. Compare sus

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	23 de 78

resultados con las tolerancias.

1. CALIBRACIÓN DE LA BURETA

- Calibre la bureta de 50mL utilizando el procedimiento expuesto anteriormente.

2. DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD

- Mida la temperatura del agua utilizada en la práctica y con ayuda del picnómetro determine la densidad de la misma.

3. COMPARACIÓN INSTRUMENTOS DE MEDIDA

- Tome un balón aforado (10mL), una pipeta graduada (10mL), una pipeta volumétrica (10mL), una bureta (25mL), una bureta (50mL) y una probeta (25mL)
- Tome 10mL en cada uno de los instrumentos y determine la masa de dicha cantidad haciendo uso de la balanza analítica calibrada en la práctica anterior.
- Repita el procedimiento anterior tomando 25mL.

7. NIVEL DE RIESGO

No Aplica

8. BIBLIOGRAFÍA

- ❖ Principios de Análisis Instrumental, (5ª ed). D. Skoog, F.J. Holler, T.A. Nieman, McGraw-Hill/Interamericana de España, 2000.
- ❖ Análisis Instrumental, K.A. Rubinson, J.F. Rubinson. Prentice Hall, Pearson Education S.A. 2001.
- ❖ Handbook of Instrumental Techniques for Analytical Chemistry, F.A. Settle. Prentice Hall PTR, Upper Saddle River, NJ 07458.
- ❖ Instrumental Analysis, G.D. Christian, J.E. Oreilly. Allyn and Bacon Inc. 1986.

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	24 de 78

9. ANEXOS

Las normas ISO y ASTM especifican una temperatura de 20°C para la estandarización en la calibración del material volumétrico. Puesto que, por lo general la temperatura del laboratorio no es 20 C, el material de vidrio debe ser corregido cuando se utiliza a otras temperaturas (debido a errores ocasionados por la expansión del recipiente y de la disolución que está adentro). Por lo tanto la calibración a nivel de nuestros laboratorios debe ser entendida como una comparación entre el volumen actual dispensado con el volumen nominal ajustado. Para ello el material de vidrio volumétrico se calibra midiendo el peso de un líquido de densidad conocida (usualmente agua) a una temperatura determinada. Se debe hacer la corrección por el empuje del aire, dado que la densidad del agua es muy diferente a la de las pesas. La expresión usada es:

$$V = (W_2 - W_1) \left(\frac{1}{\delta_w - \delta_L} \right) \left(1 - \frac{\delta_L}{\delta_G} \right)$$

Esta expresión puede ser simplificada sustituyendo las diferentes variables por sus valores típicos: La densidad del aire es en promedio 0.0012 g/mL y varía muy poco con la presión atmosférica, la densidad de las pesas es de 8.0 g/mL (la diferencia entre acero y latón es suficientemente pequeña y puede ser despreciada). La expresión final utilizada es:

$$V = (W_2 - W_1) Z$$

Donde Z es el inverso de la densidad del agua corregido por el efecto aerostático del aire (volumen de 1 gramo de agua en mL).

En la siguiente tabla se presentan los valores de Z en función de la temperatura y su valor corregido a 20 °C.

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	25 de 78

Temperatura (oC)	Densidad del agua (g/mL)	Z (mL/g)	Z (mL/g)* 20 °C
18	0.9985866	1.0025	1.0025
19	0.9984082	1.0027	1.0027
20	0.9982071	1.0029	1.0029
21	0.9979955	1.0031	1.0031
22	0.9977735	1.0033	1.0033
23	0.9975415	1.0035	1.0035
24	0.9972995	1.0038	1.0038
25	0.9970479	1.0040	1.0040
26	0.9967867	1.0043	1.0042

Tabla 1.- Factor z en función de la temperatura. Donde Z es el inverso de la densidad del agua, corregido para considerar el empuje aerostático, empleando una densidad del aire de 0.0012 g/mL y una densidad de las pesas de 8.000 g/mL. Corregido para una considerar la dilatación del vidrio borosilicato (0.001% por grado Celsius).

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	26 de 78

1. TITULO

Laboratorio 4. Preparación de soluciones, patrones Acido-Base y determinación de la concentración de una solución

2. OBJETIVO

- Preparar soluciones en diferentes unidades y escalas de concentración.
- Verificar el aprendizaje de las técnicas de preparación de soluciones, mediante el resultado obtenido en una reacción de oscilación.
- Analizar las implicaciones de trabajar con instrumentos de laboratorio no acondicionados.
- Diferenciar la exactitud en la medición de los instrumentos de laboratorio destinados a contener de los destinados a medir.
- Observar de la influencia, de introducir variaciones en las condiciones experimentales, para la reacción de oscilación
- Estudiar las diferentes unidades de concentración.

3. MARCO TEÓRICO

I. Soluciones.

Las soluciones o disoluciones son mezclas homogéneas, cuya composición y propiedades son uniformes. Están formadas por un solvente que es el componente que se presenta en mayor proporción y los solutos que se encuentran en menor proporción. Las soluciones pueden existir en el estado líquido, sólido o gaseoso. Estas pueden ser:

Diluidas: contiene menor cantidad de soluto que la es capaz de disolver un disolvente en particular.

Saturadas: contiene la máxima cantidad de soluto que el solvente puede disolver.

Sobresaturadas: contiene mayor cantidad de soluto que el que puede haber en una **solución saturada:** Las soluciones sobresaturadas no son muy estables. Con el tiempo, una parte del soluto se separa de la solución en forma de cristales.

II. Preparación de soluciones:

• Por disolución de un sólido:

Para preparar una solución acuosa de una concentración deseada a partir de un sólido o líquido puro, se pesa la masa correcta del soluto y se disuelve en el volumen deseado en un matraz volumétrico. El procedimiento se describe con el siguiente ejemplo:

Preparación de 500 mL de una solución de ion Cu^{2+} 8 mM a partir de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	27 de 78

Cálculo de la cantidad de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ requerido:

8 mM es igual a 8×10^{-3} M, entonces:

$$0,5 \text{ L } s/n \left(\frac{8 \times 10^{-3} \text{ mol Cu}^{2+}}{1 \text{ L } s/n} \right) \left(\frac{1 \text{ mol CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}{1 \text{ mol Cu}^{2+}} \right) \left(\frac{249,69 \text{ g CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}{1 \text{ mol CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} \right) = 0,999 \text{ g de CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}.$$

El procedimiento consiste en añadir unos 250 mL de agua destilada a un matraz volumétrico de 500 mL de capacidad, colocar 0,999 g de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ luego agregar más agua estilada hasta cerca de la marca de aforo del matraz y agitar hasta disolver el $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$. Después aforar con agua destilada e invertir el matraz varias veces para asegurar la homogenización de la solución.

- **Dilución:**

Las disoluciones se pueden preparar a partir de soluciones más concentradas. Para ello se transfiere el volumen o masa deseado de la solución concentrada a un matraz volumétrico y se diluye al volumen o masa final requerida.

La ecuación que se emplea en los cálculos para realizar las diluciones se muestra a continuación:

$$V_1 * C_1 = V_2 * C_2 \text{ ecuación 1.}$$

Donde.

V_1 , es el volumen de la solución más concentrada.

C_1 , es la concentración de la solución más concentrada.

V_2 , es el volumen de la solución más diluida.

C_2 , es la concentración de la solución más diluida.

La ecuación 1, se puede usar para cualquier unidad de concentración y volumen con tal que se usen las mismas unidades a ambos lados de la ecuación. De ordinario se usa mL para expresar volúmenes.

Debido a lo estrecho del cuello de los balones aforados, una simple agitación no garantiza la homogeneización. A tal efecto, se sujeta el balón con la mano por el cuello presionando el tapón con el dedo índice. Se invierte, y se vuelve a su posición original cuando menos unas diez veces. Los balones de gran capacidad (500 ml o más) deben sostenerse con la otra mano por el fondo plano para evitar romper el cuello. Si la temperatura de la solución preparada es considerablemente superior o inferior a la del medio ambiente, es necesario que se establezca el equilibrio térmico, antes de diluir hasta la marca de aforo. Recuerde que la disolución de algunas sustancias provoca considerables variaciones de temperatura.

Usualmente la concentración de una solución se expresa en términos de la cantidad de soluto (mol) por litro de solución, esto se conoce como Molaridad (M).

$$\text{Concentración} = M = \text{mol de soluto} / \text{litros de solución}$$

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	28 de 78

Esta relación puede ser usada para determinar el número de moles directamente:

$$\text{mol} = M \times V = (\text{mol/litro}) \times \text{litro}$$

Recuerde que mol es igual a: **mol = gramos soluto / peso molecular del soluto**

III. Instrumentos del laboratorio.

A medida que la Química ha evolucionado, los químicos han desarrollado instrumentos y técnicas para las operaciones básicas en el laboratorio. En esta práctica se dan a conocer algunas en detalle. Los materiales de uso común para el manejo de reactivos en un laboratorio de química pueden clasificarse de la siguiente manera:

- **Material de Alta Precisión y Exactitud**

Es el material que nos permite realizar medidas de volúmenes que requieren de una precisión y exactitud alta, tales como, tomar una alícuota, diluir a un volumen determinado, determinar el punto final en una valoración, Relaciona la operación con cada uno de los instrumentos mencionados en el diagrama.

- **Material de Baja Precisión y Exactitud**

Es el material que nos permite realizar medidas de volúmenes cuando no es necesaria una gran exactitud o precisión de la medida, como análisis cualitativos, volúmenes mínimos para disolver un sólido, etc.

- **Usos no Cuantitativos**

En usos no cuantitativos se incluyen aquellos materiales que nos permiten almacenar reactivos o muestras, realizar evaporaciones, digestión de precipitados, calentar líquidos, etc.

IV. Titulación.

Por otra parte, la reacción entre un ácido y una base produce una sal y agua. En este experimento usted investigará la reacción entre el ftalato ácido de potasio ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) y la base hidróxido de sodio (NaOH).



De acuerdo con la estequiometría, si se conoce la siguiente información:

- La ecuación balanceada de la reacción que esta ocurriendo
- La cantidad exacta de uno de los reactivos

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	29 de 78

Siempre se podrá determinar la cantidad exacta de cualquier otra sustancia involucrada en la reacción. Esta es la esencia de la técnica llamada análisis químico cuantitativo. En este experimento, usted determinará la concentración de una solución de hidróxido de sodio por medio de la adición de este a una cantidad conocida de ftalato ácido de potasio. El proceso usado para llevar a cabo esta adición es conocido como **titulación**.

En la titulación uno de los reactivos es adicionado lentamente desde una bureta a una cantidad conocida del otro reactivo. El punto en el cual suficiente cantidad de reactivo ha sido adicionado para completar la reacción es llamado **punto de equivalencia**. Este punto es determinado visualmente por la adición de un indicador (fenolftaleína) que cambia de color en este punto de equivalencia o muy cerca de él. El punto en el cual el indicador cambia de color es conocido como **punto final**.

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

1 Embudo	1 Frasco lavador
1 Varilla de agitación	1 Pipeteador
2 vidrio de reloj	3 Pipetas graduadas 2, 5 y 10mL
1 Espátula	1 Soporte con pinza
2 Probetas (25 mL y 50mL)	1 Bureta 25mL
3 Balones aforados de 100 mL	* Gotero
1 Balón aforado de 250mL	*5 botellas de almacenamiento (vidrio o plástico) POR CADA ESTUDIANTE.
1 Balón aforado de 50mL	* Cinta de enmascarar o marcador no borrrable.
4 Vasos de precipitado de 100 mL	
2 Vasos de precipitado de 50mL	
6 Erlenmeyer de 100mL	

* **Debe ser proporcionado por los estudiantes.**

5. REACTIVOS

Hidróxido de sodio (NaOH)
 Fenolftaleína (C₂₀H₁₄O₄)
 Ácido clorhídrico (HCl)
 Bicarbonato de sodio (NaHCO₃)
 Carbonato de sodio (Na₂CO₃)
 Biftalato ácido de potasio (KHC₈H₄O₄)
 Agua destilada

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	30 de 78

6. PROCEDIMIENTO

I. Preparación de soluciones y diluciones.

Prepare las siguientes soluciones:

- 100mL de solución 1M de NaHCO₃
- 100mL de solución 1M de Na₂CO₃.
- 250mL de solución 0,5M de NaOH. A partir de ella 100mL de solución 0,1M
- 100mL de solución 1M de HCl. A partir de ella:
 - 50mL de solución 0,5M
 - 50mL de solución 0,25M
 - 100mL de solución 0,1M
 - 100mL de solución 0,01M
- Prepare 2 soluciones adicionales de 50mL de solución 0,5M de HCl empleando otros instrumentos (Vaso de precipitado y probeta).
- Almacene las soluciones preparadas en los recipientes traídos por los integrantes del grupo (excepto las tres soluciones de HCl 0,5M preparadas).

II. Determinación de la concentración de una solución de NaOH

- Pesar en un erlenmeyer, usando una balanza analítica, ~1gr de KHC₈H₄O₄.
- Adicionar 30mL de agua destilada y dos o tres gotas de fenolftaleína. Agitar cuidadosamente hasta que el sólido se disuelva por completo. En caso negativo, se puede calentar ligeramente.
- Colocar la solución de NaOH preparada con anterioridad en una bureta (0,5M). Tenga mucho cuidado pues el hidróxido de sodio es corrosivo. **Si cae algo en sus manos o piel lave inmediatamente con abundante agua.**
- Remueva cualquier burbuja de aire que quede en la bureta. Registre el volumen inicial de la bureta. Usar dos cifras decimales.
- Iniciar la titulación adicionando lentamente la solución de NaOH a la solución de ácido preparada. Una vez se observe el cambio de color de incoloro a rosado pálido suspenda la adición del NaOH. Registrar este volumen.
- Repita los pasos 1 al 5 nuevamente.
- Calcular la Molaridad promedio del NaOH.
- Calcular el porcentaje de diferencia entre los dos ensayos realizados.

$$\% \text{ diferencia} = \{[M_{\text{Ensayo 1}} - M_{\text{promedio}}] / M_{\text{promedio}}\} \times 100$$

- Este valor debe ser menor del 1%
- Cuando termine con la titulación lavar todo el material de vidrio usado y limpiar el área de trabajo.

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	31 de 78

- Marcar y guardar la solución de NaOH preparada y estandarizada para ser usada en el siguiente experimento.

III. Determinación de la concentración de las soluciones de HCl

- Titular las tres soluciones de HCl preparadas con diferentes instrumentos, utilizando el NaOH estandarizado.

7. NIVEL DE RIESGO

Riesgo Moderado

R: 34-35-37

S: 26-36/37/39-45

No olvidar que la eficiencia y buenos resultados en la práctica de laboratorio, además de la seguridad del personal que ejecuta la práctica dependen del cumplimiento de ciertas normas, que aunque en su mayoría se derivan del sentido común, es necesario hacer nota para tenerlas presentes.

- Manipular los reactivos con guantes (preferiblemente de nitrilo).
- Uso de bata manga larga completamente cerrada, además de zapato cerrado y cabello recogido.

Dejar el sitio de trabajo completamente limpio y ordenado, arrojando los desechos en los sitios designados para ello. Algunos de estos compuestos son tóxicos y/o cancerígenos. No dejar botellas abiertas o muestras reposando en el área de trabajo. Preparar las soluciones en la vitrina extractora de gases. Limpiar cualquier derrame. Disponer de los desechos orgánicos en los contenedores apropiados.

8. BIBLIOGRAFÍA

- Chang, Raymond y College, Williams. Química. (7a ed.). Bogata: McGraw-Hill, 2002. 1001p.
- Holler, F.J.; Skoog, D.A. y West, D.M. Química Analítica. (6ª ed.), McGraw-Hill, 1995
- Ellis, D.W.; L.F. Hamilton y S.G. Simpson. Cálculos de Química Analítica. (6ª ed.), McGraw-Hill, 1989.
- Harris, D., "Análisis Químico Cuantitativo". 1992, Iberoamericana.
- Arenas, J. G. Química analítica cuantitativa. Bucaramanga: ediciones UIS.
- Chang, Raymond y College, Williams. Química. (7ª ed.). Bogata: McGraw-Hill, 2002. 1001p.

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	32 de 78

9. ANEXOS

Incluir en el pre-informe:

- Consulte las diferentes unidades de concentración de soluciones.
- ¿Qué es un patrón primario?
- ¿Qué es una titulación?

I. Cálculos para la preparación de soluciones.

a) Realice los cálculos para preparar las siguientes soluciones y describa la preparación de las mismas:

- 50mL de una solución de etanol al 0.8%v/v.
- 10mL de una solución de NaCl de 56ppm.
- 50mL de una solución de HCl 0.5N.
- 25mL de una solución de HCl al 0.05 y 0,1N.
- 100mL de una solución de NaOH 0.5N.
- 250mL de una solución 0.1M de NaOH
- 100mL de una solución de NaOH 0.5N.

Nota: En el caso de las soluciones de HCl, asuma que parte de HCl 37% (d=1,19g/mL)

b) A partir de una solución de HCl 0,5N, describa la preparación de:

- 10mL de una solución 0,01M de HCl
- 25mL de una solución 0,001M de HCl
- 50mL de una solución 0,0001M de HCl

c) Indique como prepararía las siguientes soluciones:

- 25 mL de H₂SO₄ 0.25 N a partir de una solución de H₂SO₄ 3 M.
- 100 mL de CuSO₄ 0.4 N a partir de una solución de CuSO₄ 3 N
- 10 mL de acetona al 15 %v/v a partir de una solución 70%v/v.

d) Indique como prepararía una solución diluida, concentrada y saturada de hidróxido de magnesio.

e). Realice el cálculo para preparar 100mL de las siguientes soluciones de HCl (cada una) en agua, si en la etiqueta del frasco se lee 37% y su densidad es 1,19 g/mL.

- A. 0.05 M
- B. 0.1 N

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	33 de 78

- C. 10 %v/v
D. 2 m.

Incluir en el reporte:

1. En un experimento parecido al que usted acaba de realizar, se necesitaron 26.42mL de hidróxido de calcio para neutralizar 0.914gr de ftalato ácido de potasio. Cuál es la Molaridad del hidróxido de calcio?



2. ¿Por qué el ftalato ácido de potasio suele utilizarse para la valoración de bases?
3. Haga el cálculo para la preparación de las siguientes soluciones:
- 50mL 0,3M de sulfato de sodio.
 - 250mL 0,18M de HCl (a partir de HCl 37%, densidad 1,19g/mL).
 - 25mL 0,27M de sulfato de sodio pentahidratado.
 - 100mL 0,36M de ácido sulfúrico (a partir de H₂SO₄ 98%, densidad 1,84g/mL).
 - 1L 1,05M de NaOH

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	34 de 78

1. TITULO

Laboratorio 5. Uso del pH-metro, titulación potenciométrica y soluciones buffer

2. OBJETIVO

- Conocer el uso y manejo del potenciómetro, a través de la medición de pH de algunas disoluciones.
- Conocer los cambios en el pH al variar la relación del ácido y su base conjugada, así como al diluir o adicionar una base fuerte a un amortiguador en comparación con una disolución de una sal.
- Realizar una titulación potenciométrica ácido fuerte - base fuerte.

3. MARCO TEÓRICO

I. Medición de pH

La medición de un pH en medio acuoso usando un potenciómetro, es una operación muy frecuente en Química Analítica. Este método determina el pH midiendo el potencial generado (en milivolts) por un electrodo indicador de membrana de vidrio, el cual se compara contra un electrodo de referencia de potencial constante e independiente del pH. Los electrodos de referencia más utilizados son el de plata con cloruro de plata o bien el de calomel, ambos saturados con cloruro de potasio. Este par de electrodos puede presentarse como dos electrodos físicamente separados, o bien como un sistema combinado.

II. Soluciones buffer

Una disolución amortiguadora, llamada también disolución reguladora, buffer o tampón, es aquella que tiene la capacidad de regular los cambios bruscos de pH debidos a la adición de ácidos o bases fuertes y de resistir los cambios de pH por efecto de diluciones.

Está formada por un ácido débil y su base conjugada o bien por un base débil y su ácido conjugado; de manera tal que en la misma disolución coexisten un componente que reacciona con los ácidos (la base) y otro que reacciona con las bases (el ácido). En la tabla 1 se dan algunos ejemplos de disoluciones amortiguadoras. La concentración molar del amortiguador se obtiene al sumar las concentraciones que tienen en la disolución el ácido y la base. Para obtener el valor de pH de una disolución amortiguadora se emplea la ecuación de Henderson – Hasselbach.

$$\text{pH} = \text{pK}_a + \log \left(\frac{[\text{base}]}{[\text{ácido}]} \right)$$

En donde:

$$\text{pK}_a = -\log K_a$$

El valor de pK_a es constante y como se observa en esta ecuación, se requiere un cambio en la proporción base/ácido de 10 (log 10 = 1) para cambiar el pH en una unidad. Mientras más

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	35 de 78

grandes sean las proporciones de ácido/base mayor será la capacidad amortiguadora. Se define como capacidad amortiguadora el número de moles de H_3O^+ (o de OH^-) que se requieren para cambiar en una unidad el pH de un litro de disolución reguladora

Tabla 1. Algunas disoluciones amortiguadoras.

Amortiguador	Ácido	Base	pKa	[Ácido] M	[Base] M	pH	[Amorti] M
Acetatos	CH_3COOH	CH_3COONa	4.74	1.0	1.0	4.74	2.0
Fosfatos	NaHPO_4	Na_2HPO_4	7.2	0.5	1.0	7.50	1.5
Amoniacal	NH_4Cl	NH_3	9.24	0.15	0.45	9.71	0.60
Carbonatos	NaHCO_3	Na_2CO_3	10.33	.07	0.08	10.38	0.15

III. Valoración potenciométrica.

La titulación es un método básico y de mucha utilidad a la hora de determinar concentraciones desconocidas de reactivos conocidos. La titulación potenciométrica es muy eficiente cuando no es fácil detectar valoraciones de un indicador visual. Es por esto que se considera uno de los métodos más exactos. Una de las ventajas de este método es que se puede aplicar a muchos tipos de soluciones, ya sean turbias, fluorescentes, opacas, coloreadas, entre otras.

Existen dos métodos principalmente para realizar mediciones potenciométrica. El primer es hacer una sola medición de potencial de la celda, se llama potencimetría directa y se utiliza principalmente para calcular el pH de solución acuosa. En el segundo, el ion se puede titular y el potencial se mide en función del volumen del titulante y se le llama titulación potenciométrica y utiliza la medición de un potencial para detectar el punto de equivalencia de una titulación. El único requisito es que la reacción incluya un aumento o disminución de un ion al cual es sensible el electrodo.

Los electrodos indicadores, son aquellos electrodos de una celda galvánico cuyo potencial varía con la actividad de la analítica. En una titulación potenciométrica el punto final se detecta determinando el volumen en el cual ocurre un cambio de potencial relativamente grande cuando se adiciona el titulante.

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

- | | |
|----------------------------------|---------------------------------|
| 1 pH-metro | 3 Pipetas graduadas 2, 5 y 10mL |
| 1 manta de agitación | 1 Soporte con pinza |
| 1 agitador magnético | 1 Bureta 25mL |
| 5 Vasos de precipitado de 100 mL | 1 Probeta 25mL |
| 5 Erlenmeyer de 100mL | * Gotero |
| 1 Pipeteador | |

* Debe ser proporcionado por los estudiantes.

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	36 de 78

5. REACTIVOS

Solución 0,1M de hidróxido de sodio (NaOH)
 Solución 0,1M de ácido clorhídrico (HCl)
 Solución 1M de Bicarbonato de sodio (NaHCO₃)

Solución 1M de Carbonato de sodio (Na₂CO₃)
 Fenolftaleína (C₂₀H₁₄O₄)
 Agua destilada

* Debe ser proporcionado por los estudiantes.

6. PROCEDIMIENTO

I. Calibración del pH-metro y medición del pH.

- Calibrar el pH-metro, utilizando las soluciones amortiguadoras entregadas por el docente.
- Medir el pH de las soluciones preparada y almacenadas en la práctica anterior.

II. Efecto de la relación ácido/base conjugada sobre el pH.

- Adicione al erlenmeyer (1) 20mL de disolución de NaHCO₃ 1,0 M y 30mL de Na₂CO₃ 1,0 M
- Adicione al erlenmeyer (2) 30mL de la disolución de NaHCO₃ 1,0 M y 20mL de Na₂CO₃ 1,0 M
- Coloque en un vaso de precipitado 25mL de la disolución contenida en el matraz 1 y mida el pH.
- Coloque en un vaso de precipitado 25mL de la disolución contenida en el matraz 2 y mida el pH.

III. Determinación de la capacidad amortiguadora.

- Coloque en la bureta la solución NaOH 0,1M y arme el montaje de la figura 1.
- Empiece la adición gradual del NaOH con agitación continua, a la alícuota del erlenmeyer 1 hasta que observe un aumento de una unidad en el pH.
- Realice el mismo procedimiento con la alícuota del erlenmeyer 2, con 20mL de Na₂CO₃ 1M y con 20mL de agua destilada.
- Realice los pasos 2 y 3 nuevamente, utilizando HCl 0,1M

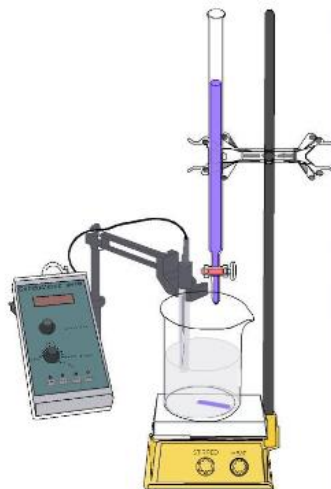


Figura 1. Montaje medición de pH

IV. Valoración potenciométrica.

- Adicione nuevamente solución de NaOH 0,1M a la bureta.
- En un vaso de precipitado limpio adicione la cantidad de HCl indicada por el docente.
- Ponga en el vaso de precipitado una barra de agitación y arme el montaje de la figura 1.
- Mida el pH del ácido y empiece la adición gradual del NaOH con agitación continua, tomando el valor de pH cada 0,2mL hidróxido de sodio adicionado.
- Una vez haya un cambio brusco de pH, parar la experiencia.
- Repetir el procedimiento nuevamente.

7. NIVEL DE RIESGO

Riesgo Moderado

R: 34-35-37

S: 26-36/37/39-45

No olvidar que la eficiencia y buenos resultados en la práctica de laboratorio, además de la seguridad del personal que ejecuta la práctica dependen del cumplimiento de ciertas normas, que aunque en su mayoría se derivan del sentido común, es necesario hacer nota para tenerlas presentes.

- Manipular los reactivos con guantes (preferiblemente de nitrilo).
- Uso de bata manga larga completamente cerrada, además de zapato cerrado y cabello recogido.
- Dejar el sitio de trabajo completamente limpio y ordenado, arrojando los desechos en los sitios designados para ello.

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	38 de 78

8. BIBLIOGRAFÍA

- Skoog, D., "Química Analítica". 1992, Mc-Graw Hill.
- Harris, D., "Análisis Químico Cuantitativo". 1992, Iberoamericana.
- Rubinson J.F., Rubinson K.A. 2000. Química Analítica Contemporánea 1ª ed. Prentice Hall, México
- Chang, Raymond y College, Williams. Química. (7ª ed.). Bogata: McGraw-Hill, 2002. 1001p.

9. ANEXOS

Incluir en el pre-informe:

- ¿Qué tipo de electrodos se utilizan para la medición de pH? y ¿cómo se realiza la calibración del potenciómetro para realizar mediciones de pH?
- ¿Cómo funciona el electrodo de vidrio y el electrodo de calomel?
- ¿Qué se entiende por la eficiencia de un electrodo de vidrio?
- ¿Qué es una solución buffer? ¿Cómo se prepara una solución amortiguadora?

Incluir en el reporte:

- ¿Cuál de las disoluciones amortiguadoras tiene un pH menor que el pKa?
- ¿Cuántos moles de NaOH se requieren para cambiar en una unidad el pH de un litro de la solución amortiguadora?
- ¿Cuántos moles de NaOH se requieren para cambiar en una unidad el pH de un litro de la disolución de Na₂CO₃?
- ¿Cuál es la concentración, en términos de molaridad, del amortiguador formado con 20mL de la disolución de NaHCO₃ 1,0 M y 30mL de Na₂CO₃ 1,0 M?
¿Cuál es la concentración de este amortiguador, cuando se le adicionan 50mL de agua destilada?
- ¿Cuál es el pH teórico que obtendría al mezclar 15.0 ml de Na₂CO₃ 0,15 M con 75mL de NaHCO₃ 0,30 M?
- ¿Qué efecto observaría en el pH si la dilución amortiguadora 0,1M de NaHCO₃ y Na₂CO₃ se hubiera diluido 1 a 100?
- ¿Calcule el pH que se obtiene al mezclar 50mL de NaHCO₃ 0,10 M con 25mL de NaOH 0,10 M?
- ¿Calcule el pH que obtiene al mezclar 50mL de NaHCO₃ 0,10 M con 25mL de HCl 0,10 M?

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	39 de 78

1. TITULO

Laboratorio 6. Evaluación del porcentaje de acidez de vinagre comercial

2. OBJETIVO

- Determinar el porcentaje de acidez, principalmente ácido acético, en varias marcas de vinagre comercial.
- Comparar el resultado obtenido con las diferentes marcas encontradas en el mercado.

3. MARCO TEÓRICO

Los vinagres, además de productos como sulfatos, cloruros, dióxido de azufre, colorantes artificiales, etc., contienen diferentes ácidos fijos o volátiles (acético, tartárico, láctico y cítrico, entre otros) si bien el ácido acético es el predominante. La normativa vigente establece que los vinagres comerciales tengan un contenido mínimo de ácidos equivalente al 5% (p/v) de un vinagre.

Un método de análisis muy usado para la determinación del porcentaje de acidez es la titulación de la muestra con una solución, de concentración conocida, de hidróxido de sodio (NaOH), usando fenolftaleína como indicador.

En este experimento se usará la solución de hidróxido de sodio preparada y estandarizada en el laboratorio anterior. El ácido presente en el vinagre es el ácido acético (CH₃COOH).

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

1 Balanza Analítica	1 Bureta de 50mL
1 Espátula	1 Soporte con pinza
1 Pipeta	*Toallas de papel
1 Pipeteador	*Guantes desechables
3 erlenmeyer de 250mL	

* Debe ser proporcionado por los estudiantes.

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	40 de 78

5. REACTIVOS

Agua destilada
Hidróxido de sodio
Fenolftaleína.

*Vinagre (cada grupo una marca diferente, mínimo 3 marcas).

* Kit de laboratorio (Paño o toalla, encendedor o caja de fósforos, marcador o cinta de enmascarar, teflón, gotero, guantes de nitrilo).

*** Suministrado por los estudiantes.**

RECUERDE:

No se permitirá el ingreso de estudiantes que lleguen a laboratorio sin guantes de nitrilo, ni se permitirá que los grupos de laboratorio que no cuentan con el material solicitado presenten la práctica, por tanto asegúrense de llevar el material solicitado.

6. PROCEDIMIENTO

A. Determinación del porcentaje de acidez del vinagre:

- Colocar en un erlenmeyer 10mL del vinagre a analizar, usando una pipeta volumétrica. **Precaución:** Nunca aspire la pipeta con la boca, usar la perilla plástica diseñada para este propósito.
- Adicionar 30mL de agua destilada y dos o tres gotas de fenolftaleína. Agitar cuidadosamente hasta homogenizar la solución.
- Colocar la solución de NaOH, preparada en el laboratorio anterior, en una bureta. **¡Tenga mucho cuidado pues el hidróxido de sodio es corrosivo!**. Si cae algo en sus manos o piel lave inmediatamente con abundante agua.
- Remueva cualquier burbuja de aire que quede en la bureta. Registre el volumen inicial de la bureta. Usar dos cifras decimales.
- Iniciar la titulación adicionando lentamente la solución de NaOH a la solución de vinagre preparada. Una vez se observe el cambio de color de incoloro a rosado pálido suspenda la adición del NaOH. Registrar este volumen.
- Repita los pasos 1 al 5 dos veces más.
- Calcular el porcentaje de acidez del vinagre.
- Calcular el porcentaje de diferencia entre los ensayos realizados.

$$\bullet \quad \% \text{ diferencia} = \{[M_{\text{Ensayo 1}} - M_{\text{promedio}}] / M_{\text{promedio}}\} \times 100$$

- Este valor debe ser menor del 1%
- Calcular el promedio de los 3 valores obtenidos del porcentaje de acidez.

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	41 de 78

7. NIVEL DE RIESGO

Medio.

No olvidar que la eficiencia y buenos resultados en la práctica de laboratorio, además de la seguridad del personal que ejecuta la práctica dependen del cumplimiento de ciertas normas, que aunque en su mayoría se derivan del sentido común, es necesario hacer nota para tenerlas presentes.

- Manipular los reactivos con guantes (preferiblemente de nitrilo).
- Uso de bata manga larga completamente cerrada, además de zapato cerrado y cabello recogido.
- Dejar el sitio de trabajo completamente limpio y ordenado, arrojando los desechos en los sitios designados para ello.

8. BIBLIOGRAFÍA

- Arenas, J. G. Química analítica cuantitativa. Bucaramanga: ediciones UIS.
- Chang, Raymond y College, Williams. Química. (7ª ed.). Bogata: McGraw-Hill, 2002. 1001p.
- Holler, F.J.; Skoog, D.A. y West, D.M. Química Analítica. (6ª ed.), McGraw-Hill, 1995
- Ellis, D.W.; L.F. Hamilton y S.G. Simpson. Cálculos de Química Analítica. (6ª ed.), McGraw-Hill, 1989.

9. ANEXOS

Incluir en el reporte:

Comparación del resultado obtenido con las marcas encontradas en el mercado:

1. Registrar en su cuaderno del laboratorio la siguiente información correspondiente a los otros grupos del laboratorio:
 - a. Marca de vinagre utilizada
 - b. Volumen de muestra
 - c. Precio
 - d. Concentración del hidróxido de sodio
 - e. Volumen de hidróxido de sodio utilizado para la neutralización.
2. Calcular el respectivo porcentaje de acidez para cada una de las marcas de vinagre analizada por los otros grupos y comparar dichos resultados.
3. Calcular el valor monetario de la concentración de ácido acético de cada una de las marcas por unidad de volumen.

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	42 de 78

1. TITULO

Laboratorio 7. Evaluación de antiácidos comerciales

2. OBJETIVO

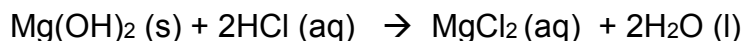
- Determinar la cantidad de ácido que neutraliza un antiácido comercial.
- Comparar el resultado obtenido con otras marcas encontradas en el mercado.

3. MARCO TEÓRICO

Ardor en el estómago e indigestiones son debidas principalmente por el exceso de ácido en el estómago. Muchas formulaciones que se encuentran en el mercado que ayudan a aliviar esta condición. Muchas de estas actúan neutralizando el exceso de ácido del estómago, y algunas son más efectivas que otras. La mayoría de formulaciones tienen ingredientes adicionales al ingrediente activo, pero es el ingrediente activo quien se encarga de la neutralización del ácido.

Los ingredientes activos más comunes son: $Mg(OH)_2$ (Hidróxido de magnesio), $Al(OH)_3$ (Hidróxido de aluminio), $NaHCO_3$ (Bicarbonato de sodio) y $CaCO_3$ (Carbonato de calcio).

La reacción entre el hidróxido metálico y el ácido del estómago (HCl) es una reacción ácido-base, muy similar a las estudiadas en los experimentos previos:



Los carbonatos metálicos neutralizan el ácido del estómago por la formación de sal, agua y un gas:



TITULACIÓN POR RETROCESO

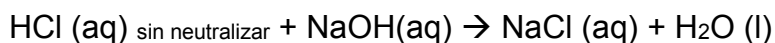
Suena posible evaluar el antiácido en forma similar a la usada en los experimentos anteriores: disolver el antiácido en agua, adicionar un indicador y titular con una base de concentración conocida. Sin embargo existen unas limitaciones por este método:

- Los ingredientes activos no son muy solubles en agua.

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	43 de 78

- Se necesita conocer cuál es el ingrediente activo.
- La técnica tendría que ser modificada para cada diferente antiácido.
- Muchos de los antiácidos contienen más de un ingrediente activo.

Por esta razón se utiliza la titulación por retroceso. La tableta se disuelve en una cantidad en exceso de ácido (Relativa a la cantidad de ácido que neutraliza el antiácido) de concentración conocida. Se deja que los componentes activos neutralicen la cantidad de ácido que ellos puedan, y luego se determina la cantidad de ácido que no ha sido neutralizado por una simple titulación ácido-base.



4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

1 Balanza Analítica	*Guantes de Nitrilo
1 Espátula	*Kit de laboratorio (Paño o toalla, encendedor o caja de fósforos, marcador o cinta de enmascarar, teflón, gotero, guantes de nitrilo).
3 Erlenmeyer de 250mL	* Suministrado por los estudiantes.
1 Plancha de calentamiento	
1 Bureta de 50mL	
*Toallas de papel	

5. REACTIVOS

Agua destilada	*3 pastillas de antiácido (diferentes marcas).
Ácido Clorhídrico	* Suministrado por los estudiantes.
Hidróxido de sodio	
Fenolftaleína	

RECUERDE: No se permitirá el ingreso de estudiantes que lleguen a laboratorio sin guantes de nitrilo, ni se permitirá que los grupos de laboratorio que no cuentan con el material solicitado presenten la práctica, por tanto asegúrense de llevar el material solicitado.

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	44 de 78

6. PROCEDIMIENTO

DETERMINACIÓN DE LA CANTIDAD DE ÁCIDO NEUTRALIZADA POR UN ANTIÁCIDO:

- Traer 3 pastillas de antiácido. Registrar la marca, los ingredientes activos, concentración y el costo por tabla.
- Pesar una tableta y colocarla un erlenmeyer de 250mL. Repetir el mismo procedimiento con las otras dos tabletas. Marcar cada erlenmeyer y no confundir los pesos.
- Adicionar 15mL de HCl ~1M y 10 mL de agua destilada a la muestra en el erlenmeyer. Registrar la molaridad exacta del ácido clorhídrico.
- Calentar lentamente cada solución hasta que haya parado la efervescencia. Luego deje hervir suavemente durante 1-2 minutos, para asegurar que la reacción fue completa. Posiblemente algunos materiales inertes permanezcan insolubles, no se preocupe pues estos no interferirán con la titulación. Adicionar 3 gotas de fenolftaleína a cada solución a analizar.
- Colocar una solución de NaOH ~0.1M, en una bureta. **Tenga mucho cuidado pues el hidróxido de sodio es corrosivo.** Si cae algo en sus manos o piel lave inmediatamente con abundante agua.
- Remueva cualquier burbuja de aire que quede en la bureta. Registre el volumen inicial de la bureta. Usar dos cifras decimales.
- Iniciar la titulación adicionando lentamente la solución de NaOH a la solución de antiácido preparada. Una vez se observe el cambio de color de incoloro a rosado pálido suspenda la adición del NaOH. Registrar este volumen. Si el indicador cambia de color con adición de menos de 10ml de NaOH usted deberá adicionar 5ml mas de HCl ~1M a la solución, recalentar, y continuar con la titulación.
- Repita los pasos 3 al 7 con las otras dos muestras, NOTA: Esta vez debe adicionar la cantidad total de ácido clorhídrico usada en el ensayo 1.
- Calcular las moles promedio de ácido neutralizada por gramo de tableta.

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	45 de 78

- Calcular las moles promedio de ácido neutralizada por \$100 de tableta.

7. NIVEL DE RIESGO

Medio.

No olvidar que la eficiencia y buenos resultados en la práctica de laboratorio, además de la seguridad del personal que ejecuta la práctica dependen del cumplimiento de ciertas normas, que aunque en su mayoría se derivan del sentido común, es necesario hacer nota para tenerlas presentes.

8. BIBLIOGRAFÍA

- Arenas, J. G. Química analítica cuantitativa. Bucaramanga: ediciones UIS.
- Chang, Raymond y College, Williams. Química. (7ª ed.). Bogata: McGraw-Hill, 2002. 1001p.
- Holler, F.J.; Skoog, D.A. y West, D.M. Química Analítica. (6ª ed.), McGraw-Hill, 1995
- Ellis, D.W.; L.F. Hamilton y S.G. Simpson. Cálculos de Química Analítica. (6ª ed.), McGraw-Hill, 1989.

9. ANEXOS

Incluir en el reporte:

1. Un nuevo antiácido fue analizado de manera similar a este experimento. A una tableta que peso 0.3541gr se le adicionaron 25mL de HCl 0.981M. Se necesitaron 10.31ml de Ca(OH)₂ para neutralizar la cantidad de ácido sin neutralizar por el antiácido. ¿Cuántas moles de ácido fueron neutralizadas por la tableta?.
2. ¿Qué técnicas analíticas (además de la titulación) podrían utilizarse para evaluar la acidez de los medicamentos analizados en esta práctica?

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	46 de 78

1. TITULO

Laboratorio 8. Determinación de cloruro en aguas mediante el método de Mohr

2. OBJETIVO

- Iniciar al estudiante en las técnicas volumétricas de análisis basadas en reacciones de precipitación.
- realizar la determinación de cloruro en una muestra de agua por medio de una valoración de precipitación.
- Determinar la concentración de iones cloruro en una muestra problema.
- Aplicar los conceptos teóricos sobre equilibrios heterogéneos y producto de solubilidad.

3. MARCO TEÓRICO

VOLUMETRÍAS DE PRECIPITACIÓN.

Los métodos volumétricos basados en la formación de un producto poco soluble (precipitado) se denominan titulaciones de precipitación y particularmente aquellas en las que el ión precipitante es el catión Ag^+ , titulaciones argentométricas. La aplicación más importante de estos métodos está referida a la cuantificación de haluros: Cl^- , Br^- , I^- , CN^- en general. El punto final en estas técnicas se determina usando un sistema de indicación apropiado, siendo dos, los tipos de indicadores que se emplean con mayor frecuencia.

- 1. Indicadores que reaccionan con el titulante:** dan origen a dos métodos muy usados: a) Método de Mohr; b) Método de Volhard. En el primero se forma un segundo precipitado coloreado en el entorno del punto de equivalencia (precipitación fraccionada). En el segundo, se forma un complejo coloreado soluble en las proximidades del punto de equivalencia.
- 2. Indicadores de adsorción:** la reacción se verifica en la superficie del precipitado, y el indicador existe en forma ionizada en la solución. El Método de Fajans usa un indicador de este tipo, la fluoresceína para cuantificar haluros a un $\text{pH} = 7$.

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	47 de 78

Las volumetrías de precipitación son importantes porque proporcionan métodos excelentes para el análisis de los haluros y de los pseudo-haluros, así como para la determinación de algunos iones metálicos. La formación de compuestos poco solubles se puede utilizar tanto en el análisis gravimétrico, como en el análisis volumétrico. Para que una reacción se puede utilizar en el análisis volumétrico, se requiere que:

- a) La reacción sea cuantitativa
- b) La reacción ocurra rápidamente
- c) Se disponga de un método físico o químico para detectar el punto final de la reacción.

DETERMINACIÓN DEL PUNTO FINAL

***Determinación por medio de indicadores**

Un indicador químico es una sustancia que puede reaccionar con uno de los participantes en la reacción volumétrica, de modo que produzca un cambio observable del aspecto, de la solución; generalmente, este cambio consiste en una modificación del color. La sustancia indicadora, en virtud de su tendencia a reaccionar con el agente valorante o con la sustancia valorada, entra en competencia con uno de los participantes de la reacción para combinarse con el otro. Para minimizar el error de valoración, al llegar al punto de equivalencia la reacción en la que interviene el indicador tiene que pasar súbitamente a ser altamente favorecida, o altamente desfavorecida, como consecuencia de la variación de la función p . Así, un indicador dado presenta un comportamiento tanto más satisfactorio cuanto más bruscos son las variaciones de composición de la solución en el punto de equivalencia.

Los indicadores pueden actuar de tres formas en este tipo de volumetría:

- *Los que reaccionan con un exceso de titulante formando un precipitado colorido.
- *Los que reaccionan con un exceso de titulante produciendo un compuesto colorido soluble.
- *Aquellos compuestos químicos que se adsorben sobre la superficie del precipitado que se forma durante la titulación.

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	48 de 78

FORMACIÓN DE UN SEGUNDO PRECIPITADO: METODO DE MORH.

Se trata de un método directo para valorar haluros (cloruros y bromuros) mediante la adición de una solución estándar de AgNO_3 utilizando una solución soluble de cromatos como indicador (el K_2CrO_4 imparte coloración amarilla a la solución problema).

Lo que se pretende es que reaccionen en primer lugar los cloruros dando un precipitado blanco de AgCl (cloruro de plata) y que al consumirse éstos, el primer exceso de ión plata reaccione con el indicador dando un precipitado de Ag_2CrO_4 (cromato de plata) rojo, indicativo del final de la titulación.

La aparición de un segundo precipitado de color distinto constituye la base de la detección del punto final en el método de Mohr. Este procedimiento se utiliza extensamente para la valoración de iones cloruro o de iones bromuro con nitrato de plata patrón. El indicador empleado es el ion cromato, que pone manifiesto al punto final para dar lugar a la formación del cromato de plata, Ag_2CrO_4 , de color rojo ladrillo como se mencionó anteriormente.

El cálculo de la solubilidad formal del cromato de plata a partir de su producto de solubilidad (1×10^{-12}) revela que este compuesto es mucho más soluble que el cloruro de plata. Así, es esta última sal la que tiende a precipitar en primer lugar en la mezcla valorada según el método de Mohr. Se ajusta la concentración del ion cromato en esta mezcla a un valor adecuado para retrasar la precipitación del cromato de plata hasta que la concentración del ion plata en dicha mezcla ascienda a un valor que corresponda al del punto de equivalencia teórico. La concentración de ion cromato necesaria para iniciar la precipitación del cromato de plata en estas condiciones se calcula como sigue:

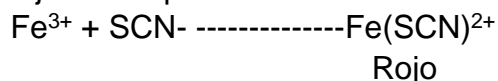
$$[\text{CrO}_4^{2-}] = \frac{K_{ps}}{[\text{Ag}^+]^2} = \frac{1 \times 10^{-12}}{(1.35 \times 10^{-5})^2} = 6 \times 10^{-3} \text{ mol/litro}$$

FORMACIÓN DE UN COMPLEJO COLOREADO: METODO DE VOLHARD.

Los iones plata se pueden valorar también con disoluciones tipo de tiocianato según el método de Volhard: $\text{Ag}^+ + \text{SCN}^- \text{-----} \text{AgSCN}$

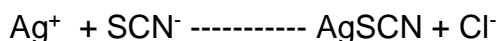
	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	49 de 78

Empleándose como indicador el sulfato de amonio y de hierro (III) que imparte a la solución una coloración roja con el primer exceso de tiocianato.



La valoración se tiene que realizar en solución acida para evitar la hidrólisis del hierro (iii). El error de valoración del método de Volhard es pequeño, porque el indicador es muy sensible a los iones tiocianato. Para evitar en la valoración un punto final prematuro se debe agitar la solución vigorosamente y proseguir aquella hasta que el color del indicador sea permanente. La aplicación más importante del método de Volhard reside en la determinación indirecta de cloruros, así como de otros haluros. SE agrega a la muestra un exceso medido de solución patrón de nitrato de plata, y el exceso de determina valorando por retroceso con solución patrón de tiocianato.

Un problema interesante relacionado con la determinación de cloruros según Volhard, proviene del hecho de que la solubilidad del cloruro de plata es mayor que la del tiocianato de plata. En consecuencia, cuando el precipitado de cloruro de plata entra en contacto con una solución que contiene un exceso de iones tiocianato, tiende a ocurrir la reacción:



El método de Volhard se puede aplicar al análisis de todos los aniones que forman sales de plata escasamente solubles.

INDICADORES DE ADSORCIÓN

Se denominan indicadores de adsorción a aquellas sustancias que comunican un color distintivo a la superficie de un precipitado. En circunstancias apropiadas, se puede conseguir que la adsorción (o su proceso inverso, la desorción) tenga lugar en el punto de equivalencia de una valoración, o cerca de dicho punto; de este modo la aparición o desaparición de la coloración del precipitado indica el punto final. Un ejemplo de un indicador de adsorción es el colorante orgánico llamado fluoresceína, utilizado como indicador para la valoración de cloruros con el nitrato de plata.

Requisitos que debe cumplir el colorante o el precipitado, de los que depende el buen resultado de la acción indicadora:

1° Hay que obtener el precipitado en un estado de dispersión lo mayor posible.

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	50 de 78

2° El precipitado tiene que adsorber fuertemente a sus propios iones.

3° El colorante tiene que ser retenido con intensidad por los iones adsorbidos primariamente.

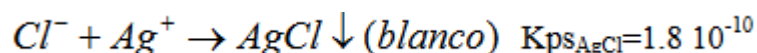
MÉTODO DE FANJANS

El método de Fanjans consiste en la valoración directa de cloruros empleando como indicador el compuesto orgánico llamado diclorofluoresceína. Solamente es necesaria una solución valorada: la de nitrato de plata.

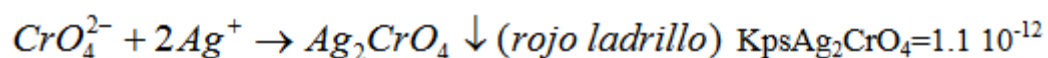
Idealmente la adsorción o desorción ocurre cerca del punto de equivalencia dando como resultado no solo un cambio de color, diferente al del indicador adsorbido. Un ejemplo de este tipo de titulación de cloruros con nitrato de plata es la fluoresceína la cual en solución acuosa, dicho compuesto se disocia parcialmente en iones hidrógeno y iones fluoresceinato, cargados negativamente, que comunican al medio una coloración verde amarillenta, y el fluoresceinato de plata adsorbido en la superficie del cloruro de plata es de color rojo brillante. Este proceso es una adsorción, no un proceso de precipitación, por cuanto el producto de solubilidad del fluoresceinato de plata no se ha sobrepasado. Este proceso es reversible por retrotitulación con el ion cloruro.

CLORUROS EN AGUA

El ion cloruro, es uno de los aniones inorgánicos principales en el agua natural y residual. Los contenidos de cloruros en las aguas naturales son variables y se deben principalmente a la naturaleza de los terrenos atravesados. Habitualmente, el contenido de ion cloruro en las aguas naturales es inferior a 50 mg/L. La determinación volumétrica de cloruros se basa en la reacción de precipitación de los mismos con el ion plata, formando un precipitado blanco de cloruro de plata:



y detección del punto final por reacción del exceso del ion plata con ion cromato, que a su vez actúa como indicador, formando el precipitado rojo ladrillo de cromato de plata (MÉTODO DE MOHR).



	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	51 de 78

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

3 Erlenmeyer de 125mL.	1 espátula.
1 bureta de 50mL.	*1 balanza analítica
1 pinzas para bureta.	*Guantes de Nitrilo
1 soporte universal.	*Kit de laboratorio (Paño o toalla, encendedor o caja de fósforos, marcador o cinta de enmascarar, teflón, gotero, guantes de nitrilo).
1 pipeta volumétrica de 10mL.	
1 pipeta graduada de 1mL	
1 pipeteador	
1 frasco lavador.	
2 vasos de precipitados de 100mL	* Suministrado por los estudiantes.
1 vidrio de reloj.	

RECUERDE:

No se permitirá el ingreso de estudiantes que lleguen a laboratorio sin guantes de nitrilo, ni se permitirá que los grupos de laboratorio que no cuentan con el material solicitado presenten la práctica, por tanto asegúrense de llevar el material solicitado.

5. REACTIVOS

Nitrato de plata 0.010 M
 Cromato de potasio al 5 % p/v
 Bicarbonato de sodio
 Cloruro de sodio, grado reactivo analítico (como patrón primario) 0.010 M.

6. PROCEDIMIENTO

a) ESTANDARIZACIÓN DE LA SOLUCIÓN PATRÓN DE NITRATO DE PLATA.

- Preparar 250mL de solución de Nitrato de plata 0,01M.
- Preparar 100mL de disolución de Cloruro de sodio 0,015M (patrón primario)
- Transferir una alícuota de 10mL de la disolución de cloruro a un matraz erlenmeyer y adicionar 100mL de agua destilada y 1 mL de solución indicadora de cromato de potasio al 5% m/v.
- Homogenizar la muestra.
- Valorar lentamente con la disolución de nitrato de plata 0.010 M agregando lentamente (se observa primero un precipitado blanco de cloruro de plata y por último uno rojo de cromato de plata).

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	52 de 78

Nota: Es conveniente conservar las disoluciones de plata en recipientes de color ámbar, debido a la facilidad de reducción de las sales de plata a plata metálica.

b) VALORACIÓN DEL CLORURO

- En un Erlenmeyer ponga 100mL de muestra de agua problema.
- Mida el pH de la muestra y de ser necesario añada hidrógeno carbonato de sodio para asegurar un pH cercano a 8.
- Añada 1mL de indicador de cromato de potasio
- Valore con la disolución patrón de nitrato de plata hasta observar la aparición de un precipitado rojo ladrillo (cromato de plata) que permanecerá por lo menos 30 segundos.
- Repetir esta operación dos veces más.

Nota: Se recomienda tener el matraz de la valoración sobre un fondo blanco como papel.

7. NIVEL DE RIESGO

Medio.

No olvidar que la eficiencia y buenos resultados en la práctica de laboratorio, además de la seguridad del personal que ejecuta la práctica dependen del cumplimiento de ciertas normas, que aunque en su mayoría se derivan del sentido común, es necesario hacer nota para tenerlas presentes.

- Manipular los reactivos con guantes (preferiblemente de nitrilo).
- Uso de bata manga larga completamente cerrada, además de zapato cerrado y cabello recogido.
- Dejar el sitio de trabajo completamente limpio y ordenado, arrojando los desechos en los sitios designados para ello.

8. BIBLIOGRAFÍA

- Arenas, J. G. Química analítica cuantitativa. Bucaramanga: ediciones UIS.
- Chang, Raymond y College, Williams. Química. (7ª ed.). Bogata: McGraw-Hill, 2002. 1001p.
- Holler, F.J.; Skoog, D.A. y West, D.M. Química Analítica. (6ª ed.), McGraw-Hill, 1995
- Ellis, D.W.; L.F. Hamilton y S.G. Simpson. Cálculos de Química Analítica. (6ª ed.), McGraw-Hill, 1989.
- Skoog Douglas A. y West Donald; Introducción a la química analítica; Editorial Reverte, S.A.; 1986; España.

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	53 de 78

9. ANEXOS

Incluir en el pre-informe:

- Realizar los cálculos necesarios para la preparación de la disolución 0.01 M de nitrato de plata (250mL) y de la disolución patrón de cloruro sódico 0,015 M (100 mL)

Incluir en el reporte:

1. Haga los cálculos de las soluciones empleadas en esta práctica.
2. ¿La titulación por el método de Mohr tiene límites de pH?
3. ¿El resultado de esta práctica se vería afectado si se realizara la titulación a aproximadamente 80°C?
4. ¿Qué pasaría con la valoración si el pH de la solución fuese demasiado bajo?
5. ¿Por qué es necesario ajustar a 8 el pH de la reacción?
6. ¿Cuáles son las posibles interferencias en este método?
7. Determinar la concentración exacta de cloruro en la muestra analizada, en mg/L.
8. ¿Podría realizarse la determinación de cloruros en aguas mediante un método gravimétrico? ¿por qué?

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	54 de 78

1. TITULO

Laboratorio 9. Determinación de calcio en un suplemento

2. OBJETIVO

- Determinar el contenido de calcio en un suplemento (Caltrate® 600).
- Afianzar los conceptos básicos del análisis volumétrico.

3. MARCO TEÓRICO

El calcio (Ca) es un elemento químico, con número atómico 20 y masa atómica 40,078 g/mol. Este elemento, se encuentra en el medio interno de los organismos como ion calcio (Ca^{2+}) o formando parte de otras moléculas; en algunos seres vivos se halla precipitado en forma de esqueleto interno (huesos de los vertebrados) o externo (concha de los moluscos). Los iones de calcio actúan de cofactor en muchas reacciones enzimáticas, intervienen en el metabolismo del glucógeno y, junto al potasio y el sodio, regulan la contracción muscular. El porcentaje de calcio en los organismos es variable y depende de las especies.

Además de su función en la construcción y mantenimiento de huesos y dientes, el calcio también tiene numerosas funciones metabólicas. Afecta la función de transporte de las membranas celulares, actuando como un estabilizador de la membrana. También influye en la transmisión de iones a través de las membranas, y la liberación de neurotransmisores. Se requiere calcio en la transmisión nerviosa y en la regulación de los latidos cardíacos. El equilibrio adecuado de los iones de calcio, sodio, potasio y magnesio mantiene el tono muscular y controla la irritabilidad nerviosa.

Por su importancia, el calcio es el constituyente mayoritario de suplementos alimenticios como el Caltrate® 600, que es ingerido para fortalecer la densidad ósea. El calcio divalente forma complejos con reactivos complejantes como el EDTA y esta reacción es aprovechada para la determinación del contenido de calcio en este suplemento comercial. El punto de equivalencia se usa el negro de eriocromo, que forma un complejo menos estable con el calcio.

La valoración complexométrica (o Quelatometría) es una forma de análisis volumétrico basado en la formación de compuestos poco disociados: fluoruro de aluminio, halogenuros de mercurio, cianuro de plata. Se suele utilizar la formación de un complejo coloreado para indicar el punto final de la valoración. Estas valoraciones son útiles para la determinación de una mezcla de diferentes iones

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	55 de 78

metálicos en solución. Generalmente se utiliza un indicador capaz de producir un cambio de color nítido para detectar el punto final de la valoración.

El ácido etilendiaminotetraacético (EDTA o AEDT), tiene cuatro grupos carboxilo y dos grupos amino que pueden actuar como donantes de pares de electrones, o bases de Lewis. La capacidad del EDTA para potencialmente donar hasta sus seis pares de electrones libres, para la formación de enlaces covalentes coordinados, a los cationes metálicos hace del EDTA un ligando hexadentado. Sin embargo, en la práctica el EDTA está, por lo general, sólo parcialmente ionizado, y por lo tanto forma menos de seis enlaces covalentes coordinados con los cationes metálicos. El EDTA forma un complejo octaédrico con la mayoría de los cationes metálicos divalentes, M^{2+} , en solución acuosa. La principal razón de que el EDTA se utilice tan ampliamente en la estandarización de soluciones de cationes metálicos es que la constante de formación de la mayoría de los complejos catión metálico-EDTA es muy alta.

Para determinar cuándo se ha alcanzado el punto final en las valoraciones de cationes metálicos utilizando EDTA, casi siempre es necesario utilizar un indicador complexométrico. Los indicadores más comunes son colorantes orgánicos como el Negro sulfónico, Negro de eriocromo T, Rojo de eriocromo B o Murexida. Estos colorantes se unen a los cationes metálicos en solución para formar complejos coloreados. Sin embargo, como el EDTA se une a los cationes metálicos mucho más fuertemente que al colorante utilizado como indicador, el EDTA se desplaza el colorante de los cationes metálicos de la solución analito. Un cambio de color en la solución que está siendo valorada indica que todo el colorante ha sido desplazado de los cationes metálicos en solución, y que se ha alcanzado el punto final. De esta forma, el indicador libre (más que el complejo metálico) sirve como indicador de punto final.

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

- | | |
|---------------------------------|--|
| 1 Balanza Analítica | 1 Soporte con pinza |
| 1 Mortero con pistilo | *Toallas de papel |
| 2 Erlenmeyer de 250mL | *Guantes desechables |
| 1 Embudo | *Gotero |
| 2 Varilla de agitación | * Suministrado por los estudiantes. |
| 2 Vidrios de reloj | |
| 1 Espátula | |
| 2 Vasos de precipitado de 100mL | |
| 1 Plancha de agitación | |
| 1 Agitador magnético | |
| 1 Pipeta de 10 mL | |
| 1 bureta | |

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	56 de 78

5. REACTIVOS

Solución EDTA 0,1M
 Ácido clorhídrico concentrado
 Amoniaco

Agua destilada
 Indicador Negro Eriocromo T (NET)
 * **Suministrado por los estudiantes.**

RECUERDE: No se permitirá el ingreso de estudiantes que lleguen al laboratorio sin el material solicitado, por tanto asegúrese de llevar el material contemplado en la guía.

6. PROCEDIMIENTO

- Prepare la solución de EDTA y estandarícela con una solución patrón de CaCl_2
- Pese 5 tabletas del complejo de calcio por triplicado
- Pulverice una de las tabletas en el mortero
- Pese por triplicado alrededor de 50mg de polvo de tableta en vasos de precipitado
- Agregue a cada vaso de precipitado 1mL de HCl concentrado.
- Agregar aproximadamente 20mL de agua destilada y agite continuamente en una plancha de agitación con una barra magnética.
- Ajuste el pH a 10, adicionando lentamente amoniaco concentrado con un gotero.
- Valore la solución resultante con EDTA 0,1M usando como indicador Negro Eriocromo hasta el vire de rojo a azul.

7. NIVEL DE RIESGO

Muchos de estos compuestos son tóxicos y/o cancerígenos. No dejar botellas abiertas o muestras reposando en el área de trabajo. Preparar las soluciones en la vitrina extractora de gases. Limpiar cualquier derrame. Disponer de los desechos orgánicos en los contenedores apropiados.

8. BIBLIOGRAFÍA

- Arenas, J. G. Química analítica cuantitativa. Bucaramanga: ediciones UIS.
- Chang, Raymond y College, Williams. Química. (7ª ed.). Bogotá: McGraw-Hill, 2002. 1001p.
- Holler, F.J.; Skoog, D.A. y West, D.M. Química Analítica. (6ª ed.), McGraw-Hill, 1995
- Ellis, D.W.; L.F. Hamilton y S.G. Simpson. Cálculos de Química Analítica. (6ª ed.), McGraw-Hill, 1989.

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	57 de 78

9. ANEXOS

Incluya en el pre-informe:

- Investigar acerca del uso del EDTA en valoraciones complexométricas.
- Investigar qué influencia tiene el pH en estas valoraciones que utilizan EDTA.
- Investigar sobre el uso de los indicadores metalocrómicos en las valoraciones complejométricas

Incluya en el informe:

- Expresar la reacción de valoración y calcular su valor de K_{eq} y K_{eq}' .
- Calcular el porcentaje de calcio en la muestra como Ca y como $CaCO_3$
- Determinar el contenido de calcio (en mg) en la muestra pesada y en una tableta.
- Trazar la curva teórica $pCa = f(mL\ EDTA)$ considerando las condiciones experimentales de la práctica. Justificar el uso de este indicador bajo estas condiciones.
- ¿Cómo funciona el NET para indicar el punto de equivalencia de la reacción?
Explicar

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	58 de 78

1. TITULO

Laboratorio 10. Método analítico para la determinación de humedad

2. OBJETIVO

- Establecer los pasos a seguir para efectuar la determinación de humedad (perdida por secado) en una muestra dada. Para este laboratorio se usaran diferentes tipos de harinas (trigo, arroz, maíz, cebada, avena).
- Comparar el resultado obtenido con otros tipos de harinas encontradas en el mercado.

3. MARCO TEÓRICO

Para muchos materiales el contenido de agua es una de las propiedades índice más significativa. El contenido gravimétrico de agua de un material es definido como la relación de la masa del agua de los poros, o agua libre, en una masa dada de material respecto a la masa de sólidos que lo constituyen.

Método: Una muestra se seca en un horno hasta que alcance una masa constante; la pérdida de masa debido al secado se considera que está constituida por agua. El contenido de agua se calcula como la relación a partir de la masa de agua y de la masa de la muestra seca. El porcentaje de sólidos totales es la diferencia entre el 100% y el porcentaje de humedad. Este método aplica para todo el producto en proceso y para el producto terminado.

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

1 Balanza Analítica	1 Estufa 150 °C
1 Espátula	1 Desecador
3 Capsulas de porcelana	*Toallas de papel
1 Pinza para capsula	*Guantes desechables

5. REACTIVOS

*Harina (mínimo 3 marcas diferentes)
Nota: Cada grupo llevara una marca

diferente de harina.
*** Suministrado por los estudiantes.**

RECUERDE: No se permitirá el ingreso de estudiantes que lleguen al laboratorio sin el material solicitado, por tanto asegúrense de llevar el material correspondiente.

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	59 de 78

6. PROCEDIMIENTO

A. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA:

Se toma una muestra de 100g aproximadamente de producto en proceso y/o producto terminado y se homogeniza dentro de una bolsa, posteriormente se tomará la cantidad necesaria para realizar el análisis.

B. DETERMINACIÓN DEL PORCENTAJE DE HUMEDAD:

5. En una cápsula de porcelana previamente tarada, pesar de 3 a 4 g de muestra a evaluar en la balanza analítica.
6. Colocar la capsula de porcelana con la muestra, en la estufa a 105°C durante dos horas (manejar la capsula de porcelana con las pinzas).
7. Sacar de la estufa la capsula de porcelana con ayuda de las pinzas, pasándola de inmediato al desecador, manteniéndola durante media hora y proceder a pesar en la balanza analítica.
8. Colocar la muestra durante media hora en la estufa, hasta obtener peso constante y enfríe en el desecador por 10 minutos y pese.
9. Continuar este procedimiento hasta obtener 0.005g. de diferencia.
10. Calcular el porcentaje de humedad.
11. Determinar porcentaje de sólidos totales.

7. NIVEL DE RIESGO

No manipular la mufla con guantes.

8. BIBLIOGRAFÍA

- Arenas, J. G. Química analítica cuantitativa. Bucaramanga: ediciones UIS.
- Chang, Raymond y College, Williams. Química. (7ª ed.). Bogota: McGraw-Hill, 2002. 1001p.
- Holler, F.J.; Skoog, D.A. y West, D.M. Química Analítica. (6ª ed.), McGraw-Hill, 1995
- Ellis, D.W.; L.F. Hamilton y S.G. Simpson. Cálculos de Química Analítica. (6ª ed.), McGraw-Hill, 1989.

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	60 de 78

9. ANEXOS

Incluir en el informe:

- 1 ¿Qué tipos de métodos gravimétricos existen?
- 2 ¿A cuál pertenece la presente práctica? ¿Por qué?
- 3 Comparar el contenido de humedad con diferentes tipos de harinas analizadas en la clase.

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	61 de 78

1. TITULO

Laboratorio 11. Método analítico para la determinación de cenizas

2. OBJETIVO

- Establecer los pasos a seguir para efectuar la determinación de cenizas (por calcinación) en una muestra dada. Para este laboratorio se usaran diferentes tipos de harinas (trigo, arroz, maíz, cebada, avena).
- Comparar el resultado obtenido con otros tipos de harinas encontradas en el mercado.

3. MARCO TEÓRICO

El porcentaje de cenizas da una idea del contenido total de minerales en la muestra. El porcentaje de cenizas de un material es definido como la relación de la masa del agua de los poros, o agua libre, en una masa dada de material respecto a la masa de sólidos que lo constituyen.

Método: Una muestra se calcina en un horno hasta que alcance una masa constante; la masa debido a la calcinación se considera que está constituida por minerales. El porcentaje de ceniza se calcula como la relación a partir de la masa de minerales (cenizas) y de la masa de la muestra seca. Este método aplica para todo el producto en proceso y para el producto terminado.

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

1 Balanza Analítica	1 Mufia
1 Espátula	1 Desecador
3 Crisol de porcelana	* Toallas de papel
1 Pinza para crisol	** Suministrado por los estudiantes.

5. REACTIVOS

*Harina (suministrada por el estudiante)

Nota: Cada grupo llevara una marca diferente de harina.

*** Suministrado por los estudiantes.**

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	62 de 78

RECUERDE: No se permitirá el ingreso de estudiantes que lleguen al laboratorio sin el material solicitado, por tanto asegúrense de llevar el material contemplado en la guía.

6. PROCEDIMIENTO

A. Preparación de la muestra:

Se toma una muestra de 100g aproximadamente de producto en proceso y/o producto terminado y se homogeniza dentro de una bolsa, posteriormente se tomará la cantidad necesaria para realizar el análisis.

B. Determinación del porcentaje de Cenizas:

- En un crisol de porcelana previamente tarado, pesar de 3 a 4 g de muestra a evaluar en la balanza analítica.
- Colocar el crisol de porcelana con la muestra, en el horno a 550°C hasta obtención de cenizas blanca, gris claro o gris oscuro (manejar el crisol de porcelana con las pinzas).
- Sacar del horno el crisol de porcelana con ayuda de las pinzas, pasándolo de inmediato al desecador, manteniéndola durante media hora y proceder a pesar en la balanza analítica.
- Colocar la muestra durante una hora en el horno, hasta obtener peso constante y enfriar en el desecador por 10 minutos y pesar.
- Continuar este procedimiento hasta obtener 0.005g. de diferencia.
- Calcular el porcentaje de cenizas.

C. Determinación del porcentaje de Cenizas de una muestra viscosa

- Siga las indicaciones del docente para encontrar el porcentaje de cenizas en la muestra que le será entregada por el mismo.

7. NIVEL DE RIESGO

Muchos de estos compuestos son tóxicos y/o cancerígenos. No dejar botellas abiertas o muestras reposando en el área de trabajo. Preparar las soluciones en la vitrina extractora de gases. Limpiar cualquier derrame. Disponer de los desechos orgánicos en los contenedores apropiados.

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	63 de 78

8. BIBLIOGRAFÍA

- Arenas, J. G. Química analítica cuantitativa. Bucaramanga: ediciones UIS.
- Chang, Raymond y College, Williams. Química. (7^a ed.). Bogota: McGraw-Hill, 2002. 1001p.
- Holler, F.J.; Skoog, D.A. y West, D.M. Química Analítica. (6^a ed.), McGraw-Hill, 1995
- Ellis, D.W.; L.F. Hamilton y S.G. Simpson. Cálculos de Química Analítica. (6^a ed.), McGraw-Hill, 1989.

9. ANEXOS

1. ¿Qué tipos de métodos gravimétricos existen?
2. ¿A cuál pertenece la presente práctica? ¿por qué?
3. Comparar el contenido de cenizas con diferentes tipos de harinas analizadas en la clase.

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	64 de 78

1. TITULO

Laboratorio 12. Determinación gravimétrica de SiO₂ en un Cemento

2. OBJETIVO

- Determinar el contenido de SiO₂ en una muestra de cemento
- Afianzar los conceptos básicos del análisis gravimétrico

3. MARCO TEÓRICO

Los cementos Portland típicos consisten en mezclas de silicato tricálcico (3CaO·SiO₂), aluminato tricálcico (3CaO·Al₂O₃) y silicato dicálcico (2CaO·SiO₂) en diversas proporciones, junto con pequeñas cantidades de compuestos de hierro y magnesio. Para retardar el proceso de endurecimiento se suele añadir yeso.

Los compuestos activos del cemento son inestables, y en presencia de agua reorganizan su estructura. El endurecimiento inicial del cemento se produce por la hidratación del silicato tricálcico, el cual forma una sílice (dióxido de silicio) hidratada gelatinosa e hidróxido de calcio. Estas sustancias cristalizan, uniendo las partículas de arena o piedras —siempre presentes en las mezclas de argamasa de cemento— para crear una masa dura. El aluminato tricálcico actúa del mismo modo en la primera fase, pero no contribuye al endurecimiento final de la mezcla. La hidratación del silicato dicálcico actúa de modo semejante, pero mucho más lentamente, endureciendo poco a poco durante varios años. El proceso de hidratación y asentamiento de la mezcla de cemento se conoce como curado, y durante el mismo se desprende calor.

El cemento Portland se fabrica a partir de materiales calizos, por lo general piedra caliza, junto con arcillas, pizarras o escorias de altos hornos que contienen óxido de aluminio y óxido de silicio, en proporciones aproximadas de un 60% de cal, 19% de óxido de silicio, 8% de óxido de aluminio, 5% de hierro, 5% de óxido de magnesio y 3% de trióxido de azufre. Ciertas rocas llamadas rocas cementosas presentan en su composición estos elementos en proporciones adecuadas y se puede obtener cemento a partir de ellas sin necesidad de emplear grandes cantidades de otras materias primas. No obstante, las cementeras suelen utilizar mezclas de diversos materiales.

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	65 de 78

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

1 Balanza Analítica	1 Probeta de 50mL
2 Erlenmeyer de 250mL	2 Vasos de precipitado de 100mL
1 Embudo	1 Plancha de calentamiento
2 Varilla de agitación	3 Papel filtro
2 Vidrios de reloj	1 Pipeta de 10 mL
1 Espátula	1 Pipeteador
1 Vaso de precipitado de 250mL	1 Churrusco
2 Crisol de porcelana	*Toallas de papel
1 Pinza para crisol	*Guantes desechables
1 Mufla	*Gotero
1 Desecador	* Suministrado por los estudiantes.

5. REACTIVOS

Ácido clorhídrico (1:1)	Agua destilada
Ácido clorhídrico concentrado	*Cemento
Solución de nitrato de plata	* Suministrado por los estudiantes.

RECUERDE: No se permitirá el ingreso de estudiantes que lleguen al laboratorio sin el material solicitado, por tanto asegúrense de llevar el material contemplado en la guía.

6. PROCEDIMIENTO

a) Preparación de la muestra: Pesar exactamente una muestra que este comprendida entre 0.45 y 0.55 gramos, transferirla cuantitativamente a un vaso de precipitados, agregar 20mL de solución de ácido clorhídrico (1:1) y evaporar lentamente a sequedad.

Nota: se debe evitar que parte de la solución o del residuo sean proyectados fuera del vaso durante el proceso de calentamiento. Si esto sucede, se debe iniciar el análisis nuevamente. Para evitar este hecho se tapa el vaso con un vidrio de reloj.

b) Filtración: al residuo seco se le agrega 1.5mL de ácido clorhídrico concentrado y luego 20mL de agua destilada, se agita de tal forma que se moje todo el sólido, luego se añaden 20mL de agua destilada y se agita; después de 5 minutos de reposo se filtra en papel franja negra y luego se lava bien con agua caliente unas seis veces o más hasta que el filtrado que se desprende del embudo no tenga cloruros (comprobar la presencia de cloruros adicionando a unas gotas del filtrado

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	66 de 78

una gota de una solución de nitrato de plata, la formación de una solución blanca indica la presencia de cloruros). El filtrado se desecha.

c) Calcinación: Lavar y secar un crisol de porcelana, luego calcinarlo en una mufla a 900°C durante media hora, dejarlo enfriar en un desecador y pesarlo. Pasar el residuo obtenido junto con el papel al crisol pesado anteriormente y colocarlo en un calentador eléctrico hasta carbonizar el papel, evitar la formación de llama, luego calcinar en una mufla a 900°C durante una hora, dejar enfriar en un desecador y pesar.

d) Calculo:

$\%SiO_2 = \text{peso del precipitado obtenido} \times 100 / \text{peso de la muestra}$.

7. NIVEL DE RIESGO

Muchos de estos compuestos son tóxicos y/o cancerígenos. No dejar botellas abiertas o muestras reposando en el área de trabajo. Preparar las soluciones en la vitrina extractora de gases. Limpiar cualquier derrame. Disponer de los desechos orgánicos en los contenedores apropiados.

8. BIBLIOGRAFÍA

- Arenas, J. G. Química analítica cuantitativa. Bucaramanga: ediciones UIS.
- Chang, Raymond y College, Williams. Química. (7ª ed.). Bogata: McGraw-Hill, 2002. 1001p.
- Holler, F.J.; Skoog, D.A. y West, D.M. Química Analítica. (6ª ed.), McGraw-Hill, 1995
- Ellis, D.W.; L.F. Hamilton y S.G. Simpson. Cálculos de Química Analítica. (6ª ed.), McGraw-Hill, 1989.

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	67 de 78

9. ANEXOS

Incluya en el informe:

1. ¿Qué tipos de métodos gravimétricos existen?
2. ¿A cuál pertenece la presente práctica? ¿por qué?
3. ¿Qué materias primas se usan para la fabricación del cemento?
4. ¿Por qué un alto contenido de magnesio es perjudicial para el cemento?
5. ¿Qué sustancias debe contener el cemento para que fragüe con relativa rapidez?
6. ¿Por qué se lleva a sequedad la muestra analizada antes de filtrarla?
7. ¿Qué compuesto queda en el papel filtro y cual se pesa? Escriba la reacción
8. Si es posible fabricar cemento en el laboratorio describa el método.

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	68 de 78

ANEXOS

Anexo A. Normas de seguridad en el laboratorio de química.

La realización de prácticas de laboratorio requiere atención a una serie de detalles que pueden evitar consecuencias desagradables. Las normas de seguridad en el laboratorio han sido elaboradas a partir de innumerables experiencias a lo largo y ancho de los laboratorios de química que funcionan en el mundo conocido. No son consecuencia del capricho de los profesores. Han sido propuestas para minimizar accidentes y proporcionar el mayor grado de seguridad posible a las personas que se dedican a la práctica de esta interesante disciplina.

Recuerde que el laboratorio es un lugar serio de trabajo. Las prácticas de laboratorio serán realizadas en grupo y cada grupo se ubicará en un determinado espacio de la mesa de trabajo, del cual debe hacerse responsable y mantenerlo limpio y en orden.

1. Antes de llegar a realizar cada una de las prácticas, LEA CUIDADOSAMENTE la guía correspondiente, preparando el pre-informe de la misma.
2. Para ingresar al laboratorio de química, es requisito inapelable:
 - El uso de bata de laboratorio. La misma debe ser de tela blanca no inflamable, manga larga y debe cubrir desde los hombros y el cuello hasta la rodilla. Igualmente debe presentar al menos un bolsillo a la altura del pecho y dos más en la parte inferior. La bata de laboratorio debe permanecer abotonada. Por su seguridad, la bata de laboratorio debe poder ser retirada con facilidad en caso de accidente, por lo mismo se recomienda el uso de botones para cerrar la misma.
 - El uso de gafas de seguridad. Las gafas de seguridad para el laboratorio de química deben ser de material transparente resistente al impacto. Deben cubrir totalmente los ojos desde el inicio de la cuenca ocular en el borde exterior del cráneo, hasta el borde externo de la nariz, en cada ojo. Igualmente debe cubrir desde la parte superior de las cejas hasta la parte inferior de la cuenca ocular. Por su seguridad, el estudiante debe permanecer con ellas permanentemente puestas el tiempo que dure la práctica. No está permitido el uso de lentes de contacto durante las prácticas de laboratorio de química. La presencia de sustancias irritantes y contaminantes puede comprometer seriamente su visión de forma permanente al penetrar entre el lente y la superficie del ojo.
 - El uso de indumentaria adecuada. No debe ingresar al laboratorio vistiendo ropas que dejen al descubierto el abdomen, las piernas o los pies.
 - Permanecer con el cabello recogido (para las personas que tiene cabello de longitud suficiente como para que el mismo pueda ser amarrado mediante un dispositivo adecuado). No está permitido el uso de gorras, sombreros, turbantes o dispositivos semejantes.
 - Al ingresar al laboratorio asegúrese de conocer la ubicación de extintores de incendio, llaves de gas, duchas y salidas de emergencia.
 - En el laboratorio está terminantemente prohibido el uso de celulares, audífonos o cualquier otro dispositivo que distraiga la atención del practicante o de sus compañeros.

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	69 de 78

- Al realizar las prácticas, solo efectúe la señalada para ese día, siguiendo las correspondientes normas de seguridad.
- Al recibir su material de manos del auxiliar de laboratorio, verifique que se encuentre en buen estado. NO ACEPTE MATERIAL AVERIADO pues todo material roto o extraviado durante la práctica será responsabilidad de los integrantes del grupo de trabajo.
- No toque las sustancias ni los aparatos de los estantes sin autorización.
- No desplace hasta su lugar de trabajo los diferentes reactivos en los frascos principales. Mida la cantidad indicada en el lugar en que estos se encuentran y luego, haciendo uso de un recipiente adecuado, desplácese hasta su lugar de trabajo, con el mismo.
- No juegue con las llaves de agua, gas, etc. que se encuentran en las mesas.
- Si deja caer sustancias químicas sobre la mesa, limpie inmediatamente.
- En caso de accidente en el que se vierta sobre sí un ácido o cualquier sustancia corrosiva, lávese inmediatamente con abundante agua.
- No toque directamente con las manos las sustancias químicas desconocidas.
- Si desea conocer el olor de una sustancia, no acerque a la cara directamente, abanique un poco de vapor a las fosas nasales, moviendo la mano sobre la sustancia o el recipiente que contiene la sustancia.
- Compruebe cuidadosamente los rótulos de los frascos de reactivos antes de usar su contenido.
- No devuelva los sobrantes de compuestos usados a los frascos originales, no introduzca objetos extraños dentro de ellos, no cambie las tapas de los frascos de reactivos por ningún motivo.
- No transite por el laboratorio con líquidos en goteros o pipetas. Cuando deba medir líquidos, tenga siempre a mano el recipiente sobre el cual va a depositar el líquido medido.
- Para medir líquidos en el laboratorio haciendo uso de goteros o pipetas, no pipetee succionando con la boca. Haga uso de las peras o de los dispositivos adecuados para cada sistema de medida.
- No transite por el laboratorio con sólidos en espátulas. Cuando deba pesar un sólido, tenga siempre a mano el recipiente sobre el cual va a depositar el sólido pesado.
- No ingiera alimentos ni bebidas durante su permanencia en el laboratorio.
- No fume dentro del laboratorio.
- Al momento de encender el mechero, verifique que las llaves y manguera correspondan al respectivo mechero.
- Antes y después del experimento, asegúrese de la limpieza de las mesas y aparatos usados, deje todo en su sitio.
- Todo material roto o extraviado durante la práctica será de responsabilidad de todos los integrantes del grupo.

OPERACIONES PELIGROSAS

1. Nunca caliente un tubo de ensayo, dirigiendo éste hacia sí o hacia algún compañero, las sustancias que se calientan, generalmente líquidas, pueden proyectarse violentamente hacia afuera, provocando un accidente.

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	70 de 78

2. Nunca prenda un mechero, abriendo totalmente la llave de gas y manteniendo la cara sobre el mismo; la presión del gas produce una llama bastante larga que podría causarle quemaduras.
3. Tenga mucho cuidado al introducir un tubo o un termómetro a través de un tapón de corcho o caucho. La presión deberá ejercerse sobre el tubo en un punto próximo al tapón; si se presiona desde el extremo opuesto, se tendrá mayor facilidad, pero puede producirse una palanca que fácilmente lo rompa, es aconsejable cubrirse la mano con un guante de cuero grueso y humedecer en agua, aceite o álcali el tubo o termómetro.
4. Emplee siempre la pinza para coger los tubos, especialmente cuanto está efectuando calentamiento. Recuerde que el tubo no siempre se pone rojo cuando está lo suficientemente caliente, como para producir dolorosas quemaduras.
5. Mantenga lejos de la cara, extendiendo bien los brazos, toda clase de reactivos cuando por primera vez se ha de verificar alguna reacción química. Muchas veces ésta desprende gran cantidad de calor, que puede proyectar violentamente los reactantes fuera del tubo.
6. Siempre que deba hacer soluciones acuosas de ácidos y bases fuertes, VIERTA EL REACTIVO SOBRE EL AGUA y no al contrario. El incumplimiento de esta norma puede causar salpicaduras, quemaduras graves e incluso explosiones.

EN CASO DE ACCIDENTE

- EN CUALQUIER TIPO DE INCENDIO, inmediatamente cerrar toda llave de salida de gas. Si la llama es pequeña, puede ser apagada con una toalla húmeda o con el extintor.
- ÁCIDOS EN LA ROPA: Si cae algo de ácido en el vestido, aplicar inmediatamente solución de amoníaco. Si la cantidad derramada es muy grande, retire la ropa rápidamente y coloque al accidentado bajo la ducha de emergencia. Lave con abundante agua. En caso de accidente, el pudor debe ser dejado en segundo plano pues prima la seguridad y la salud.
- FUEGO EN LA ROPA: Inmediatamente cubrir con una manta o con una toalla. De ser necesario, retire la ropa rápidamente y coloque al accidentado bajo la ducha de emergencia. Lave con abundante agua. En caso de accidente, el pudor debe ser dejado en segundo plano pues prima la seguridad y la salud.
- INCENDIO DE REACTIVOS: Cuando hay incendios en vasos o frascos de laboratorio, tapar inmediatamente la boquilla de éstos con una plancha de asbesto o con una toalla húmeda. Para incendios mayores usar el extintor.
- CORTES, producidos por roturas de tubos de vidrio o termómetros, deben ser lavados con agua, aplicar un antiséptico y luego una venda.
- ÁCIDOS EN LOS OJOS: Lavar inmediatamente la parte afectada con bastante agua, luego con una solución saturada de ácido bórico o una solución de ácido acético al 1%; secar y poner dentro del ojo unas gotas de aceite de oliva.
- ÁLCALI EN LOS OJOS: Lavar inmediatamente la parte afectada con bastante agua, luego con una solución saturada de ácido bórico.

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	71 de 78

QUEMADURAS PRODUCIDAS POR:

- **ÁCIDOS:** Lavar con bastante agua, luego con una solución saturada de bicarbonato de sodio, volver a lavar con agua, secar con gasa y aplicar picrato de butesina.
- **FENOL:** Lavar con alcohol al 50% con una solución de agua de bromo al 1%, secar y aplicar vaselina.
- **BROMO:** Lavar con bastante agua, luego con una solución concentrada de bisulfito de sodio hasta eliminar el bromo lavar con agua, secar y aplicar vaselina.
- **FUEGO:** Las quemaduras por fuego o por contacto con objetos calientes se alivian, aplicando a la parte afectada picrato de butesina.

ATENCIÓN: EN CASOS GRAVES, SOLICITAR ATENCIÓN MEDICA.

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	72 de 78

Anexo B. Presentación de referencias bibliográficas.

Para referenciar textos de internet:

Autores, fecha de publicación del escrito, título del artículo. Consultado (fecha en que bajaron la información), de: (dirección electrónica).

Elder, Linda y Paul, Richard, 15/11/2005 11:40, El arte de formular preguntas esenciales, consultado 13 de junio de 2007, de <http://www.colombiaaprende.edu.co/html/mediateca/1607/article-90456.html>

Para Referenciar libros:

Apellido del autor, Nombre del autor. Nombre del Libro. Edición. Ciudad: Editorial, Año de publicación. Paginas (#p).

Chang, Raymond y College, Williams. Química. (7a ed.). Bogotá: McGraw-Hill, 2002. 1001p.

Para referenciar normas:

Autor corporativo. Título: subtítulo, publicación. Paginación: il. (Serie y número de la norma).

COMISIÓN PANAMERICANA DE NORMAS TÉCNICAS. Ferro molibdeno: Método gravimétrico con ácido nítrico para la determinación de azufre. Buenos Aires: COPANT, 1976. 3p. (COPANT 345).

Presentación de tablas y figuras:

Las tablas y figuras citadas en el texto, deben estar enumeradas, nombradas y referenciadas si no son propias, como se muestra en la tabla 1 y la figura 1 que se dan a continuación.

Tabla 1. Contenido de calcio en varias leches utilizadas en los países en desarrollo. Tomada de B., Fuentes, 2003.

Fuente de leche	Contenido de calcio (mg/100 mL)
Humana	32
Vaca	119
Camello	120
Cabra	134
Búfalo de agua	169
Oveja	193

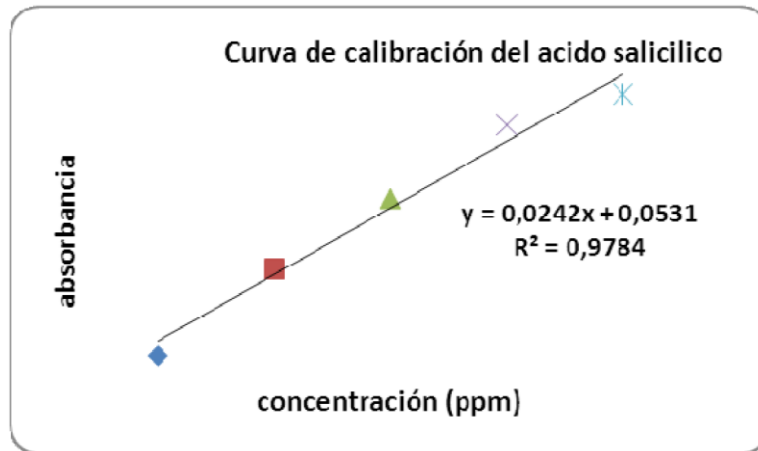


Figura 1. Curva de calibración para determinar la cantidad de ácido salicílico en tabletas de analgésico. Imagen Propia.

Anexo C. Factores de conversión

Ilustración 2. Factores de conversión básicos.

Propiedad	Unidad	Equivalencia	Propiedad	Unidad	Equivalencia
Longitud	1 pulg	2,54 cm	Volumen	1 L	1000 cm ^{3c}
	100 cm	1 m		1 pulg ³	16,387 cm ³
	1 milla	5280 pie		1 pie ³	28,317 L
	1 m	3,2808 pie		1 m ³	1000L
	1m	39,37 pulg		1m ³	35,313 pie ³
Masa	1 Kg	1000g	Viscosidad	1 cp	0,01 g/cm*s
	1 lb	453,59 g		1 cp	2,4191 lb/pie*h
	1 Ton	1000 Kg		1 Pa*s	1000 cp
	1 lb	16 oz		1 cp	10-3 N*s/m ²
	1 Kg	2,2046 lb		1 cp	6,7197*10 ⁻⁴ lb/pie*s

Tomado de Perry's Chemical Engineers Handbook. Página 1-17.

Tabla 2. Conversión de temperaturas.

Temperatura Inicial	Para pasar a	Aplicar
Celsius	Fahrenheit	$^{\circ}\text{F} = (9/5) ^{\circ}\text{C} + 32$
	Kelvin	$\text{K} = ^{\circ}\text{C} + 273,15$
	Rankine	$^{\circ}\text{R} = (9/5) (^{\circ}\text{C} + 273,15)$
Fahrenheit	Celsius	$^{\circ}\text{C} = (5/9) (^{\circ}\text{F} - 32)$
	Kelvin	$\text{K} = (5/9) (^{\circ}\text{F} - 32) + 273,15$
	Rankine	$^{\circ}\text{R} = ^{\circ}\text{F} + 459,67$
Kelvin	Celsius	$^{\circ}\text{C} = \text{K} - 273,15$
	Rankine	$^{\circ}\text{R} = (9/5) \text{K}$
Rankine	Fahrenheit	$^{\circ}\text{F} = ^{\circ}\text{R} - 459,67$
	Kelvin	$\text{K} = (5/9) ^{\circ}\text{R}$

Tomado de CRC Handbook of Chemistry and Physics. Página 1-46.

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	75 de 78

Tabla 3. Factores de Conversión de Presión.

	Pa	KPa	Mpa	bar	Atm	Torr	mmHg	psi
Pa	1	0,001	1,00E-06	1,00E-05	9,8692E-06	7,5006E-03	7,5006E-03	1,4504E-04
KPa	1000	1	0,001	0,01	9,8692E-03	7,5006	7,5006	0,1450377
MPa	1000000	1000	1	10	9,8692	7500,6	7500,6168	145,0377
bar	100000	100	0,1	1	0,98692	750,06	750,0617	14,50377
Atm	101325	101,325	0,101325	1,01325	1	760	760	14,69594
Torr	133,322	0,133322	1,3332E-04	1,3332E-03	1,3158E-03	1	760	1,9337E-02
mmHg	133,3224	0,1333	1,3332E-04	1,3332E-03	1,3158E-03	1,32E-03	1	1,9337E-02
psi	6894,7614	6,8948	6,8948E-03	0,0689	0,0680	51,7150	51,7150	1

Tomado de CRC Handbook of Chemistry and Physics. Página 1-49.

Anexo D. Propiedades fisicoquímicas de sustancias comunes.

Tabla 4. Índice de refracción de algunas sustancias.

Sustancia	Temp. °C	Índice de Refracción
Agua	20	1,33336
H ₂ O ₂	28	1,4061
CO ₂	24	1,6630
HNO ₃	25	1,393
H ₂ SO ₄	20	1,4183
Ac. Acético	25	1,0446
Etanol	20	1,3611
1-Propanol	25	0,7997
Iso-propanol	25	0,7809
1-Butanol	20	0,8095
2-Butanol	20	0,8063
n-Octano	25	0,6986

Tomado de CRC Handbook of Chemistry and Physics. Página 4-136.

Ilustración 3. Tabla 5. Viscosidad de algunas sustancias.

Sustancia	Temp. °C	μ (cp)
Agua	25	0,890
Hg	25	1,526
CCl ₄	25	0,908
Metanol	25	0,544
Acetonitrilo	25	0,369
Ac. Acético	25	1,056
Etanol	25	1,074
Acetona	25	0,306
n-propanol	25	1,945
Iso-propanol	25	2,038

Tomado de CRC Handbook of Chemistry and Physics. Página 6-186.



Tabla 3. Densidad del Agua en función de la temperatura.

T, K	ρ , kg/m ³	T, K	ρ , kg/m ³	T, K	ρ , kg/m ³
273,160	999,793	352	972,479	432	908,571
274	999,843	354	971,235	434	906,617
276	999,914	356	969,972	436	904,645
278	999,919	358	968,689	438	902,656
280	999,862	360	967,386	440	900,649
282	999,746	362	966,064	442	898,624
284	999,575	364	964,723	444	896,58
286	999,352	366	963,363	446	894,519
288	999,079	368	961,984	448	892,439
290	998,758	370	960,587	450	890,341
292	998,392	372	959,171	452	888,225
294	997,983	374	957,737	454	886,089
296	997,532	376	956,285	456	883,935
298	997,042	378	954,815	458	881,761
300	996,513	380	953,327	460	879,569
302	995,948	382	951,822	462	877,357
304	995,346	384	950,298	464	875,125
306	994,711	386	948,758	466	872,873
308	994,042	388	947,199	468	870,601
310	993,342	390	945,624	470	868,31
312	992,61	392	944,03	472	865,997
314	991,848	394	942,42	474	863,664
316	991,056	396	940,793	476	861,31
318	990,235	398	939,148	478	858,934
320	989,387	400	937,486	480	856,537
322	988,512	402	935,807	482	854,118
324	987,61	404	934,111	484	851,678
326	986,682	406	932,398	486	849,214
328	985,728	408	930,668	488	846,728
330	984,75	410	928,921	490	844,219
332	983,747	412	927,157	492	841,686
334	982,721	414	925,375	494	839,13
336	981,671	416	923,577	496	836,549
338	980,599	418	921,761	498	833,944
340	979,503	420	919,929	500	831,313
342	978,386	422	918,079	502	828,658
344	977,247	424	916,212	504	825,976
346	976,086	426	914,328	506	823,269
348	974,904	428	912,426	508	820,534
350	973,702	430	910,507	510	817,772

Tomado de Perry's Chemical Engineers Handbook. Página 2-96.

Anexo E. Bibliografía de interés

	Guía Unificada del Laboratorio de Análisis Químico cuantitativo	Código	FLA-23 V. 00
		Página	78 de 78

- Briceño, Carlos Omar y Rodríguez de Cáceres, Lilia. QUÍMICA. Bogotá: Editorial Educativa, 1993. 681p.
- Buscarons, F.; Capitán, F. y Capitán, L.F. Análisis inorgánico cualitativo sistemático. Séptima edición. Barcelona: Reverté, 1986.
- Chang, Raymond. QUÍMICA. México: McGraw-Hill, 1992. 1064p.
- Cotton, A. y Wilkinson, G. Química Inorgánica Básica. Limusa, 2002.
- Finn, Edward J. y Alonso, Marcelo. Física Vol II Interacciones y campos. Addison-Wesley Iberoamericana, 1995. 970p.
- Guzmán, D, D., Jiménez, Z. J., Polanco, H. V., Ulloa, C. E. Introducción a la técnica Instrumental. Primera Edición. México: Instituto Politécnico Nacional, 2001.
- Holler, F.J.; Skoog, D.A. y West, D.M. Química Analítica. (6ª ed.). Mexico: McGraw-Hill, 1995.
- Ladrón de Guevara O. Guía de seguridad para Laboratorios con Agentes Químicos. Instituto de Investigaciones Biomédicas
- Mahan, Bruce H. QUÍMICA, curso universitario. México: Addison-Wesley Iberoamericana, 1986. 814p.
- Mallinckodt, Laboratory Chemicals Catalog. 1999-2000.
- Manual Merck, Productos y reactivos químicos. 1999-2000
- Mortimer, R. G. Physical Chemistry. 3ª. Edición. Canada: Elsevier Academic Press, 2008.
- Perry, R. H. Perry's chemical engineers' handbook. 7ª. Edición. New York: McGraw-Hill, 1999.
- Petrucci, Ralph, Harwood, William y Herring Geoffrey. Química General. 8ª Edición. Madrid: Prentice Hall, 2003. 1178p.
- Poling, B. E., Prausnitz, J. M., y O'Connell, J. P. The Properties of Gases and Liquids, 5ª. Edición. 2004. Digital Engineering Library @ McGraw-Hill. De: (www.digitalengineeringlibrary.com).

Páginas Web recomendadas.

<http://www.fichasdeseguridad.com/>
<http://www.ilpi.com/msds/index.html>
http://www.mtas.es/insht/ntp/ntp_459.htm
http://www.mtas.es/insht/ntp/ntp_005.htm
http://www.creaf.uab.es/propies/pilar/LibroRiesgos/13_Cap%C3%ADtulo12.pdf
www.virtualpro.com