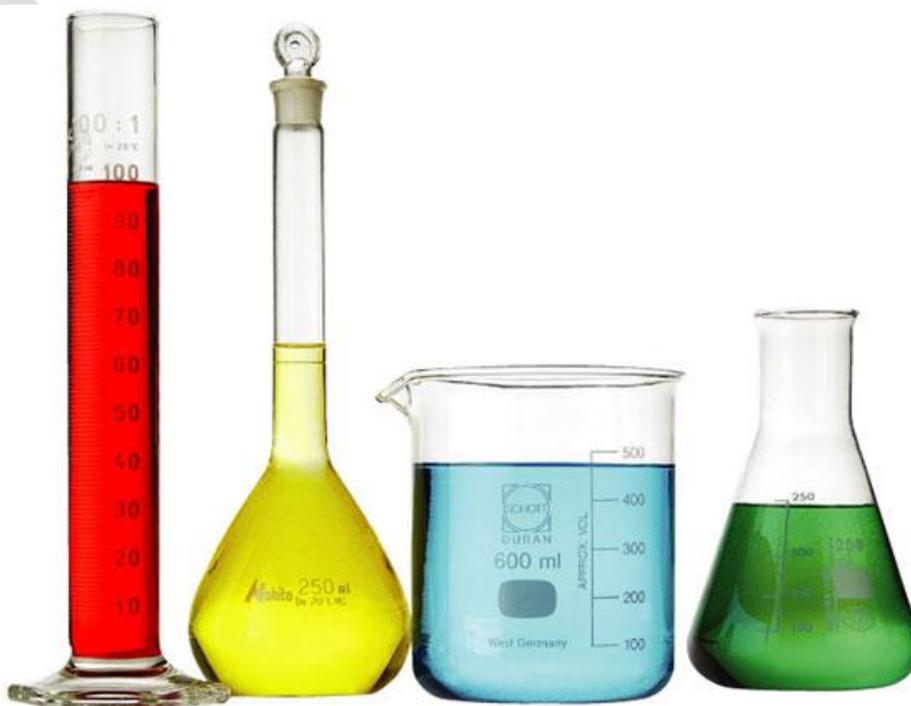




# MANUAL 4: PRÁCTICAS DE LABORATORIO DE ANÁLISIS QUÍMICO I

Luz Yolanda Vargas Fiallo  
Jaime Humberto Camargo Hernández

ESCUELA DE QUÍMICA  
FACULTAD DE CIENCIAS  
UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER





**MANUAL 4**

**PRÁCTICAS DE LABORATORIO DE ANÁLISIS QUÍMICO I**

**LUZ YOLANDA VARGAS FIALLO**

**JAIME HUMBERTO CAMARGO HERNÁNDEZ**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER**

**FACULTAD DE CIENCIAS**

**ESCUELA DE QUÍMICA**

**2012**



### Contenido

Introducción	Pág.
<b>1. Marco teórico</b>	
<b>1.1. Métodos cuantitativos de análisis</b>	
<b>1.2. Métodos químicos o clásicos</b>	
<b>1.3. Métodos fisicoquímicos o instrumentales</b>	
<b>1.4. Desarrollo de los métodos cuantitativos de análisis</b>	
<b>1.5. El análisis gravimétrico</b>	
1.5.1. Tipos de análisis gravimétrico	
1.5.1.1. Gravimetría por precipitación	
1.5.1.2. Gravimetría por volatilización	
1.5.1.3. Método por electrodeposición	
1.5.2. Cálculos en gravimetría	
<b>1.6. Métodos de análisis por titulación</b>	
1.6.1. El análisis volumétrico (titrimétrico)	
1.6.1.1. Preparación de una muestra para titulación o valoración	
1.6.1.2. Procedimiento	
1.6.1.3. Medida del punto final de una titulación	
1.6.1.4. Valoración por retroceso	
1.6.1.5. Curvas de valoración	
<b>2. Implementos de protección y seguridad en el laboratorio</b>	
<b>3. Estadística</b>	
<b>3.1. Práctica N° 1:</b>	
Determinación de errores en el análisis químico y tratamiento estadístico de los datos: medidas de peso y volumen.	
<b>3.2. Práctica N° 2:</b>	
Determinación de humedad y cenizas.	
<b>4. Gravimetría y volumetría</b>	
<b>4.1. Objetivos</b>	
<b>5. Gravimetría</b>	
<b>5.1. Práctica N° 3:</b>	



	Determinación gravimétrica del contenido de sulfato en forma de trióxido de azufre ( $\text{SO}_3$ ) en una muestra de yeso.	
<b>5.2.</b>	<b>Práctica N° 4:</b> Determinación gravimétrica del contenido de calcio en forma de óxido de calcio ( $\text{CaO}$ ) en una piedra caliza.	
<b>5.3.</b>	<b>Práctica N° 5:</b> Determinación gravimétrica de sílice ( $\text{SiO}_2$ ) en una muestra de cemento.	
<b>5.4.</b>	<b>Práctica N° 6:</b> Determinación gravimétrica del contenido de $\text{R}_2\text{O}_3$ en una muestra de cemento.	
<b>6.</b>	<b>Volumetría</b>	
<b>6.1.</b>	<b>Práctica N° 7:</b> Acidimetría y alcalimetría. Preparación y estandarización de soluciones.	
<b>6.2.</b>	<b>Volumetría de Neutralización</b>	
<b>6.2.1.</b>	<b>Práctica N° 8:</b> Determinación de $\text{NaOH}$ , $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , $\text{NaHCO}_3$ o mezclas posibles en una solución.	
<b>6.2.2.</b>	<b>Práctica N° 9:</b> Análisis bromatológico básico. Determinación de contenido de nitrógeno total por el método de Kjeldahl.	
<b>6.2.3.</b>	<b>Práctica N° 10:</b> Determinación potenciométrica de la acidez total de un vinagre comercial.	
<b>6.2.4.</b>	<b>Práctica N° 11:</b> Determinación volumétrica de $\text{P}_2\text{O}_5$ en una muestra de roca fosfórica.	
<b>6.3.</b>	<b>Volumetría de precipitación</b>	
<b>6.3.1.</b>	<b>Práctica N° 12:</b> Determinación de cloruros en una muestra de sal, por el método de precipitación de Mohr.	
<b>6.4.</b>	<b>Volumetría de formación de complejos</b>	
<b>6.4.1.</b>	<b>Práctica N° 13:</b> Determinación complexométrica de calcio y magnesio (dureza del agua) en una muestra de agua.	
<b>6.5.</b>	<b>Volumetría redox</b>	
<b>6.5.1.</b>	<b>Práctica N° 14:</b>	



	Preparación y estandarización de soluciones de $\text{KMnO}_4$ . Preparación de una solución 0,1 N de permanganato de potasio y su estandarización con oxalato de sodio.	
6.5.2.	<b>Práctica N° 15:</b> Determinación volumétrica de calcio en forma de CaO en una muestra de cemento.	
6.5.3.	<b>Práctica N° 16:</b> Determinación volumétrica de $\text{Fe}_2\text{O}_3$ con $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ en una muestra de cemento.	

EN REVISIÓN


**Lista de tablas**

	<b>Pág.</b>
<b>Tabla N° 1:</b> Indicadores químicos	
<b>Tabla N° 2:</b> Indicadores químicos redox	
<b>Tabla N° 3:</b> Datos obtenidos de concentración de R-(+)-limoneno durante su fotooxidación catalítica con Mo (VI).	
<b>Tabla N° 4:</b> Determinación de la densidad de un sólido irregular.	
<b>Tabla N° 5:</b> Determinación de la densidad del agua mediante un picnómetro.	
<b>Tabla N° 6:</b> Ejercicio estadístico.	
<b>Tabla N° 7:</b> Datos correspondientes a la determinación de humedad.	
<b>Tabla N° 8:</b> Datos correspondientes a la determinación de cenizas.	
<b>Tabla N° 9:</b> Incompatibilidades de las sustancias químicas utilizadas en la práctica N° 3.	
<b>Tabla N° 10:</b> Datos obtenidos para la determinación de SO <sub>3</sub>	
<b>Tabla N° 11:</b> Incompatibilidades de las sustancias químicas utilizadas en la práctica N° 4.	
<b>Tabla N° 12:</b> Datos obtenidos para la determinación gravimétrica de Ca.	
<b>Tabla N° 13:</b> Incompatibilidades de las sustancias químicas utilizadas en la práctica N° 5.	
<b>Tabla N° 14:</b> Datos obtenidos para la determinación de sílice.	
<b>Tabla N° 15:</b> Incompatibilidades de las sustancias químicas utilizadas en la práctica N° 6.	
<b>Tabla N° 16:</b> Datos obtenidos para la determinación de R <sub>2</sub> O <sub>3</sub> y Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .	
<b>Tabla N° 17:</b> Incompatibilidades de las sustancias químicas utilizadas en la práctica N° 7.	
<b>Tabla N° 18.</b> Estandarización de la solución 0,25 N de NaOH por pesada directa del estándar primario biftalato de potasio.	
<b>Tabla N° 19.</b> Estandarización de la solución 0,25 N de HCl mediante la solución de NaOH estandarizada.	
<b>Tabla N° 20.</b> Estandarización de la solución 0,25 N de HCl por pesada directa del estándar primario carbonato de sodio.	
<b>Tabla N° 21:</b> Incompatibilidades de las sustancias químicas utilizadas en la práctica N° 8.	
<b>Tabla N° 22:</b> Relación entre V <sub>F</sub> y V <sub>M</sub>	
<b>Tabla N° 23.</b> Determinación de la composición alcalina de la muestra.	
<b>Tabla N° 24:</b> Incompatibilidades de las sustancias químicas utilizadas en la práctica N° 9.	
<b>Tabla N° 25:</b> Determinación de contenido de nitrógeno total por el método de Kjeldahl.	



<b>Tabla N° 26:</b> Incompatibilidades de las sustancias químicas utilizadas en la práctica N° 10.	
<b>Tabla N° 27:</b> pH vs. V en mL de NaOH agregado.	
<b>Tabla N° 28:</b> Incompatibilidades de las sustancias químicas utilizadas en la práctica N° 11.	
<b>Tabla N° 29:</b> Datos correspondientes a la determinación de P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	
<b>Tabla N° 30:</b> Incompatibilidades de las sustancias químicas utilizadas en la práctica N° 12.	
<b>Tabla N° 31:</b> Estandarización de la solución de nitrato de plata.	
<b>Tabla N° 32:</b> Determinación de cloruros en una muestra de sal de mesa.	
<b>Tabla N° 33:</b> Incompatibilidades de las sustancias químicas utilizadas en la práctica N° 13.	
<b>Tabla 34:</b> Clasificación del agua según sus dureza, expresada como mg/L (ppm) de carbonato de calcio, CaCO <sub>3</sub> .	
<b>Tabla 35:</b> Estandarización de la solución de EDTA para la determinación de la dureza con negro de eriocromo T.	
<b>Tabla 36:</b> Titulación de la muestra: determinación de la dureza (calcio y magnesio) con negro de eriocromo T.	
<b>Tabla 37:</b> Estandarización de la solución de EDTA para la determinación de calcio.	
<b>Tabla 38:</b> Determinación de calcio con murexida.	
<b>Tabla 39:</b> Incompatibilidades de las sustancias químicas utilizadas en la práctica N° 14.	
<b>Tabla 40:</b> Estandarización de la solución de KMnO <sub>4</sub> con el patrón primario oxalato de sodio	
<b>Tabla 41:</b> Incompatibilidades de las sustancias químicas utilizadas en la práctica N° 15.	
<b>Tabla N° 42:</b> Composición química del cemento	
<b>Tabla 43:</b> Datos correspondientes a la determinación volumétrica de Ca.	
<b>Tabla N° 44:</b> Incompatibilidades de las sustancias químicas utilizadas en la práctica N° 16.	
<b>Tabla N° 45:</b> Datos correspondientes a la determinación volumétrica de Fe con K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	



## INTRODUCCIÓN

El presente Manual es una guía que resume los aspectos prácticos del análisis cuantitativo. Contiene prácticas destinadas a familiarizar al estudiante con las teorías fundamentales de la asignatura, los métodos prácticos de trabajo y los procedimientos clásicos más importantes. Con éste manual se pretende también, facilitarle al estudiante la apreciación de las ventajas de los métodos cuantitativos de análisis y se da un número suficiente de referencias para que sirvan como punto de partida para el que se interese. Se ofrece también una serie de ejercicios prácticos que instruyen al estudiante en los métodos gravimétrico y volumétrico, los prepara bien en la técnica cuantitativa y les da la oportunidad de adquirir confianza en sí mismo, en la seguridad de su trabajo y también obtener prácticamente un conocimiento útil, para fijar en él las diversas fuentes de error en análisis químico y mostrar la estrecha relación que existe entre una comprensión de los fundamentos teóricos y los métodos para reducir los errores.

Este curso también tiene como objetivo enseñar y preparar al estudiante para comprender e interpretar los fenómenos que encuentra en su trabajo práctico ya que muchos estudiantes de química se enfrentan en su vida profesional con problemas analíticos cuyas soluciones no deben hallarse en obras de consulta pero que pueden resolverse con la aplicación racional e inteligente de los principios de la materia.

Desde el punto de vista didáctico, el análisis gravimétrico precede al volumétrico ya que la teoría del primero es mucho más simple que la del último.

Se ofrece el siguiente plan de trabajo en prácticas de Laboratorio de Análisis Químico I:

*Análisis gravimétrico:* Determinación del contenido de sulfato en forma de trióxido de azufre ( $\text{SO}_3$ ) en una muestra de yeso. Determinación del contenido de calcio en forma de óxido de calcio ( $\text{CaO}$ ) en una piedra caliza. Determinación de sílice ( $\text{SiO}_2$ ) en una muestra de cemento. Determinación del contenido de  $\text{R}_2\text{O}_3$  en una muestra de cemento.

*Análisis volumétrico:* (1) Acidimetría y alcalimetría. Preparación y estandarización de soluciones valoradas de ácido clorhídrico e hidróxido de sodio 0,1 N.

Volumetría de neutralización: (1) Determinación de contenido de nitrógeno total por el método de Kjeldahl. (2) Determinación potenciométrica de la acidez total de un vinagre comercial. (3) Determinación de  $\text{P}_2\text{O}_5$  en una muestra de roca fosfórica por el método indirecto.



Volumetría de precipitación: (1) Determinación de cloruros en una muestra de sal, por el método de precipitación de Mohr.

Volumetría de formación de complejos: (1) Determinación complexométrica de calcio y magnesio (dureza de las aguas) en una muestra de agua.

Volumetría redox: (1) Preparación y estandarización de soluciones de  $\text{KMnO}_4$ . Preparación de una solución 0,1 N de permanganato de potasio y su estandarización con oxalato de sodio. (2) Determinación volumétrica de Ca con  $\text{KMnO}_4$  en una muestra de cemento. (3) Determinación volumétrica indirecta de Fe con  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  en una muestra que contiene  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ .

EN REVISIÓN



## I. Marco Teórico

La **química analítica** ó *análisis químico*, es la parte de la química que tiene como finalidad el estudio de la composición química, comprende la separación, identificación y determinación de las cantidades relativas de los componentes de una muestra, mediante diferentes métodos analíticos.

Se divide en química analítica cualitativa y química analítica cuantitativa. El *análisis cualitativo* revela la identidad química de los analitos y el *análisis cuantitativo* proporciona la cantidad, en términos numéricos, de uno o más de estos analitos.

### I.1. Métodos cuantitativos de análisis

Los métodos cuantitativos (*I*) que emplea el análisis químico son :

#### I.1.1. Métodos químicos o clásicos, basados en reacciones químicas (o equilibrio químico):

1. análisis gravimétrico: el cual puede ser directo, indirecto o de volatilización.
2. análisis volumétrico: el cual puede ser de equilibrios: ácido-básico, redox, de solubilidad o precipitación y de formación de complejos.

#### I.1.2. Métodos fisicoquímicos o instrumentales, basados en interacciones físicas:

1. métodos espectrométricos
2. métodos electroanalíticos
3. métodos cromatográficos

Los *métodos químicos o clásicos* son los utilizados tradicionalmente (pipetas, buretas, matraces, balanzas, entre otros), ya que no requieren instrumentos muy complejos. Los *métodos fisicoquímicos*, sin embargo, requieren un instrumental más sofisticado, tal como equipos de cromatografía, cristalografía, espectrómetros, entre otros.



## 1.2. Desarrollo de los métodos cuantitativos de análisis

Los métodos cuantitativos de análisis se deben validar según la naturaleza del método analítico utilizado mediante la determinación de parámetros de calidad del instrumento analítico, tales como: *la exactitud, precisión, repetitividad (R)* del método, *la linealidad y la sensibilidad* del método y *determinación de los límites de detección (LDD) y cuantificación (LOQ)*, según sea el caso.

En este manual de prácticas de Laboratorio se estudiarán los métodos químicos o clásicos, basados en el equilibrio químico:

## 1.3. El análisis gravimétrico

Es frecuente que un químico tenga que determinar la cantidad de una sustancia que está en disolución. Un camino utilizado tradicionalmente para hacerlo es añadir otra sustancia que reaccione con la primera formando un producto insoluble.

La precipitación debe ser cuantitativa, por tanto es importante la elección de un *agente precipitante* y unas condiciones adecuadas **(2)**. Para esto es necesario considerar:

- Para que la precipitación sea cuantitativa es necesario definir un grado de cuantitividad, en general se considera suficiente el 99,9 %.
- pH.
- El tamaño de las partículas.
- Mecanismos para aumentar el tamaño de las partículas.

### 1.3.1. Tipos de análisis gravimétrico

#### 1.3.1.1. Gravimetría por precipitación

Los análisis gravimétricos de precipitación **(3-9)** involucran las siguientes operaciones:

1. Disolución del analito.
2. Precipitación.



3. Lavado.
4. Desecación o calcinación.

Cuando los contenidos del analito se expresan en función del precipitado resultante de la desecación o calcinación, el peso de la sustancia es igual al peso del precipitado; si los resultados se expresan en función de un compuesto diferente, es necesario transformar el peso del precipitado en el peso del compuesto deseado, usando el factor gravimétrico correspondiente.

En este tipo de análisis se prepara una solución que contiene al analito, a la que posteriormente se le agrega un *agente precipitante*, que es un compuesto que reacciona con el analito en la solución para formar un compuesto de muy baja solubilidad. Posteriormente se realiza la separación del precipitado de la solución madre empleando técnicas sencillas de separación (4) tales como la decantación y/o el filtrado. Una vez separado el sólido precipitado de la solución se procede a lavarlo para eliminarle impurezas, se seca y calina en un horno o estufa para eliminar el remanente de humedad, y convertirlo en un producto de composición conocida, para finalmente pesarlo y relacionar la cantidad de precipitado con la cantidad de analito en la muestra original.

El analito a cuantificar se establece de acuerdo a la reacción y su relación estequiométrica con el agente precipitante.

#### Agentes precipitadores

- Agentes precipitadores específicos: reaccionan con una sola especie química.
- Agentes precipitadores selectivos: reaccionan con un número limitado de especies químicas.

#### Clasificación de las partículas del precipitado

El tamaño de las partículas del precipitado es función de la naturaleza del precipitado (solubilidad del precipitado\*) y de las condiciones experimentales bajo las cuales se producen ( $T^{\circ}$ , concentración de los reactivos y velocidad con la que se mezclan\*\*).

Por el tamaño, el precipitado puede ser de dos tipos:

**Coloidal:** del orden de micrómetros,  $\mu\text{m}$  ( $10^{-7} - 10^{-4}$  cm), no sedimentan, y no se pueden filtrar usando medios comunes de filtración.



**Cristalino:** del orden de milímetros, mm, sedimentan con facilidad, y se pueden filtrar usando una gran variedad de medios.

Lo que determina el tamaño de partícula de un precipitado, es el efecto neto de las variables nombradas anteriormente \*\*\*, las cuales se explican por el hecho de que el tamaño de la partícula está relacionado con una propiedad del sistema llamada **sobresaturación relativa**.

$$\text{Sobresaturación relativa} = \frac{Q - S}{S}$$

Donde Q = concentración del soluto en cualquier momento

S = su solubilidad en el equilibrio

Cuando  $\frac{Q - S}{S}$  es grande, el precipitado es coloidal y cuando  $\frac{Q - S}{S}$  es pequeña, el precipitado es cristalino.

#### Mecanismo de formación de precipitados

Existen dos vías distintas de formación de precipitados:

1. Nucleación: muy pocos iones, átomos o moléculas (a lo sumo 4 o 5) se juntan para formar partículas sólidas estables.
2. Crecimiento de las partículas: es el crecimiento de núcleos ya existentes.

Para controlar experimentalmente el tamaño de las partículas en el laboratorio, se debe minimizar la sobresaturación y favorecer la formación de precipitados cristalinos mediante elevación de la temperatura (aumenta la solubilidad del precipitado), la utilización de soluciones diluidas (para minimizar Q) y la adición lenta del reactivo precipitante junto con una buena agitación. Con estas dos últimas medidas también se minimiza la concentración del soluto (Q).



También se puede obtener un precipitado cristalino controlando el pH, siempre y cuando la solubilidad del precipitado dependa de éste.

Para el tratamiento práctico de los precipitados coloidales y cristalinos, se lleva a cabo el proceso de **digestión**, en el cual el precipitado parece perder el agua débilmente unida dando como resultado una masa más densa que se filtra con mayor facilidad.

### 1.3.1.2. Gravimetría por volatilización

El analito se volatiliza a una temperatura adecuada. El producto volátil se recoge y se pesa, o, se determina de manera indirecta la masa del producto por la pérdida de masa en la muestra.

#### Tipos de métodos por volatilización

- El aplicado para el agua: esta es eliminada cuantitativamente de muchas muestras inorgánicas por secado. En la determinación directa se recoge en cualquiera de los distintos sólidos desecantes y su masa se determina a partir de la masa ganada por el desecante. En el método indirecto la cantidad de agua se determina por la pérdida de masa de la muestra durante el calentamiento.
- El aplicado para el  $\text{CO}_2$ : al igual que el análisis directo para el agua, la masa de  $\text{CO}_2$  se determina por el aumento en la masa de un sólido absorbente.

### 1.3.1.3. Método por electrodeposición

Este método se basa en la deposición sobre un electrodo de un compuesto de relación conocida con el analito que se requiere cuantificar. La cuantificación se realiza mediante la diferencia de peso que se produce en los electrodos antes y después de realizar una reacción redox en la solución problema, que ocasiona la precipitación del analito o de un compuesto formado por el mismo (**10**).

### 1.3.2. Cálculos en gravimetría

Los cálculos asociados con los métodos gravimétricos de análisis están basados en la estequiometría y sus resultados se determinan a partir de:



- Masa de la muestra.
- Masa del producto (o analito) de composición conocida.

La concentración del producto se expresa en porcentaje de analito (**11**):

$$\% \text{ Analito} = \frac{\text{masa del analito}}{\text{masa de la muestra}} * 100$$

#### **1.4. Métodos de análisis por titulación**

Los métodos titulométricos cuantitativos son de tres tipos: volumétrico, gravimétrico y coulombimétrico. El método volumétrico es el más utilizado (**3, 5, 6, 12, 13**).

##### **1.4.1. El análisis volumétrico**

La **valoración** o **titulación** se utiliza para determinar la concentración desconocida de un reactivo conocido y lo que se hace es medir el volumen de una solución patrón (“valorante” o “titulante patrón”) de concentración conocida que se necesita para reaccionar completamente con el analito, de concentración desconocida. Se le conoce como *análisis volumétrico* debido a que las medidas de volumen juegan un papel fundamental en las titulaciones.

Utilizando una bureta calibrada para añadir el valorante es posible determinar la cantidad exacta que se ha consumido cuando se alcanza el *punto final*. El punto final es el punto en el que se le da fin a la valoración, y se determina mediante el uso de un indicador. Idealmente es el mismo volumen que en el punto de equivalencia—el número de moles de valorante añadido es igual al número de moles de analito.

##### **1.4.1.1. Preparación de una muestra para titulación**

En una titulación, tanto la sustancia patrón, como el analito deben estar en fase líquida (o en disolución). Si la muestra no es un líquido o una disolución, debe disolverse. Si el analito está muy concentrado en la muestra a analizar, suele diluirse. Aunque la mayoría de las titulaciones se llevan a cabo en disolución acuosa, pueden usarse otros disolventes como ácido acético o etanol con igual finalidad, para determinados análisis. Una cantidad medida de muestra se coloca en un frasco donde se disuelve y se diluye si es necesario. El resultado matemático de la valoración puede calcularse directamente



mediante la cantidad de valorante medida. Cuando la muestra ha sido disuelta previamente a la valoración, la cantidad de disolvente utilizado para ésta debe conocerse (un coeficiente entero) para poder considerarlo en el resultado matemático de la valoración de la muestra original.

Muchas valoraciones requieren un cierto control de pH de la reacción. Para ello, se usan disoluciones amortiguadoras añadidas en el frasco de la disolución a analizar para mantener el pH de la solución. En otros casos se debe enmascarar un cierto ión: esto es necesario cuando hay dos reactivos en la muestra que pueden reaccionar con la sustancia patrón y solo queremos valorar uno de ellos, o bien cuando la reacción puede ser inhibida o alterada por la presencia de ese ión. Se procede añadiendo otra disolución a la muestra para enmascarar o secuestrar el ión no deseado, mediante la formación de un enlace débil con él o incluso formando una sustancia insoluble.

Algunas reacciones redox pueden requerir calentar la disolución con la muestra y valorar mientras está todavía caliente (para incrementar la velocidad de reacción). Por ejemplo, la oxidación de ciertas soluciones de oxalato requiere calentar la solución hasta unos 60 °C para mantener una adecuada velocidad de reacción.

#### **1.4.1.2. Procedimiento**

La valoración comienza con un matraz erlenmeyer conteniendo un volumen preciso del reactivo a analizar y una pequeña cantidad de indicador, colocado debajo de una bureta que contiene la disolución estándar. Controlando cuidadosamente la cantidad añadida, es posible detectar el punto en el que el indicador cambia de color. Si el indicador ha sido elegido correctamente, este debe ser también el punto de neutralización de los dos reactivos. Leyendo en la escala de la bureta se sabrá con precisión el volumen de disolución estándar añadida. Como la concentración de la disolución estándar y el volumen añadido son conocidos, se puede calcular el número de moles de esa sustancia (ya que *Molaridad = moles/volumen*). Luego, a partir de la ecuación química que representa el proceso que tiene lugar, se puede calcular el número de equivalentes de la sustancia a analizar presentes en la muestra. Finalmente, dividiendo el número de equivalentes de reactivo por su volumen, se conocerá la concentración buscada.

#### **1.4.1.3. Medida del punto final de una titulación**

Puntos de equivalencia y puntos finales:

El punto de equivalencia de una titulación es un punto teórico que no puede determinarse experimentalmente. Lo único que se puede hacer es estimar su posición observando un cambio físico asociado a la condición de equivalencia. A este



cambio se le llama *punto final* de la titulación. La diferencia de volumen o masa entre el punto de equivalencia y el punto final es el *error de titulación*.

Existen diferentes métodos para estimar el punto de equivalencia:

- *Indicador de pH o indicador ácido-base*: los indicadores son sustancias que cambian de color en respuesta a un cambio químico. Este tipo de indicador (como la fenolftaleína) cambia de color dependiendo del pH del medio.
- *Indicador redox*: presentan un color bien definido en cada uno de sus estados de oxidación (oxidado o reducido), se utilizan en reacciones que no son coloridas y se emplean en pequeñas cantidades, debido a que los colores que presentan son intensos.
- *Potenciómetros, medidores de pH o pH-metros*: instrumentos que usan un electrodo cuyo potencial depende de la cantidad de ión  $H^+$  presente en la disolución. En el punto final, cambia bruscamente el pH medido. Es un método más preciso que el uso de indicadores, y es fácil de automatizar. Se usan para valoraciones redox.
- *Conductancia*: La conductividad de una disolución depende de los iones presentes en ella. Durante una titulación, la conductividad cambia de modo significativo. Por ejemplo, durante una valoración ácido-base, los iones  $H^+$  y  $OH^-$  forman agua,  $H_2O$ . Esto cambia la conductividad de la disolución. La conductancia total de la disolución depende también de los otros iones presentes en la disolución (como los contraiones). No todos ellos contribuyen de igual manera a la conductividad que también depende de la movilidad de cada ión y de la concentración total de iones (fuerza iónica). Luego, predecir el cambio en la conductividad es más difícil que medirla.
- *Cambio de color*: En algunas reacciones, la disolución cambia de color sin presencia de indicador. Es frecuente en valoraciones redox, por ejemplo, cuando los diferentes estados de oxidación de productos y reactivos poseen diferentes colores.
- *Precipitación*: Cuando se forma un sólido en la reacción y luego precipita. Un ejemplo es la reacción entre  $Ag^+$  y  $Cl^-$  que forma una sal muy insoluble,  $AgCl$ . Esto dificulta determinar con precisión el punto final. Por ello, a veces se prefiere hacer una titulación inversa.
- *Titulación calorimétrica o titulación isotérmica*: usa el calor producido o consumido en la reacción para determinar el punto final. Es un método importante en bioquímica, como en la determinación de cuáles substratos se enlazan a las enzimas.
- *Titulación termométrica*: Se diferencia de la anterior por el hecho de que no se determina un aumento o caída de temperatura como indicativo del punto final, sino que se mide la velocidad de cambio de la temperatura.
- *Espectroscopia*: Puede usarse para medir la absorción de luz por la disolución durante la valoración, y si el espectro del reactivo, sustancia patrón o producto es conocido, podría medirse su evolución con cantidades bastante pequeñas que permitirían conocer el punto final.



- *Amperometría o valoración amperométrica:* Se usa como técnica de detección analizando la corriente eléctrica debida a la oxidación o reducción de los reactivos o productos en un electrodo de trabajo que dependerá de la concentración de las especies en disolución. El punto final se detecta por un cambio en la corriente. Este método es el más útil cuando hay que reducir un exceso de la sustancia valorante (valoración por retroceso), como es el caso de la valoración de haluros con  $\text{Ag}^+$ .

#### **1.4.1.4. Valoración por retroceso**

Este método se usa cuando se invierte el sentido de la valoración, cambiando la sustancia a valorar. En vez de valorar el analito original se añade un exceso conocido de reactivo estándar a la disolución, y luego se valora el exceso. Este método es útil si el punto final de la valoración por retroceso es más fácil de identificar que el punto final de la valoración normal. Se usa también si la reacción entre el analito y la sustancia titulante es muy lenta.

#### **1.4.1.5. Curvas de valoración**

Son gráficas en las que se representan como variable independiente (eje  $x$ ) el volumen añadido de disolución estándar, titulante o patrón, y la variable dependiente (eje  $y$ ) es la concentración del analito en la etapa correspondiente de valoración (en una valoración ácido-base es generalmente el pH de la disolución, que cambia según la composición de las dos disoluciones). Existen dos tipos de curvas: la sigmoideal que es la más utilizada por su rapidez y conveniencia y la de segmento lineal que se utiliza sólo para reacciones que se completan en presencia de un exceso de reactivo o de analito.

*Tipos de curvas de valoración:*

1. *Titulación de un ácido fuerte con una base fuerte:* El pH aumenta muy poco al añadir la base en las etapas iniciales, sin embargo, en la vecindad del punto de equivalencia aumenta drásticamente.
2. *Titulación de una base fuerte con un ácido fuerte:* El pH disminuye muy poco al añadir el ácido en las etapas iniciales, sin embargo, en la vecindad del punto de equivalencia disminuye drásticamente.
3. *Titulación de un ácido o base débil con una base fuerte o ácido fuerte:* La curva de valoración es irregular cerca del punto de equivalencia (y el pH no cambia "tanto" con la adición de pequeños volúmenes de valorante). El aumento en pH en las etapas iniciales es mayor que en el caso de ácidos y bases fuertes de igual concentración. El cambio en



el pH en la vecindad del punto de equivalencia es menos drástico y además el pH en el punto de equivalencia es mayor que 7.

4. *Titulación de un ácido fuerte con una base débil:* la curva de valoración es relativamente lisa, aunque muy escarpada para puntos cerca a el punto de equivalencia de la valoración. En este caso, pequeños cambios en el volumen del valorante producen cambios grandes del pH cerca del punto de equivalencia. En este caso, una amplia gama de indicadores sería apropiada (por ejemplo el tornasol, la fenolftaleína o el azul de bromotimol).
5. *Titulación de una base débil con un ácido débil:* las curvas son de naturaleza bastante irregular. Debido a la naturaleza de tales valoraciones, no hay ningún indicador químico apropiado, y por ello a menudo se utiliza el pHmetro.
6. *Titulación de un ácido débil poliprótico con una base fuerte:* El ácido tiene más de un protón ionizable. La curva de titulación tiene tantos puntos de equivalencia como protones neutralizables tenga el ácido y durante la titulación se pueden identificar varias especies que contienen el anión del ácido.
7. *Titulación de una base débil poliprótico con un ácido fuerte:* La base tiene más de un ión reaccionante. Igual que la anterior curva, también tiene varios puntos de equivalencia y durante la titulación se pueden identificar varias especies que contienen el anión de la base.

#### Tipos de valoraciones

Las valoraciones se clasifican por el tipo de objeto a analizar:

- **Valoraciones ácido-base (o volumetría de neutralización):** Estas valoraciones están basadas en la reacción de neutralización que ocurre entre un ácido y una base, cuando se mezclan en solución. El ácido (o la base) se añade a una bureta previamente lavada con el mismo ácido (o base) antes de esta adición. La base (o el ácido) se añade a un matraz erlenmeyer previamente lavado con agua destilada antes de la adición. La solución en el matraz es a menudo una solución estándar; cuya concentración es exactamente conocida. La solución en la bureta es la solución cuya concentración debe ser determinada por la valoración. El indicador usado para la valoración ácido-base a menudo depende de la naturaleza de los componentes como se ha descrito en la sección anterior. Los indicadores más comunes, sus colores, y el rango de pH del cambio de color se muestran en la tabla anterior. Cuando se requieren



resultados más exactos, o cuando los componentes de la valoración son un ácido y una base débil, se utiliza un pH-metro o un medidor de conductancia.

**Tabla N° 1: Indicadores químicos (14)**

N°	Indicador	Intervalo de pH	Cambio de color	Tipo de indicador
1	violeta de metilo	0,0 – 3,2	amarillo – violeta	ácido
2	amarillo de metilo	2,9 – 4,0	rojo – amarillo	básico
3	naranja de metilo	3,1 – 4,4	rojo – amarillo	básico
4	rojo de metilo	4,2 – 6,3	rojo – amarillo	básico
5	rojo fenol	6,8 – 8,4	amarillo – rojo	ácido
6	rojo clorofenol	4,8 – 6,4	amarillo – rojo	
7	azul de bromofenol	3,0 – 4,6	amarillo - púrpura	ácido
8	azul de bromotimol	6,0 – 7,6	amarillo – azul	ácido
9	azul de timol	1,2 – 2,8 8,0 – 9,6	rojo – amarillo amarillo – azul	ácido
10	Tornasol	5,0 – 8,0	rojo – azul	
11	púrpura de cresol	7,6 – 9,2	amarillo - púrpura	ácido
12	verde de bromocresol	3,8 – 5,4	amarillo – azul	ácido
13	púrpura de bromocresol	5,2 – 6,8	amarillo – púrpura	ácido
14	Fenolftaleína	8,3 – 10,0	incolora – rosa	ácido
15	Timolftaleína	9,3 – 10,5	incoloro – azul	ácido
16	amarillo de alizarina GG	10,0 – 12,0	incoloro - amarillo	básico
17	carmin índigo	11,4 - 13	azul – amarillo	
18	Litmus	4,5 – 8,3	rojo – azul	ácido
19	trinitrobenceno	12 - 14	incoloro – anaranjado	



- **Valoraciones redox** (o *volumetrías de oxidación-reducción*): basadas en una reacción redox entre un agente oxidante y un agente reductor. El agente oxidante (o el agente reductor) se añade en la bureta previamente lavada con el mismo agente oxidante. El reductor (o el agente oxidante) se añade en el matraz erlenmeyer, previamente lavado con agua destilada. Como en una valoración ácido-base, la solución estándar es la que se coloca a menudo en el matraz, y la solución cuya concentración debe ser determinada se coloca en la bureta. El procedimiento para realizar las valoraciones redox es similar al requerido para realizar las valoraciones ácido-base.

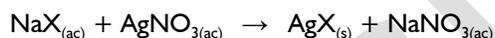
La mayoría de las veces se utiliza un potenciómetro o un indicador redox para determinar el punto final de la valoración. Por ejemplo, cuando uno de los componentes de la valoración es el agente oxidante dicromato de potasio, el cambio de color de la solución de naranja a verde no es definido y se utiliza un indicador como la difenilamina.

Por otro lado, algunas valoraciones redox no requieren un indicador, debido al color intenso de alguno de los componentes. Por ejemplo, en una valoración donde está presente el agente oxidante permanganato de potasio, un color rosado que persiste señala el punto final de la valoración, y por lo tanto no se requiere ningún indicador particular.

**Tabla N° 2:** Indicadores químicos redox

Indicador	Color
Forma reducida	Forma oxidada
Azul de metileno (Incoloro)	Azul
Difenilamin-sulfato de bario (púrpura)	Incoloro
Nitro-ferroína (azul pálido)	Rojo
2,6-diclorofenol-indofenil (azul)	Incoloro
Rojo neutro (rojo)	Incoloro
Tionina (violeta)	Incoloro
Ferroína (azul pálido)	Rojo

- **Valoraciones de formación de complejos o complexometrías:** basadas en la reacción de formación de un complejo entre el analito y la sustancia valorante. El agente quelante EDTA es muy usado para titular iones metálicos en disolución. Estas valoraciones generalmente requieren indicadores especializados que forman complejos más débiles con el analito. Un ejemplo es Negro de Eriocromo T para valoración de iones calcio, magnesio o cobre (II).
- **Valoraciones de precipitación:** Son aquellas basadas en las reacciones de precipitación. Uno de los tipos más habituales son las Argentometrías: precipitación de aniones como los halógenos ( F<sup>-</sup>, Cl<sup>-</sup>, Br<sup>-</sup>, I<sup>-</sup>) y el tiocianato (SCN<sup>-</sup>) con el ión plata Ag<sup>+</sup>. Esta titulación está limitada por la falta de indicadores apropiados. En las volumetrías de precipitación se mide el volumen de solución tipo, necesario para precipitar completamente un catión o anión del compuesto que se analiza.



donde X = F<sup>-</sup>, Cl<sup>-</sup>, Br<sup>-</sup>, I<sup>-</sup>, SCN<sup>-</sup>

- **Valoración de potencial Zeta:** característica de sistemas heterogéneos, como los coloides. El potencial Zeta juega el papel de indicador. Uno de los objetivos es la determinación del punto isoeléctrico cuando la carga superficial se hace 0. Esto se puede alcanzar cambiando el pH o añadiendo surfactante. Otro objetivo es la determinación de la dosis óptima de sustancia química para la floculación o la estabilización.

## 2. IMPLEMENTOS DE PROTECCIÓN Y SEGURIDAD EN EL LABORATORIO

Para minimizar el riesgo de accidentes o enfermedades durante la realización de las siguientes prácticas experimentales se debe cumplir con los elementos mínimos de seguridad que describe el *Manual de Introducción a las Prácticas de Laboratorio del Programa de Pregrado en Química (15)*, que maneja la UIS. Entre ellos es obligatorio el uso de los siguientes equipos de protección:



Uso obligatorio de bata manga larga



Uso obligatorio de gafas de seguridad resistente a químicos con protección lateral



Uso obligatorio de respirador con el filtro específico para la práctica



Uso obligatorio de guantes de material adecuado para la práctica



Uso obligatorio de calzado cerrado y resistente al ataque por químicos



## 3. ESTADÍSTICA

### 3.1. PRÁCTICA N° I

**Determinación de errores en el análisis químico y tratamiento estadístico de los datos: medidas de peso y volumen**

Tipo de práctica	Duración de la práctica	Indicaciones de peligro
Individual	4 horas	Ninguno

#### I. Objetivos:

- ❖ Entrenar al estudiante en el uso de la balanza analítica mediante la medición de cantidades pequeñas de masa para hacer pruebas o análisis de determinadas muestras.
- ❖ Conocer, manipular reactivos, material de vidrio y operaciones unitarias en el laboratorio de química analítica: trituración y tamizado de muestras; medida de masa: uso y calibración de la balanza analítica; medida de volumen: uso y calibración del material volumétrico; agitación; filtración y calcinación; calefacción, enfriamiento y control de la temperatura; seguridad en el laboratorio, con el fin de reconocer las etapas de determinado método analítico y saber reconocer los factores que influyen en el error de los resultados analíticos, así como el cálculo del mismo.
- ❖ Repasar los términos y aplicaciones estadísticas dadas en la teoría, a través de una serie de ejercicios experimentales sencillos y así evaluar los resultados obtenidos mediante la identificación de los tipos de errores y su cuantificación, y lo importante que es conocer estos métodos para la presentación de los datos analíticos en informes.



## 2. Materiales

- ✓ Balanza analítica con 4 decimales
- ✓ Un vidrio de reloj
- ✓ Una piedra pequeña
- ✓ Un picnómetro con tapa
- ✓ Una probeta de 25 mL
- ✓ Una pipeta aforada de 2 mL
- ✓ Una pipeta aforada de 5 mL
- ✓ Una pipeta aforada de 10 mL
- ✓ Una caja de petri
- ✓ Un termómetro
- ✓ Un frasco lavador
- ✓ Una pera de succión o pipeteador
- ✓ Marcador permanente
- ✓ Calculadora
- ✓ Toalla o papel absorbente
- ✓ Detergente líquido

## 3. Fundamento teórico

Las medidas de peso y volumen son fundamentales en una ciencia experimental como la química. Por lo tanto es importante aprender a usar con propiedad estas medidas haciendo énfasis en la precisión y en las cifras significativas **(16)**.

### 5.1. La balanza

La balanza **(13, 17, 18)** es un instrumento utilizado en química, que sirve para medir la masa. Existen diferentes tipos de balanzas, algunas son de alta precisión (del orden de 0,00001 g) llamadas balanzas de precisión o analíticas, *empleadas en química analítica*, en tanto que otras son de baja precisión y pueden registrar la masa de un objeto con una o os cifras decimales.

La característica más importante de una balanza analítica es que poseen muy poca incertidumbre, lo que las hace ideales para utilizarse en mediciones muy precisas. Estas balanzas generalmente son digitales, y algunas pueden desplegar la información en distintos sistemas de unidades. Por ejemplo, se puede mostrar la masa de una sustancia en gramos, con una incertidumbre de 0,00001g (0,01 mg).

Sus principales usos son:



- Pesada de muestras
- Pesada de precipitados obtenidos
- Pesada de sustancias para preparar soluciones patrón
- Pesada de recipientes menores de 200 g
- Pesada de líquidos

Las balanzas analíticas se clasifican en:

1. Teniendo en cuenta su precisión y la cantidad de sustancia que se puede pesar:

- Balanza de poca exactitud: se puede pesar hasta 1 kg con una precisión de  $\pm 1$  g.
- Balanza exacta común: se puede pesar hasta 200 g con una precisión de  $\pm 0,0001$  g. Esto significa que las 3 primeras cifras decimales son exactas y la cuarta está sujeta a un error de  $\pm 0,0001$  g.
- Semi-micro balanza. Se puede pesar hasta 100 g con una precisión de  $\pm 0,00001$  g.
- Microbalanzas y ultramicrobalanzas: La gama de microbalanzas y ultramicrobalanzas tienen un alcance máximo de 6 g y una resolución de 0,0001 mg o 52 g y una resolución de 0,001 mg, estas balanzas son ideales para pesar pequeñas cantidades de muestra con un ahorro considerable en los costes, especialmente cuando se utilizan materiales valiosos.

2. Teniendo en cuenta su construcción:

- *Balanzas de brazos iguales*: totalmente mecánicas o con escala eléctricamente iluminada. Se subdividen en balanzas de cadena y balanzas de cruz dentada.
- *Balanzas monoplato*: son instrumentos de pesaje de funcionamiento no automático que utilizan la acción de la gravedad para determinación de la masa. Se compone de un único receptor de carga (plato) donde se deposita el objeto para medir. Una célula de carga mide la masa a partir de la fuerza (peso) ejercida por el cuerpo sobre el receptor de carga. El resultado de esa medición (indicación) aparecerá reflejado en un dispositivo indicador.

Normas para la utilización de las balanzas analíticas monoplato:

1. Limpiar los platillos y los alrededores de la balanza con un pincel antes de empezar a pesar.
2. Comprobar que la balanza esté nivelada mediante el nivel de burbuja, si no lo está, se debe ajustar con los tornillos de los soportes.
3. Enchufar la balanza a la línea eléctrica.
4. Tarar la balanza analítica
5. Colocar el objeto que se va a pesar en el centro del platillo. Se debe tener presente que algunas sustancias químicas pueden ser corrosivas y al colocarlas directamente sobre el platillo puede deteriorarlo. Utilice un papel de filtro, un vidrio de reloj o cualquier otro recipiente para pesar.
6. Los objetos calientes se deben enfriar a  $T^{\circ}$  ambiente en un desecador antes de colocarlos en el platillo, las puertas laterales de la caja de la balanza deben estar cerradas con el fin de evitar errores en la medición.
7. Después de determinar el peso de la muestra se debe limpiar inmediatamente con el pincel el material sólido que caiga en el platillo o en sus alrededores.
8. No se debe tocar directamente con los dedos un objeto que se haya secado previamente con el fin de pesarlo, se debe manipular con pinzas o con un pedazo de papel para evitar que pueda adquirir nuevamente la humedad.
9. Comprobar por lo menos 2 veces la lectura de la balanza.

Métodos de pesada:**I. Determinar directamente el peso de un objeto**

Colocar en el platillo un vidrio de reloj limpio y seco o cualquier otro recipiente apropiado y pesarlo exactamente. Colocar en el recipiente pesado anteriormente el objeto y determinar su peso.



Peso del vidrio de reloj + el objeto .....A  
Peso del vidrio de reloj solo ..... B  
Peso del objeto .....A-B

## 2. Pesar una cantidad determinada

Si se necesitan exactamente 2,4580 g de carbonato de sodio para preparar una solución, proceder de la siguiente forma:

Pesar un vidrio de reloj seco y limpio o un vaso de precipitados pequeño; suponiendo que el vidrio de reloj necesitó 15,3974 g en pesas para equilibrarse, agregar a estas pesas 2,4580 g, es decir, que se deben colocar  $(15,3974 + 2,4580 = 17,8554)$  17,8554 en pesas, luego agregar cuidadosamente con una espátula al vidrio de reloj carbonato de sodio hasta obtener en las escalas de la balanza la lectura especificada anteriormente.

## 3. Pesada por diferencia

Colocar la sustancia que se va a pesar dentro de un pesa-sustancias limpio y seco. Pesarlo exactamente, cuidando que esté bien tapado; terminada la pesada destaparlo, sacar con una espátula un poco de sustancia y volver a taparlo. Esta operación debe hacerse lo más rápido posible para evitar que la sustancia que queda dentro del pesa-sustancias absorba humedad; pesarlo de nuevo. La diferencia entre las dos pesadas, es el peso de la sustancia que se tomó.

Este método se aplica sobre todo a las sustancias higroscópicas.

## 5.2. Determinación de errores en el análisis químico y tratamiento estadístico de los datos.

Las medidas experimentales están sujetas a errores o incertidumbres en sus valores debido a las imperfecciones del instrumento de medida o a las limitaciones de nuestros sentidos en el caso de que sean ellos los que deben registrar la información. El valor de las magnitudes físicas se obtiene experimentalmente efectuando una medida; ésta puede ser directa sobre la magnitud en cuestión o indirecta, es decir, obtenida por medio de los valores medidos de otras magnitudes ligadas con la magnitud problema mediante una fórmula física. Así pues, resulta imposible llegar a conocer el valor exacto de ninguna magnitud, ya que los medios experimentales de comparación con el patrón correspondiente en las medidas directas viene siempre afectado de imprecisiones inevitables. El problema es establecer los límites dentro de los cuales se



encuentra dicho valor **(27)**. Para mayor detalle sobre el tratamiento estadístico de datos referirse al “Manual de Introducción a las Prácticas de Laboratorio del Programa de Pregrado de Química – UIS (15)”.

## 6. Ejercicio previo a la práctica

Se necesita cuantificar la cantidad de sustrato [R-(+)-limoneno] que reaccionó con cierto catalizador, para esto, se realizó una curva de calibración para el sustrato preparando las siguientes soluciones y tomando su respectiva área por triplicado mediante la técnica instrumental GC. Se obtuvieron los siguientes datos **(19)**:

**Tabla N° 3:** Datos obtenidos de concentración de R-(+)-limoneno durante su fotooxidación catalítica con Mo (VI).

Concentración de R-(+)- limoneno/[M]	Área/[pA]*s		
	A <sub>1</sub>	A <sub>2</sub>	A <sub>3</sub>
0	0	0	0
$6,166 \times 10^{-6}$	0,42091	0,38228	0,37468
$12,332 \times 10^{-6}$	0,66230	0,71853	0,80410
$24,664 \times 10^{-6}$	1,33159	1,41957	1,22823
$49,328 \times 10^{-6}$	2,76457	2,81163	2,89247
$73,981 \times 10^{-6}$	4,49147	4,29245	4,68159
$98,656 \times 10^{-6}$	5,21413	5,68211	6,20258
$197,3 \times 10^{-6}$	12,37134	11,30918	10,12354
$394,6 \times 10^{-6}$	22,98975	22,86788	26,09875
$770,7 \times 10^{-6}$	48,39734	55,44201	44,21748
$1,541 \times 10^{-3}$	80,25753	92,15478	88,25936
$3,083 \times 10^{-3}$	173,13679	184,25657	189,90574
$6,166 \times 10^{-3}$	339,13495	347,14591	334,42377



$12,31 \times 10^{-3}$	655,15647	698,03813	605,28143
$24,60 \times 10^{-3}$	1450,37195	1477,65842	1521,65458
$49,33 \times 10^{-3}$	2613,24761	2933,17975	2755,26993
$98,65 \times 10^{-3}$	6256,15746	6152,03896	5996,24734

- a) Expresar los datos de concentración dados en molaridad en la tabla anterior, en concentraciones % p/p ([gramos de soluto/gramos de solución]\*100) y en ppm (mg de soluto/litro de solución).
- b) Determine los siguientes parámetros de calidad para evaluar la precisión (**3, 20, 21**) del método analítico utilizado:
- Calcular la media o promedio del área para cada concentración del sustrato preparada:

$$\bar{x} = \frac{\sum_i x_i}{N}$$

- Calcular la desviación estándar absoluta,  $s$ , para el área promedio obtenida en el punto anterior:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}{N - 1}}$$

- Calcular la desviación estándar relativa (RSD) y el coeficiente de variación (C.V.), (estos parámetros son un ejemplo de error relativo, es decir, una estimación del error dividida por una estimación del valor absoluto de la cantidad medida. Los errores relativos se utilizan con frecuencia en la comparación de las precisiones de los resultados que tienen diferentes unidades o magnitudes y son importantes en el cálculo de la propagación de errores):



$$RSD = \frac{S}{\bar{x}}$$

$$CV = \frac{S}{\bar{x}} * 100$$

- Calcular la desviación estándar de la media,  $S_m$ :

$$S_m = \frac{S}{\sqrt{N}}$$

- Calcular la varianza,  $s^2$
- Calcular el error aleatorio (o absoluto) para cada dato individual de área:

$$E_a = A_i - \bar{x}$$

- Cuáles son los valores de  $t$  para un intervalo de confianza del 95% y 99%, correspondientes a este ejercicio?
- Cuáles son los límites de confianza al 95% y 99% para el área promedio de cada una de las concentraciones de R-(+)-limoneno preparadas?
- Con los datos de concentraciones dados en la tabla N° 2 para el R-(+)-limoneno expresadas en unidades de ppm y el área promedio, construir una curva de calibración para este compuesto, donde el eje de la abscisa es la variable independiente (concentración en ppm) y el eje de la ordenada es la variable dependiente (área promedio). Hallar la ecuación de la recta y el coeficiente de correlación momento – producto,  $r$ .
- Calcular la raíz principal de los errores al cuadrado,  $S_{y/x}$ , y con base en este dato estadístico calcular el error en la pendiente de la recta de regresión hallada anteriormente,  $S_b$ , o desviación estándar de la pendiente (en la práctica la recta lineal se utiliza para estimar la concentración de las muestras problema por interpolación y también para estimar el límite de detección del procedimiento analítico). Además calcule los límites de confianza para la pendiente de la recta de regresión calculada.



$$S_{y/x} = \left( \frac{\sum_i (y_i - \hat{y}_i)^2}{n-2} \right)^{1/2} \quad S_b = \frac{S_{y/x}}{\left( \sum_i (x - \bar{x})^2 \right)^{1/2}}$$

- Hallar los errores aleatorio (o absoluto) y relativo en el valor de la pendiente obtenido:

$$\text{Error absoluto} = E_a = A_p - A_t = (Y_i - \hat{y}_i)$$

$$\text{Error relativo} = E_r = \frac{A_p - A_t}{A_t} * 100$$

donde:

$A_p$  = área experimental promedio

$A_t$  = área sobre la recta de regresión calculada, correspondiente al valor individual de x (concentración), es decir, los valores de y (área) "ajustados", calculado rápidamente a partir de la ecuación de regresión.

- Calcular el límite de detección (LDD) y cuantificación (LOQ) del equipo y la concentración mínima que se puede detectar y cuantificar.

$$\text{LDD} = y = 3S_{y/x} + y_B$$

$$\text{LOQ} = y = 10S_{y/x} + y_B$$

Donde  $y_B$  = es el punto de corte de la recta con la ordenada que en este caso es cero.

- Explicar cada uno de los términos estadísticos utilizados anteriormente.

## 7. Disposición final de los residuos generados en la práctica

Esta práctica no genera ningún tipo de residuo.



## 8. Procedimiento experimental

### 8.1. Limpieza del material

- Limpiar el material de vidrio y para ello emplear detergente, luego enjuagarlo bien con abundante agua corriente, después con porciones pequeñas de agua destilada con ayuda del frasco lavador.
- Si se observa películas de grasa se debe recurrir a la mezcla crómica y después eliminar con bastante agua.
- Marcar el material de vidrio con marcadores de acetato permanentes. Para el material de porcelana se emplea cloruro férrico que al secarlo queda fijo.

### 8.2. Destreza en el uso de la balanza analítica

#### 8.2.1. Determinación de la densidad de un sólido irregular (16).

- Tomar una probeta de 25 mL y medir un volumen determinado de agua.
- Pesar una piedra pequeña en la balanza analítica, agregarla con cuidado a la probeta y registrar el aumento de volumen.
- Determinar el volumen de la piedra por la diferencia de los dos volúmenes y calcular la densidad con su respectiva incertidumbre. Este ensayo se debe repetir 5 veces.

#### 8.2.2. Determinación de la densidad del agua mediante un picnómetro (16).

- Pesar un picnómetro con su respectiva tapa, vacío, limpio y seco en la balanza analítica.



- Llenarlo con agua destilada, taparlo, secarlo y pesarlo de nuevo. La diferencia de pesos le dará la masa del agua correspondiente al volumen del picnómetro.
- Registrar la temperatura del agua y calcular su densidad con su respectiva incertidumbre. Se debe hacer este ensayo por triplicado.

### 8.2.3. Ejercicio estadístico

- Pesar la caja petri limpia y seca o un pesa- sustancias.
- Medir un volumen de agua de la llave con una pipeta volumétrica de 10 mL y pesarlo. Repetir este ejercicio seis veces teniendo la precaución de secar muy bien la caja o el pesa-sustancias. Con la densidad del agua se determina el volumen.
- Determinar la incertidumbre de una pipeta aforada de 5 mL y de 2 mL con respecto a la pipeta de 10 mL.
- Determinar la media, la mediana, los desvíos con respecto a la media y a la mediana, la desviación estándar, la desviación estándar relativa, el coeficiente de variación, la varianza, la desviación estándar de la media, el límite de confianza para una incertidumbre del 95 y del 99 % y con los datos de cada cuatro grupos elaborar el histograma y la curva gaussiana para la calibración de la pipeta de 10 mL. Además calcular la incertidumbre para adiciones repetitivas de un mismo volumen de pipeta hasta completar 10 mL.

**9. HOJA DE RESULTADOS****Laboratorio de Análisis Químico I**

**Práctica I.** Determinación de errores en el análisis químico y tratamiento estadístico de los datos: medidas de peso y volumen.

Nombre del estudiante: \_\_\_\_\_

Fecha: \_\_\_\_\_

**Tabla N° 4:** Determinación de la densidad de un sólido irregular.

Medición N°	Peso del sólido/[g]	Volumen inicial de agua en la probeta/[mL]	Volumen final de agua en la probeta/[mL]	Volumen del sólido/[mL]	Densidad del sólido/[g/mL]
1					
2					
3					
4					
5					


**Tabla N° 5:** Determinación de la densidad del agua mediante un picnómetro.

Medición N°	Peso del picnómetro vacío/[g]	Peso picnómetro + agua/[g]	Volumen de agua usado/[mL]	Masa del volumen de agua/[g]	Densidad del agua a (°C)/[g/mL]
1					
2					
3					
4					
5					

a). Elaborar una carta de control con la densidad del agua para todas las medidas de cada estudiante del grupo.

**Tabla N° 6:** Ejercicio estadístico.

Medición N°	Peso recipiente vacío/[g]	Peso recipiente con agua/[g]	Masa del agua/[g]	Volumen de agua/[mL]
1				
2				
3				
4				
5				



### 3.2. PRÁCTICA N° 2

#### Determinación de humedad y cenizas

Tipo de práctica	Duración de la práctica	Indicaciones de peligro
Individual	4 horas	Ninguno

#### 1. Objetivos

- ❖ Aprender a determinar pérdidas de peso por evaporación y volatilización usando el *método gravimétrico de pérdida de peso en estufa de vacío* con el fin de conocer la cantidad de agua contenida en una muestra.
- ❖ Realizar los cálculos característicos y referirlos a la cantidad de muestra utilizada.

#### 2. Materiales

- |   |                                   |
|---|-----------------------------------|
| ✓ Balanza analítica con 4 decimales                         | ✓ Un crisol de porcelana con tapa |
| ✓ Un vidrio de reloj  | ✓ Un cuchillo                     |
| ✓ Pinzas para crisol  | ✓ Una caja de petri               |
| ✓ Un desecador  | ✓ Toalla o papel absorbente       |
| ✓ Dos placas de calentamiento ( <i>para todo el curso</i> ) | ✓ Detergente líquido              |
| ✓ Muffa   | ✓ Marcador permanente             |
| ✓ Una espátula  | ✓ Calculadora                     |



### 3. Fundamento Teórico

En el calentamiento de ciertas clases de muestras a una temperatura de 105 - 110 °C se desprende la humedad que contiene y se puede determinar por diferencia de pesos entre la muestra inicial y la muestra seca obtenida a peso constante.

En los alimentos, por ejemplo, cualquiera que sea el método de industrialización a que hayan sido sometidos, contienen agua en mayor o menor proporción. Las cifras de contenido en agua varían entre un 60 y 95% en los alimentos naturales (22). El agua puede existir en dos formas generales: "agua libre" y "agua ligada". El agua libre o adsorbida, que es la forma predominante, se libera con gran facilidad y es estimada en la mayor parte de los métodos usados para el cálculo del contenido en agua. El agua ligada se halla combinada o absorbida. Se encuentra en los alimentos como agua de cristalización (en los hidratos) o ligadas a las proteínas. Estas formas requieren para su eliminación en forma de vapor un calentamiento de distinta intensidad. Parte de la misma permanece ligada al alimento incluso a temperatura que lo carbonizan. Así pues, la frase "% de agua" no significa nada a menos que se indique el método de determinación usado.

El contenido de agua, muestra si un producto que se pretende comercializar y producir tiene propiedades estándares como (23):

- Aptitud para almacenamiento
- Aglomeración en el caso de tratarse de un polvo
- Estabilidad microbiológica
- Propiedades de flujo, viscosidad
- Peso en seco
- Concentración o pureza
- Grado comercial (cumplimiento de los acuerdos de calidad)
- Valor nutricional del producto
- Conformidad legal (regulaciones normativas en cuanto a alimentación)

Las cenizas son un término analítico equivalente al residuo inorgánico que queda después de quemar la materia orgánica; representan el contenido mineral, es decir el conjunto de nutrientes elementales que están presentes en determinada muestra. El análisis de las cenizas se consigue al eliminar por calentamiento progresivo de 0 - 550 °C el material orgánico, quedando como residuo el material inorgánico (o mineral).

**4. Consultar antes de la práctica****1. Realice la siguiente investigación:**

- Métodos de ensayos existentes para la determinación de las cenizas de los alimentos.
- Indique para qué tipo de alimentos se emplea cada método.

**2. Dé por lo menos cuatro razones para determinar el contenido de humedad en un alimento.****3. ¿Qué otros métodos existen para la determinación de la humedad en alimentos?****4. ¿Cuál es la principal objeción al uso de procedimientos de destilación para la determinación de humedad en los alimentos?****5. Nombre y describa el método recomendado para la determinación de humedad en alimentos con niveles bajo e intermedio de humedad.****5. Disposición final de los residuos generados en la práctica**

Sustancia o mezcla	Rotulación del recipiente
Muestras residuales (utilizadas para la determinación de humedad y cenizas)	Residuos tóxicos (color rojo)

**QUEDA TOTALMENTE PROHIBIDO DESECHAR REACTIVOS U OTRO TIPO POR LOS SUMIDEROS.** Si sobra algún reactivo consultar con el profesor su disposición adecuada.



## 6. Procedimiento experimental

### Determinación de humedad y cenizas (24 - 26).

- Con el fin de eliminar la humedad presente en la caja de petri y en el crisol como resultado de la exposición al medio ambiente, colocarlos sobre una placa de calentamiento durante un tiempo aproximado de 20 min.
- Posteriormente trasladarlos al desecador empleando unas pinzas, con el propósito de que la temperatura presente en dichos materiales descienda lo suficiente como para realizar las mediciones adecuadas y que no adquieran la humedad presente en el ambiente.
- Extraer los materiales del desecador, registrar en la balanza un peso muy cercano al valor real de éstos, ya que existen factores externos que afectan la medición en dicho instrumento.
- Pesar la cantidad de muestra que será sometida al calentamiento, procedimiento con el cual se le extraerá la humedad.
- Tomar las muestras junto con sus respectivos recipientes. Colocar la caja petri en la estufa en donde permanecerá durante 4 horas a 105 - 110 °C, y el crisol en la mufla fría, se subirá lentamente la temperatura hasta 550 °C, y también permanecerá durante 4 horas.
- Pasado el tiempo debido, proceder a sacar los recipientes con el contenido de las muestras para ser llevadas al desecador y así disminuir la temperatura de estos y protegerlos como se dijo anteriormente, de la humedad.
- Seguidamente tomar el peso de la caja de petri y el crisol con el residuo de las muestras respectivamente; a este resultado se le resta el peso de los materiales, para obtener el peso de la muestra seca para la caja de petri, y el peso del residuo mineral para el crisol.
- Por último proceder a realizar los cálculos para hallar el % de humedad y cenizas presente en cada una de las muestras respectivas.



## 7. HOJA DE RESULTADOS

### Laboratorio de Análisis Químico I

#### Práctica N° 2. Determinación de humedad y cenizas

Nombre del estudiante: \_\_\_\_\_

Fecha: \_\_\_\_\_

**Tabla N° 7:** Datos correspondientes a la determinación de humedad.

<b>Muestra referencia</b>			
<b>Método utilizado</b>			
<b>Tiempo de secado/min</b>			
<b>T° de calentamiento/°C</b>			
<b>Tiempo de enfriamiento/min</b>			
<b>Objeto</b>	<b>Peso /[g]</b>		
	<b>Medición 1</b>	<b>Medición 2</b>	<b>Medición 3</b>
Caja de petri completa			
Caja de petri completa + la muestra húmeda			
Muestra húmeda			
Caja de petri completa +			



muestra seca			
Muestra seca			

**Tabla N° 8:** Datos correspondientes a la determinación de cenizas.

<b>Muestra referencia</b>			
<b>Método utilizado</b>			
<b>Tiempo de secado/min</b>			
<b>T° de calentamiento/°C</b>			
<b>Tiempo de enfriamiento/min</b>			
<b>Objeto</b>	<b>Peso /[g]</b>		
	<b>Medición 1</b>	<b>Medición 2</b>	<b>Medición 3</b>
Crisol marcado, vacío y seco			
Crisol + muestra antes de incinerar			
Crisol + muestra después de incinerar			
Residuo			
% de cenizas promedio			

- a) Calcule el porcentaje de cenizas presente en la muestra analizada.
- b) Compare el valor obtenido con el valor recomendado por la bibliografía y explique los factores que pueden haber influido para la obtención de sus resultados.



## 4. Gravimetría y volumetría

### 4.1. Objetivos

- ❖ Familiarizar al estudiante con los equipos y protocolos necesarios (operaciones básicas) para el tratamiento previo de los procesos analíticos: gravimétrico directo o indirecto y volumétrico, mediante la realización de algunas prácticas experimentales con el fin de adquirir práctica y destreza en la preparación y estandarización de soluciones, preparación y manipulación de las muestras (disolución, mineralización, separación de interferentes, entre otros), y lo importante que es la recuperación de producto para la realización de los cálculos pertinentes y evaluación de los resultados (interpretación y análisis de los resultados).
- ❖ Desarrollar habilidades motrices y prácticas aplicando los conceptos teóricos adquiridos sobre equilibrio químico: volumetrías y gravimetrías, por medio de la realización de prácticas experimentales para desempeñarse adecuadamente en el laboratorio de análisis químico.
- ❖ Conocer el fundamento de los análisis gravimétricos y volumétricos, a través de el desarrollo de una serie de prácticas específicas de cada área y así aprender a reconocer adecuadamente el tipo de análisis: gravimétrico o volumétrico, de acuerdo con la muestra que se va a analizar.
- ❖ Manejar adecuadamente las técnicas de análisis volumétricos basados en las reacciones de neutralización, precipitación, de formación de complejos y de óxido-reducción mediante el trabajo en el laboratorio con el fin de situar en su contexto práctico estos conceptos teóricos.
- ❖ Comprender la importancia sobre la necesidad de expresar los resultados de un análisis incluyendo su incertidumbre y calcular diferentes parámetros de calidad, con la ayuda de un tratamiento estadístico de errores en el análisis químico, para expresar con exactitud aceptable los resultados obtenidos.



## 5. GRAVIMETRÍA

### 5.1. PRÁCTICA N° 3

**Determinación gravimétrica del contenido de sulfato en forma de trióxido de azufre ( $\text{SO}_3$ ) en una muestra de yeso**

Tipo de práctica	Duración de la práctica	Indicaciones de peligro
Individual	6 horas	

#### I. Objetivos

- ❖ Determinar el contenido de  $\text{SO}_3$  en una muestra de yeso, obteniéndolo a partir del peso de un compuesto insoluble por gravimetría, y familiarizar al estudiante con este método analítico y su metodología a seguir para la obtención del compuesto deseado.
- ❖ Definir qué es un yeso, cómo se fabrica y cuál es su composición con la ayuda de una revisión bibliográfica y obtener un ligero conocimiento sobre su importancia y aplicaciones, y la selección del tipo de yeso apropiado para cada aplicación en particular.
- ❖ Practicar todos los conceptos de gravimetría tales como cuarteo, digestiones ácidas, precipitación, solubilidad, eliminación de interferencias, filtración, lavado y calcinación. Conocer las condiciones para una buena precipitación y ejercitar al estudiante en el concepto de factor gravimétrico.



- ❖ Realizar el tratamiento de los datos gravimétricos obtenidos mediante el cálculo de los diferentes parámetros de calidad, para evaluar la exactitud y precisión de los resultados obtenidos.
- ❖ Incentivar al estudiante a consultar información en los diferentes sistemas de información existentes para que aprenda a utilizarla y trabajar con ella, y así aplicarla en la resolución de problemas.

## 2. Materiales

- ✓ Un mortero con mango
- ✓ Un gramo de yeso (*suministrado por el profesor*)
- ✓ Balanza analítica con 4 decimales
- ✓ Un vidrio de reloj
- ✓ Una espátula
- ✓ Dos vasos de precipitados de 250 mL
- ✓ Una pipeta aforada de 10 mL
- ✓ Dos placas de calentamiento (*para todo el curso*)
- ✓ Papeles de filtro franja negra y azul
- ✓ Un frasco lavador
- ✓ Mufla
- ✓ Desecador
- ✓ Un embudo estriado
- ✓ Una pinza doble para bureta
- ✓ Un soporte universal
- ✓ Un aro de hierro con nuez
- ✓ Un agitador de vidrio
- ✓ Un crisol de porcelana con tapa
- ✓ Pinzas para crisol
- ✓ Una pera de succión o pipeteador
- ✓ Una probeta de 100 mL
- ✓ Papel absorbente o toalla
- ✓ Detergente líquido
- ✓ Calculadora
- ✓ Marcador permanente
- ✓ Un vaso de precipitados de 50 mL

## 3. Reactivos

- 3.1. 30 mL de solución de cloruro de bario ( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) 10% p/v: *un estudiante se encargará de preparar 500 mL de esta solución para todo el curso.*
- 3.2. 10 mL de una solución de ácido clorhídrico (HCl) en una proporción de 1:1: *un estudiante se encargará de preparar 250 mL de esta solución para todo el curso.*



- 3.3. Solución de nitrato de plata ( $\text{AgNO}_3$ ), 0,1 N para la comprobación de cloruros. *un estudiante se encargará de preparar 100 mL de esta solución para todo el curso.*
- 3.4. Solución acuosa de anaranjado de metilo ( $\text{C}_{14}\text{H}_4\text{N}_3\text{NaO}_3\text{S}$ ) al 0,2% p/v.
- 3.5. Hidróxido de amonio, ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) (o amoníaco concentrado) al 25 o 30 % p/v.

4. **Tabla N° 9:** Incompatibilidades de las sustancias químicas utilizadas en la práctica N° 3.

<i>Sustancia</i>	<i>Incompatibilidades y condiciones a evitar</i>
<b>Cloruro de bario dihidrato</b>	Agentes oxidantes, bromo trifluoruro (reacción muy violenta). Ácidos fuertes (generación de gas Cloro y ácido clorhídrico gaseoso), nitratos, sulfatos y sulfitos, hidróxidos y óxidos. Evitar el calor excesivo, productos de su combustión: óxido de bario, cloro y ácido clorhídrico gaseoso <b>(27)</b> .
<b>Ácido clorhídrico</b>	Agua, metales activos, álcalis, óxidos metálicos, hidróxidos, aminas, carbonatos, anhídrido acético, óleum, ácido sulfúrico, vinyl acetato, aldehídos, epóxidos, agentes reductores y oxidantes, sustancias explosivas, cianuros, sulfuros, carburos, acetiluros, boruros <b>(28)</b> .

**Nitrato de plata**

Comburente. No poner en contacto con sustancias combustibles e incompatibles tales como, acetileno, álcalis, haluros y otros compuestos originando peligro de incendio y explosión. Se forman compuestos inestables frente al choque. La sustancia se descompone al calentarla intensamente, produciendo humos tóxicos de óxidos de nitrógeno. La sustancia es un oxidante fuerte y reacciona violentamente con materiales combustibles y reductores. Ataca a algunas formas de plásticos, caucho y recubrimientos. Evitar el contacto con amoníaco, sales de antimonio, arsenitos, bromuros, carbonatos, cloruros, yoduros, tiocianatos, sales de hierro, fosfatos, ácido tánico y tartratos **(29)**.

**Anaranjado de metilo**

Inflamable. En caso de incendio pueden formarse vapores tóxicos como sulfóxidos, óxidos de nitrógeno y gases nitrosos. Evitar el contacto con agentes nitrosantes, ácido nitroso, nitritos. Bajo determinadas condiciones pueden formarse nitrosaminas a partir de nitritos o de ácido nitroso. Las nitrosaminas demostraron ser cancerígenas en ensayos sobre animales. Los colorantes azoicos que contienen una componente arilamínica son potencialmente cancerígenos. Así pues, se aconseja manipular el compuesto según las características propias de la amina **(30)**.

**Hidróxido de amonio o  
amoníaco**

Metales livianos (Zn, Cu, Sn, Al). Reacciona violentamente con ácidos, agentes oxidantes, hidróxidos alcalinos, yodo, bromo e hipoclorito de calcio. Evitar temperaturas mayores a 25 °C. Productos de descomposición térmica: óxidos de nitrógeno **(31)**.



## 5. Fundamento teórico

El yeso (**32**) o "**yeso cocido**" se comercializa molido, en forma de polvo y se obtiene a partir de una piedra natural denominada *aljez* (roca sedimentaria, incolora o blanca en estado puro), mediante deshidratación, al que se le añade en fábrica otras sustancias químicas para modificar sus características de fraguado, resistencia, adherencia, retención de agua y densidad, que una vez amasado con agua, puede ser utilizado directamente. Esta piedra de aljez contiene **79,07% de sulfato de calcio anhidro ( $\text{CaSO}_4$ )** y 20,93% de agua. La piedra de aljez, sin embargo, presenta impurezas tales como la arcilla, óxido de hierro, sílice, caliza, entre otros, que le confiere variadas coloraciones.

El **yeso natural** está compuesto por sulfato de calcio con dos moléculas de agua de hidratación,  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ . Si se aumenta la temperatura hasta lograr el desprendimiento total de agua, fuertemente combinada, se obtienen durante el proceso diferentes yesos empleados en construcción:

- Temperatura ambiente: yeso natural o sulfato de calcio bihidrato:  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ .
- 107°C: formación de sulfato de calcio hemihidrato:  $\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ .
- 107 - 200°C: yeso comercial para estuco. Desecación del hemihidrato, con fraguado más rápido que el anterior.
- 200 - 300°C: yeso con ligero residuo de agua, de fraguado lento y de gran resistencia.
- 300 - 400°C: yeso de fraguado aparentemente rápido, pero de muy baja resistencia
- 500 - 700°C: yeso anhidro o extra cocido, el fraguado es nulo: yeso muerto.
- 750 - 800°C: empieza a formarse el yeso hidráulico.
- 800 - 1000°C: yeso hidráulico normal o de pavimento.
- 1000 - 1400°C: yeso hidráulico con mayor proporción de cal libre y fraguado más rápido.

Es utilizado en:

- Construcción: como pasta de agarre, para guarnecidos, enlucidos, entre otros. También es utilizado para obtener estucados y en la preparación de superficies de soporte para la pintura artística al fresco.
- Como aislante térmico, pues el yeso es mal conductor del calor y la electricidad.
- En odontología: para fabricar moldes de dentaduras.
- Quirúrgicos: en forma de férula para inmovilizar un hueso y facilitar la regeneración ósea en una fractura.
- En los moldes utilizados para preparación y reproducción de esculturas.
- En la elaboración de tizas para escritura.



- En la fabricación de cemento.
- En tierras agrícolas: ya que su composición química es rica en azufre y calcio, esto hace del yeso un elemento de gran valor como fertilizante de los suelos.
- En la "remediación ambiental" en suelos: eliminación de elementos contaminantes de los mismos, especialmente metales pesados.
- El polvo de yeso crudo se emplea en los procesos de producción del cemento Portland, donde actúa como elemento retardador del fraguado.
- Es utilizado para obtener ácido sulfúrico.
- También se usa como material fundente en la industria.

El azufre en la mayoría de los compuestos que lo contienen puede ser convertido a ión sulfato (**26, 33, 34**). Este ión sulfato se obtiene en un medio apropiado (pH), bajo condiciones de temperatura y de agitación constante (para obtener la buena formación del precipitado) mediante la adición de cloruro de bario como reactivo precipitante.

## 6. Consultar antes de la práctica

1. ¿Teóricamente qué porcentaje debe tener el  $\text{SO}_3$  en un yeso 100% puro?
2. ¿Cuál es el componente principal de un yeso?
3. ¿Por qué se utiliza el HCl (1:5) como solvente?
4. ¿Cuál es la reacción que se efectúa cuando se agrega el HCl?
5. ¿Por qué se filtra después de atacar con HCl?
6. ¿Por qué se agrega solución de cloruro de bario?
7. ¿Cuál es la reacción que se realiza cuando se agrega solución de cloruro de bario?
8. ¿En qué medio se hace la precipitación del compuesto formado y por qué?
9. ¿Cómo comprueba la ausencia de cloruros en el filtrado?
10. ¿Por qué se debe comprobar la ausencia de cloruros en el filtrado?
11. ¿Por qué se carboniza el papel en un calentador eléctrico?
12. ¿Por qué se calcina el precipitado a  $900^\circ\text{C}$ ?
13. ¿Cuál es el sólido final obtenido?
14. ¿Cómo se deduce la fórmula para calcular el % de  $\text{SO}_3$  en la muestra analizada?
15. ¿Con el yeso, qué producto de importancia económica se fabrica actualmente?



16. ¿Qué impurezas se pueden presentar durante la precipitación?
17. ¿Cuál es el sólido final obtenido?
18. Escriba 3 preguntas con su respuesta relacionadas con la toxicidad de la práctica.

## 7. Disposición final de los residuos generados en la práctica

Sustancia o mezcla	Rotulación del recipiente
Papel de filtro franja negra residual de la sección 10.1	Residuos tóxicos (color rojo)
Aguas de filtrado generadas en la sección 10.3	Soluciones acuosas de sales inorgánicas

**QUEDA TOTALMENTE PROHIBIDO DESECHAR REACTIVOS U OTRO TIPO POR LOS SUMIDEROS.** Si sobra algún reactivo consultar con el profesor su disposición adecuada.

## 8. Procedimiento experimental

### 8.1. Preparación de la muestra

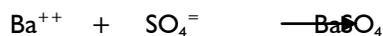
- Triturar y pulverizar la muestra en un mortero.
- Pesar una muestra que esté comprendida entre 0,2 – 0,3 g y pasarla cuantitativamente a un vaso de precipitados de 250 mL.



- Agregar 10 mL de HCl (1:1) con ayuda de una probeta y calentar suavemente.
- Añadir 50 mL de agua caliente medidos con probeta y 3 gotas de metil naranja, luego agregar lentamente amoníaco hasta color naranja con el fin de eliminar sustancias interferentes.
- Filtrar inmediatamente por gravedad, utilizando papel de filtro franja negra para eliminar interferencias (ver sección 9: disposición final de los residuos), lavar 5 veces con agua caliente.
- Agregar al filtrado ácido clorhídrico diluido hasta color rosado.

### 8.2. Precipitación

- Calentar la solución y añadir 20 mL de cloruro de bario al 10% p/v (agente precipitante) lentamente y con agitación constante. Dejar reposar 30 minutos.



- Comprobar que la precipitación ha sido completa agregando una gota de cloruro de bario por las paredes, si se forma precipitado se debe agregar más cloruro de bario.

### 8.3. Filtración

- Filtrar por gravedad el precipitado formado a través de un papel de filtro de poro fino (papel franja azul) que no de cenizas al incinerarse.
- Lavar el precipitado hasta ausencia de cloruros (probar, agregándole gotas de  $\text{AgNO}_3$  al filtrado) y despreciarlo (ver sección 9: disposición final de los residuos).



### 8.4. Calcinación



- Mientras se va filtrando, lavar y secar un crisol de porcelana, marcarlo y colocarlo en una mufla a 900 °C durante media hora, dejar enfriar en un desecador y pesarlo.
- Una vez finalizada la filtración, sacar el papel de filtro del embudo, doblar los extremos para cubrir el precipitado y colocarlo en el crisol de porcelana (previamente marcado y pesado), calentar el crisol hasta carbonizar el papel, evitando formación de llama, pues el precipitado obtenido se reduce a BaS. Tener cerca la tapa del crisol por si fuera necesario su uso.
- Posteriormente calcinar en la mufla a 900° C, durante una hora, esperar a que la temperatura baje hasta 200 °C, sacar el crisol y colocarlo en un desecador, taparlo, dejarlo enfriar e inmediatamente pesarlo.
- Calcular el porcentaje de SO<sub>3</sub> a partir de la muestra de yeso original.

EN REVISIÓN



## 9. HOJA DE RESULTADOS

### Laboratorio de Análisis Químico I

**Práctica 3.** Determinación gravimétrica del contenido de sulfato en forma de trióxido de azufre ( $\text{SO}_3$ ) en una muestra de yeso.

**Nombre del estudiante:** \_\_\_\_\_

**Fecha:** \_\_\_\_\_

**Tabla N° 10:** Datos obtenidos para la determinación de  $\text{SO}_3$ .

<b>N° de muestra</b>		
<b>Peso de la muestra original/[g]</b>	medición 1	
	medición 2	
	medición 3	
<b>Peso del crisol vacío/[g]</b>	medición 1	
	medición 2	
	medición 3	
<b>Peso del crisol + precipitado calcinado /[g]</b>	medición 1	
	medición 2	
	medición 3	
<b>Peso del precipitado obtenido/[g]</b>	medición 1	
	medición 2	
	medición 3	
<b>% <math>\text{SO}_3</math></b>		

## 5.2. PRÁCTICA N° 4

**Determinación gravimétrica del contenido de calcio en forma de óxido de calcio (CaO) en una piedra caliza**

Tipo de práctica	Duración de la práctica	Indicaciones de peligro
Individual	6 horas	

### 1. Objetivos

- ❖ Determinar el contenido de calcio por gravimetría para su posterior comparación por volumetría.
- ❖ Definir qué es una piedra caliza, cuál es su origen y cuál es su composición con la ayuda de una revisión bibliográfica y obtener un ligero conocimiento sobre su importancia y aplicaciones en la industria.
- ❖ Realizar el tratamiento de los datos gravimétricos obtenidos mediante el cálculo de los diferentes parámetros de calidad, para evaluar la exactitud y precisión de los resultados obtenidos.

### 2. Materiales

- |  |   |
|--|---|
| ✓ Un mortero con mango   | ✓ Papeles de filtro franja negra y azul |
| ✓ Una porción de piedra caliza ( <i>suministrado por el profesor</i> ) | ✓ Un frasco lavador                     |
| ✓ Balanza analítica con 4 decimales                                    | ✓ Un embudo estriado                    |
| ✓ Un vaso de precipitados de 50 mL                                     | ✓ Un soporte universal                  |
| ✓ Un vaso de precipitados de 100 mL                                    | ✓ Un aro de hierro con nuez             |
| ✓ Un vaso de precipitados de 250 mL                                    | ✓ Un agitador de vidrio                 |



- ✓ Una probeta de 25 mL
- ✓ Una bureta de 25 mL
- ✓ Mufia
- ✓ Un matraz aforado de 50 mL
- ✓ Un matraz aforado de 250 mL
- ✓ Desecador
- ✓ Dos placas de calentamiento (*para todo el curso*)
- ✓ Una pera de succión o pipeteador
- ✓ Pinzas para crisol
- ✓ Un vidrio de reloj
- ✓ Una espátula
- ✓ Un crisol de porcelana con tapa
- ✓ Marcador permanente
- ✓ Calculadora
- ✓ Papel absorbente o toalla
- ✓ Detergente líquido
- ✓ Una pinza doble para bureta

### 3. Reactivos

- 3.1. 25 mL de solución de ácido clorhídrico (HCl) en una proporción de 1:3: *un estudiante se encargará de preparar 400 mL de esta solución para todo el curso.*
- 3.2. 30 mL de solución al 5% p/v de oxalato de amonio ( $\text{NH}_4\text{-OO-C-C-OO-NH}_4$ ): *un estudiante se encargará de preparar 500 mL de esta solución para todo el curso.*
- 3.3. 30 mL de solución al 0,1% p/v de oxalato de amonio ( $\text{NH}_4\text{-OO-C-C-OO-NH}_4$ ): *un estudiante se encargará de preparar 500 mL esta solución para todo el curso.*
- 3.4. Solución alcohólica de rojo de metilo ( $\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{N}_3\text{O}_2\text{Na} \times \text{C}_2\text{H}_6\text{O}$ ) al 0,1% p/v.
- 3.5. Hidróxido de amonio ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) al 25 o 30 % p/v (o amoníaco concentrado).
- 3.6. Agua destilada


**4. Tabla N° II: Incompatibilidades de las sustancias químicas utilizadas en la práctica N°4.**

<b>Sustancia</b>	<b>Incompatibilidades y condiciones a evitar</b>
<b>Ácido clorhídrico</b>	Ver práctica N° 3, tabla N° 8.
<b>Oxalato de amonio</b>	En caso de incendio puede formarse: óxidos de nitrógeno, monóxido de carbono y dióxido de carbono. Existe riesgo de explosión con el aire por calentamiento en estado gaseoso/vapor. Agentes oxidantes fuertes como el Hipoclorito sodio (reacción violenta o explosiva). Ácidos fuertes (reacción violenta o explosiva). Hierro y plomo (los corroe) <b>(35)</b> .
<b>Hidróxido de amonio o amoníaco</b>	Ver práctica N° 3, tabla N° 8
<b>Rojo de metilo</b>	Evitar su calentamiento. Inflamable. Vapores más densos que el aire. Pueden producirse mezclas explosivas con el aire a temperaturas normales. En caso de incendio es posible la formación de gases de combustión: Monóxido de Carbono, Dióxido de Carbono, Oxidos de Nitrógeno y Oxido de Sodio. Para etanol: compuestos alcalinos, metales alcalinos (sodio, litio, potasio), óxidos alcalinos, agentes oxidantes fuertes, halogenuros de halógeno, CrO <sub>3</sub> , óxido de etileno, flúor, percloratos, permanganato de potasio/ácido sulfúrico, ácido perclórico, ácido permangánico, óxidos de fósforo, ácido nítrico, dióxido de nitrógeno, peróxido de hidrógeno (agua oxigenada), aminas alifáticas e isocianatos. Materiales inadecuados: plásticos diversos, goma <b>(36)</b> .



## 5. Fundamento teórico

Los métodos utilizados en el análisis de la caliza (**37**) son los característicos de los minerales y rocas en general. A pesar de que la disolución de muchos minerales y rocas exige tratamientos enérgicos, la caliza se disuelve con facilidad. Aunque el método de análisis de cada constituyente es, en general, el mismo que cuando el elemento está aislado, el análisis es más difícil, ya que implica la separación cuantitativa de los constituyentes, debiéndose evitar cualquier pérdida o contaminación de la muestra y procurando obtener separaciones analíticas netas.

El **carbonato de calcio** ( $\text{CaCO}_3$ ) es el principal componente de la roca sedimentaria “**caliza**” (**38**) o calcita. También puede contener pequeñas cantidades de minerales como arcilla, hematita, siderita, cuarzo, que modifican el color y el grado de coherencia de la roca. Las calizas dolomíticas contienen cantidades elevadas de carbonato de magnesio, en menores cantidades silicatos de calcio y de magnesio y aluminio, así como también carbonatos y silicatos de hierro y aluminio. El carácter casi monomineral de las calizas permite reconocerlas fácilmente gracias a dos características físicas y químicas fundamentales: es menos dura que el cobre (su dureza en la escala de Mohs es de 3) y reacciona con efervescencia en presencia de ácidos tales como el ácido clorhídrico quien descompone este tipo de roca completamente, quedando la sílice sin disolver. Algunas calizas se descomponen más fácilmente si primero se calcinan; otras tienen que someterse a disgregación por fusión con carbonato sódico.

La caliza es importante como reservorio de petróleo, dada su gran porosidad. Tiene una gran resistencia a la desintegración; esto ha permitido que muchas esculturas y edificios de la antigüedad tallados en caliza hayan llegado hasta la actualidad. Sin embargo, la acción del agua de lluvia y de los ríos (especialmente cuando se encuentra acidulada por el ácido carbónico) provoca su disolución, creando un tipo de desintegración característica denominada *kárstica*. La caliza es utilizada en la construcción de enrocamientos para obras marítimas y portuarias como rompeolas, espigones, escolleras entre otras estructuras de estabilización y protección.

La roca caliza es un componente importante del cemento gris usado en las construcciones modernas y también puede ser usada como componente principal, junto con áridos, para fabricar el antiguo mortero de cal, pasta grasa para creación de estucos o lechadas para pintar superficies, así como otros muchos usos por ejemplo en industria farmacéutica o peletera. Se encuentra dentro de la clasificación de recursos naturales: recursos no renovables (minerales): no metálicos, como el salitre, el aljez y el azufre.

## 6. Consultar antes de la práctica

1. ¿Cuál es el componente principal de una piedra caliza?



2. ¿Qué diferencia hay entre caliza, cal viva y cal apagada?
3. ¿Qué industria colombiana de importancia económica, usa la caliza como la principal materia prima?
4. ¿Qué reacción se efectúa al agregar el HCl a la caliza?
5. ¿Por qué se filtra después de atacar con HCl?
6. ¿Por qué se agrega solución de oxalato de amonio?
7. ¿Por qué se calienta antes de agregar el oxalato de amonio?
8. ¿Cuál es el pH adecuado para hacer esta determinación?
9. ¿Por qué se agrega rojo de metilo?
10. ¿Cuál es la razón para agregar amoníaco concentrado?
11. ¿A qué se debe el cambio de color de la solución?
12. ¿Por qué se deja en reposo 30 min?
13. ¿Por qué se debe comprobar que la precipitación ha sido completa?
14. ¿Por qué se recomienda lavar el precipitado con solución de oxalato de amonio al 0,1% p/v?
15. ¿Por qué se recomienda filtrar con papel de filtro franja azul?
16. ¿Qué papel de filtro se utiliza para filtrar el residuo inicial y el precipitado final?
17. ¿Cuál es la razón para calcinar la muestra a 1000 °C?
18. ¿Qué producto se obtiene después de la calcinación?
19. ¿Cómo se deduce la fórmula para calcular el % de CaO en la muestra?
20. ¿Qué ensayo cualitativo se utiliza para reconocer la caliza?
21. ¿Qué procesos industriales usan la caliza como materia prima de importancia?
22. ¿Qué productos se van obteniendo durante la calcinación? 500 °C y 1000 °C.
23. ¿Qué diferencia se presentaría si se tomara la muestra tal como es, es decir, no cenizas?

## 7. Disposición final de los residuos generados en la práctica

Sustancia o mezcla	Rotulación del recipiente
Papel de filtro franja negra residual de la sección 10.1	Residuos tóxicos (color rojo)
Aguas de filtrado generadas en la sección 10.3	Soluciones acuosas de sales inorgánicas



**QUEDA TOTALMENTE PROHIBIDO DESECHAR REACTIVOS U OTRO TIPO POR LOS SUMIDEROS.** Si sobra algún reactivo consultar con el profesor su disposición adecuada.

## 8. Procedimiento experimental

### 8.1. Disolución de la muestra

- Triturar y pulverizar la muestra en un mortero.
- Pesar en un vidrio de reloj una muestra comprendida entre 0,3 – 0,4 g y pasarla cuantitativamente a un vaso de precipitados de 50 mL.
- Agregar lentamente y con mucho cuidado 20 mL de solución de HCl (1:3), con ayuda de una probeta. Calentar y agregar agua destilada y eliminar el hierro y el aluminio (que se precipitaría si no se elimina antes) agregando primero rojo de metilo (pH 6,2 - 6,9) y luego solución de amoníaco hasta cambio del indicador y filtrar por gravedad con papel de filtro franja negra para eliminar impurezas (ver sección 9 disposición final de los residuos), recogiendo el filtrado en un matraz aforado de 250 mL donde se ha colocado previamente 5 mL de ácido clorhídrico 1:3, lavar con agua caliente y completar a volumen con agua destilada.

### 8.2. Precipitación

- Tomar una alícuota de 50 mL (medidos con un matraz aforado de 50 mL) del filtrado anterior y colocarla en un vaso de precipitados de 250 mL, calentar y agregar lentamente con la bureta 20 mL de oxalato de amonio al 5% p/v, si la solución tiene color rojo se agrega agitando continuamente amoníaco concentrado, gota a gota hasta que el color rojo cambie a amarillo (evitar el exceso para evitar la precipitación del magnesio). Dejar en reposo 30 minutos. Después comprobar que la precipitación ha sido completada agregando una gota de solución al 5% p/v de oxalato de amonio por las paredes del vaso, si se forma más precipitado se debe agregar más oxalato de amonio al 5% p/v.

### 8.3. Filtración



Filtrar por gravedad el precipitado formado en papel de filtro franja azul, lavar primero con agua destilada y luego con aprox. 30 mL con una solución de oxalato de amonio al 0,1% p/v para evitar la peptización, y desprejar el filtrado (ver sección 8 disposición final de los residuos).

#### 8.4. Calcinación

- Mientras se va filtrando, lavar y secar un crisol de porcelana, luego marcarlo, colocarlo en la mufla a 1000 °C durante media hora, dejarlo enfriar en un desecador y pesarlo.
- Una vez finalizada la filtración, sacar el papel de filtro del embudo, doblar los extremos para cubrir el precipitado y colocarlo en el crisol de porcelana (previamente marcado y pesado), calentar el crisol hasta carbonizar el papel, evitando formación de llama. Tener cerca la tapa del crisol por si fuera necesario su uso.
- Después de carbonizar el papel de filtro, colocar el crisol en la mufla y calcinar a 900 °C durante una hora, esperar a que la temperatura baje hasta 200 °C, sacar el crisol y colocarlo en un desecador, dejarlo enfriar e inmediatamente pesarlo.
- Calcular el porcentaje de CaO a partir de la muestra original.



## 9. HOJA DE RESULTADOS

### Laboratorio de Análisis Químico I

**Práctica N° 4.** Determinación gravimétrica del contenido de calcio en forma de óxido de calcio (CaO) en una piedra caliza

Nombre del estudiante: \_\_\_\_\_

Fecha: \_\_\_\_\_

**Tabla N° 12:** Datos obtenidos para la determinación gravimétrica de Ca.

<b>N° de muestra</b>		
<b>Peso de la muestra original/[g]</b>	medición 1	
	medición 2	
	medición 3	
<b>Peso del crisol vacío/[g]</b>	medición 1	
	medición 2	



	medición 3	
<b>Peso del crisol + precipitado obtenido/[g]</b>	medición 1	
	medición 2	
	medición 3	
<b>Peso del precipitado obtenido/[g]</b>	medición 1	
	medición 2	
	medición 3	
<b>Aforo/[mL]</b>		
<b>Alícuota/[mL]</b>		
<b>% CaO</b>		

% Ca = \_\_\_\_\_

% CaCO<sub>3</sub> = \_\_\_\_\_% CO<sub>2</sub> = \_\_\_\_\_

% Material Volátil = \_\_\_\_\_



## 9.1. PRÁCTICA N° 5

### Determinación gravimétrica de sílice ( $\text{SiO}_2$ ) en una muestra de cemento

Tipo de práctica	Duración de la práctica	Indicaciones de peligro
Individual	De cuántas horas es esta práctica?	

#### 1. Objetivos

- ❖ Determinar el contenido de sílice ( $\text{SiO}_2$ ) en una muestra de cemento por gravimetría, con el fin de poner en práctica los conceptos teóricos adquiridos en el área.
- ❖ Definir qué es un cemento portland, cómo se fabrica y cuál es su composición; qué son los silicatos y cómo se clasifican mediante la ayuda de una revisión bibliográfica y obtener un ligero conocimiento sobre su importancia en la construcción y la selección del tipo de cemento apropiado para cada aplicación en particular, ya que de éste dependerán significativamente las características y propiedades de la matriz cementante y por consiguiente del concreto.
- ❖ Calcular los diferentes parámetros de calidad, con la ayuda de un tratamiento estadístico de errores, para evaluar la exactitud y precisión de los resultados obtenidos.

#### 2. Materiales

- |   |                                     |
|---|-------------------------------------|
| ✓ Un mortero con mango  | ✓ Un probeta de 25 mL               |
| ✓ Balanza analítica con 4 decimales                             | ✓ Una pera de succión o pipeteador  |
| ✓ 0,5 gramos de cemento ( <i>suministrado por el profesor</i> ) | ✓ Un vaso de precipitados de 250 mL |



- ✓ Una espátula
- ✓ Un vidrio de reloj
- ✓ Un vaso de precipitados de 50 mL
- ✓ Papel de filtro franja negra
- ✓ Un frasco lavador
- ✓ Un embudo estriado
- ✓ Un soporte universal
- ✓ Un aro de hierro con nuez
- ✓ Desecador
- ✓ Una pinza doble para bureta
- ✓ Un frasco ámbar de 250 mL
- ✓ Una pipeta graduada de 10 mL
- ✓ Un agitador de vidrio
- ✓ Dos placas de calentamiento (*para todo el curso*)
- ✓ Un crisol de porcelana con tapa
- ✓ Mufla
- ✓ Pinzas para crisol
- ✓ Papel absorbente o toalla
- ✓ Detergente líquido
- ✓ Marcador permanente
- ✓ Calculadora

### 3. Reactivos

- 3.1. 20 mL de solución de ácido de clorhídrico (HCl) 1:1: *un estudiante se encargará de preparar 320 mL esta solución para todo el curso.*
- 3.2. 1,5 mL de solución de ácido de clorhídrico (HCl) concentrado.
- 3.3. Solución de nitrato de plata ( $\text{AgNO}_3$ ) 0,1 N. *Solución preparada en la práctica N° 3.*

### 4. Tabla N° 13: Incompatibilidades de las sustancias químicas utilizadas en la práctica N° 5.

Sustancia	Incompatibilidades y condiciones a evitar
Ácido clorhídrico	Ver práctica N° 3, tabla N° 8.
Nitrato de plata	Ver práctica N° 3, tabla N° 8.



## 5. Fundamento teórico

Los silicatos (**39**) son compuestos que contienen sílice unida a óxidos de metales y se clasifican según la solubilidad en el ácido clorhídrico. Al solubilizarse dan cloruros de los compuestos más la precipitación de la sílice hidratada y de esta forma atraviesa el papel de filtro y se debe llevar a sequedad para deshidratarla. Los no solubles se debe fundir la muestra  $950\text{ }^{\circ}\text{C}$  junto con carbonato de sodio y potasio por media hora en crisol de platino, después al enfriar se solubilizan con el ácido clorhídrico diluido y se sigue el mismo procedimiento para con los solubles.

Al cemento se le pueden hacer varios análisis para clasificarlo, en el laboratorio sólo se realizarán los siguientes:

- 1.- Determinación gravimétrica de  $\text{SiO}_2$
- 2.- Obtención del  $\text{R}_2\text{O}_3$

El silicio (**26, 40**) es el segundo elemento más abundante del planeta (27,7% en peso) después del oxígeno. y se encuentra en la mayoría de las aguas. Es el constituyente común de las rocas ígneas, el cuarzo y la arena. La sílice existe normalmente como óxido (como  $\text{SiO}_2$  en la arena y como silicato  $\text{SiO}_3^-$ ). Puede estar en forma insoluble, soluble y coloidal.

- **Aguas:** muchas aguas naturales contienen menos de 10 mg/L de sílice, algunas pueden llegar a contener hasta 80 mg/L. Las aguas volcánicas la contienen en abundancia. El análisis de la sílice en el agua de alimentación de las calderas de alta presión, es de gran importancia para evitar la formación de depósitos duros de sílice en los tubos de las calderas y en las aspas de las turbinas de vapor. Es importante conocer el contenido de la sílice en aguas de uso industrial y aguas de desecho. Los análisis de la sílice, también proporcionan un método sensitivo para el control de operación de los desmineralizadores de agua, ya que la sílice es una de las primeras impurezas que salen a través de una unidad agotada. Se puede eliminar la sílice del agua por intercambio iónico, destilación, tratamientos con cal, carbonato y magnesio. En ocasiones es usado para formar capas protectoras internas en las tuberías para inhibir la corrosión. No tiene efectos tóxicos conocidos.
- **Cementos (41-45):** en la industria petrolera, los cementos se utilizan en operaciones de completamientos de pozos, en rangos de profundidades que van desde cero hasta 1600 pies; el cemento tiene como función fijar las tuberías de los pozos de petróleo a la roca que los rodea.



El cemento de mayor utilización es el Portland, que resulta de calcinar en hornos rotatorios a temperaturas de 1400-1500 °C, dos tipos de materiales: uno rico en calcio como la roca caliza y otro rico en sílice, como la arcilla. En ocasiones se emplean arena, bauxitas y pequeñas cantidades de minerales de hierro para ajustar la composición de la mezcla.

La masa dura que sale del horno llamada clinker, se enfría y se pulveriza. Con el objeto de regular el tiempo de fraguado y la resistencia, se añaden pequeñas cantidades de yeso. Se llama fraguado al espesamiento inicial del cemento que ocurre cuando se le agrega agua; el endurecimiento del cemento es un proceso lento que origina las propiedades mecánicas.

La composición química de óxidos de los cementos Portland, en general, es la siguiente:

### Óxidos (%)

Óxido de calcio combinado	CaO	60 - 67
Sílice	SiO <sub>2</sub>	17 - 25
Óxido de aluminio	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,8 - 8
Óxido de hierro	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,5 - 0,6
Óxido de azufre (VI)	SO <sub>3</sub>	1,0 - 3,0
Óxido de magnesio	MgO	0,5 - 5,5
Alcalinidad	Na <sub>2</sub> O + K <sub>2</sub> O	0,5 - 1,3

**Determinación gravimétrica de silicatos.** Los silicatos son compuestos formados por SiO<sub>2</sub> y óxidos metálicos. Ejemplos: silicato bicálcico 2CaO.SiO<sub>2</sub>, silicato tricálcico 3CaO.SiO<sub>2</sub>.

Desde el punto de vista analítico, los silicatos se dividen en dos grupos:

- *Silicatos solubles:* se descomponen cuando se tratan con HCl.
- *Silicatos insolubles:* no se descomponen cuando se tratan con HCl.

En el caso de un silicato soluble, la muestra se trata con HCl y se evapora hasta sequedad para separar la sílice como SiO<sub>2</sub>.XH<sub>2</sub>O. El residuo se extrae con HCl diluido para disolver las sales de aluminio, hierro, metales alcalinos y alcalinotérreos, entre otros.

**6. Consultar antes de la práctica**

1. Dar el nombre y la fórmula química de los constituyentes del cemento
2. ¿Qué materias primas se usan para la fabricación del cemento?
3. ¿Por qué un alto contenido de magnesio es perjudicial al cemento?
4. ¿Qué sustancia debe contener el cemento para que frague con cierta rapidez?
5. ¿Por qué se lleva a sequedad la muestra analizada antes de filtrarla?
6. ¿Qué compuesto queda en el papel de filtro?
7. ¿Qué compuesto es el que se pesa?
8. ¿Qué sucede durante la calcinación?
9. ¿Cómo afectaría al resultado del análisis un lavado deficiente del residuo?
10. ¿Qué son papeles de filtro sin cenizas?
11. Dibuje y nombre el equipo necesario para la filtración al vacío.
12. Describa las etapas que involucran la filtración. Complemente las explicaciones con dibujos.
13. Describa la preparación de 500 mL de HCl 1:1.
14. Si es posible fabricar cemento en el laboratorio describir el método
15. ¿Cómo afectaría al resultado del análisis un calentamiento muy fuerte?
16. ¿Por qué es necesario quemar o carbonizar el papel de filtro?
17. Defina los términos: arcilla, caliza, yeso, arena, bauxita
18. ¿Cómo se solubiliza un silicato insoluble?

**7. Disposición final de los residuos generados en la práctica**

Esta práctica no genera ningún tipo de residuo.

**QUEDA TOTALMENTE PROHIBIDO DESECHAR REACTIVOS U OTRO TIPO POR LOS SUMIDEROS.** Si sobra algún reactivo consultar con el profesor su disposición adecuada.



## 8. Procedimiento experimental

### 10.1 Preparación de la muestra

- Pesar en un vidrio de reloj una muestra aproximada de 0,2 y 0,4 gramos previamente triturada y pulverizada.
- Pasar la muestra cuantitativamente a un vaso de precipitados de 50 mL, agregar lentamente y con mucho cuidado aproximadamente 20 mL de HCl (1:1); medidos con una probeta y evaporar lentamente hasta sequedad.

**NOTA:** Se debe evitar salpicaduras de la solución cuando ésta se esté llevando lentamente a sequedad, para ello se recomienda colocar el vidrio de reloj encima del vaso, ya que si esto sucede, se debe iniciar el análisis nuevamente.

### 10.2 Filtración

- Al residuo seco se le debe adicionar entre 1 y 1,5 mL de HCl concentrado y luego 30 mL de agua destilada, agitar y desprender todo el sólido del vaso, si es necesario adicionar más agua destilada, dejar en reposo 5 minutos y filtrar por gravedad con papel de filtro franja negra, lavar muy bien con agua caliente hasta que en el filtrado no se obtenga presencia de cloruros.
- El filtrado y el agua de lavado se recogen en un vaso de precipitados de 250 mL y todo se reserva para la determinación de  $R_2O_3$  y  $Al_2O_3$  (práctica N° 6). Transferir el contenido a un frasco ámbar de 250 mL y rotular.

### 10.3 Calcinación

- Mientras se va filtrando, lavar y secar un crisol de porcelana, marcarlo y colocarlo en la mufla a 900 °C durante media hora, dejarlo enfriar en un desecador y pesarlo.
- Una vez finalizada la filtración sacar el papel de filtro franja negra del embudo, doblar los extremos para cubrir el precipitado y colocarlo en el crisol de porcelana (previamente marcado y pesado), calentar el crisol hasta carbonizar el papel, evitando formación de llama. Tener cerca la tapa del crisol por si fuera necesario su uso.



- Después de carbonizar el papel, colocar el crisol y su contenido en la mufla y calcinar a 900 °C durante una hora, esperar hasta que la temperatura baje hasta 200 °C, sacar el crisol y colocarlo en un desecador, taparlo, dejarlo enfriar y finalmente pesarlo.
- Calcular el porcentaje de SiO<sub>2</sub> en la muestra de cemento dada.

EN REVISIÓN



**9. HOJA DE RESULTADOS**  
**Laboratorio de Análisis Químico I**

**Práctica 5.** Determinación gravimétrica de sílice ( $\text{SiO}_2$ ) en una muestra de cemento.

**Nombre del estudiante:** \_\_\_\_\_

**Fecha:** \_\_\_\_\_

**Tabla N° 14:** Datos obtenidos para la determinación de sílice.

<b>N° de muestra</b>		
<b>Peso de la muestra de cemento/[g]</b>	medición 1	
	medición 2	
	medición 3	
<b>Peso del crisol vacío/[g]</b>	medición 1	
	medición 2	
	medición 3	
<b>Peso del crisol + precipitado obtenido (<math>\text{SiO}_2</math>) /[g]</b>	medición 1	
	medición 2	
	medición 3	



<b>Peso de SiO<sub>2</sub>/[g]</b>	medición 1	
	medición 2	
	medición 3	
<b>Aforo/[mL]</b>		
<b>Alícuota/[mL]</b>		
<b>% SiO<sub>2</sub></b>		

- a). Tabular los datos de porcentajes de SiO<sub>2</sub> obtenidos por cada uno de los grupos y determine la precisión de los resultados mediante el tratamiento estadístico visto en la primera práctica.



### 3.4. PRÁCTICA N° 6

#### Determinación gravimétrica del contenido de $R_2O_3$ y $Al_2O_3$ en una muestra de cemento

Tipo de práctica	Duración de la práctica	Indicaciones de peligro
Individual	Cuántas horas dura esta práctica	

#### 1. Objetivos

- ❖ Determinar el contenido de  $R_2O_3$  y alúmina ( $Al_2O_3$ ) en una muestra de cemento por gravimetría, y conocer cuáles son las condiciones para una buena precipitación.
- ❖ Calcular los diferentes parámetros de calidad, con la ayuda de un tratamiento estadístico de errores, para evaluar la exactitud y precisión de los resultados obtenidos.

#### 2. Materiales

- |   |                                     |
|---|-------------------------------------|
| ✓ Balanza analítica con 4 decimales                         | ✓ Una pera de succión o pipeteador  |
| ✓ Una pipeta graduada de 10 mL                              | ✓ Mufla                             |
| ✓ Dos placas de calentamiento ( <i>para todo el curso</i> ) | ✓ Un crisol de porcelana con tapa   |
| ✓ Un frasco lavador   | ✓ Una pinza doble para bureta       |
| ✓ Un embudo estriado  | ✓ Un matraz aforado de 250 mL       |
| ✓ Un soporte universal                                      | ✓ Pinzas para crisol                |
| ✓ Un aro de hierro con nuez                                 | ✓ Un vaso de precipitados de 400 mL |
| ✓ Un agitador de vidrio                                     | ✓ Marcador permanente               |



- ✓ Papeles de filtro franja negra y franja blanca
- ✓ Papel absorbente o toalla
- ✓ Desecador
- ✓ Calculadora
- ✓ Detergente líquido

### 3. Reactivos

- 3.1. Solución alcohólica de rojo de metilo ( $C_{15}H_{14}N_3O_2Na \times C_2H_6O$ ), al 0,1% p/v.
- 3.2. 10 mL de solución acuosa de cloruro de amonio ( $NH_4Cl$ ), al 30% p/v: *un estudiante se encargará de preparar 250 mL de esta solución para todo el curso.*
- 3.3. 40 mL de solución acuosa de nitrato de amonio ( $NH_4NO_3$ ) al 2% p/v: *un estudiante se encargará de preparar 1000 mL de esta solución para todo el curso.*
- 3.4. Hidróxido de amonio ( $NH_4OH$ ) al 25 o 30 % p/v (o amoníaco concentrado).
- 3.5. Solución de nitrato de plata ( $AgNO_3$ ) 0,1 N. *Solución preparada en la práctica N° 3.*

### 4. Tabla N° 15: Incompatibilidades de las sustancias químicas utilizadas en la práctica N° 6.

Sustancia	Incompatibilidades y condiciones a evitar
<b>Cloruro de amonio</b>	Calentamiento fuerte, hidróxidos alcalinos, cloro, cloratos, nitratos, nitritos, halogenuros, reacciona con ácidos fuertes y amoníaco, sales de plata y plomo <b>(46)</b> .
<b>Nitrato de amonio</b>	Al calentar se puede producir combustión violenta o explosión. Se descompone por calentamiento intenso produciendo óxidos de nitrógeno. Reacciona con materiales combustibles y reductores <b>(47)</b> .



<b>Hidróxido de amonio (NH<sub>4</sub>OH) al 25 o 30 % p/v (o amoníaco concentrado)</b>	Ver práctica N° 3, tabla N° 8.
<b>Rojo de metilo</b>	Ver práctica N° 4, tabla N° 10.
<b>Nitrato de plata</b>	Ver práctica N° 3, tabla N° 8.

## 5. Fundamento teórico

Las arcillas (**48**) están formadas por óxidos, y se utilizan principalmente para la fabricación de cerámicas. En función de la relación entre éstos y sus cantidades relativas se tendrá un efecto en las características del producto final. De acuerdo a su función, los óxidos se dividen en tres: la serie de óxidos que corresponde a "RO", con un radical combinado con un átomo de oxígeno, "R<sub>2</sub>O<sub>3</sub>" la cual guarda una relación con el oxígeno de 3 a 2 y por último el grupo del dióxido de silicio.

1. RO y R<sub>2</sub>O: óxido de plomo (PbO), óxido de sodio (Na<sub>2</sub>O), óxido de potasio (K<sub>2</sub>O), óxido de calcio (CaO), óxido de magnesio (MgO), óxido de bario (BaO), óxido de litio (Li<sub>2</sub>O), óxido de estroncio (SrO), óxido de zinc (ZnO). Este tipo de óxidos funciona como fundentes de la sílice, ya que esta por sí sola tiene un punto de fusión muy alto. Todos estos óxidos tienen la misma función aunque no todos son igualmente activos.
2. R<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: óxido de aluminio (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), óxidos de hierro Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, titanio TiO<sub>2</sub> y óxido bórico (B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). La alúmina se utiliza principalmente para dar el efecto de viscosidad a la fusión, evitando que el material cerámico se escurra durante la fusión. La alúmina por sí sola funde a 2040 °C, por esto no se puede añadir en grandes cantidades.
3. RO<sub>2</sub>: dióxido de silicio (SiO<sub>2</sub>). Es el grupo más importante de los óxidos y constituye la mayor parte del material cerámico.

## 6. Consultar antes de la práctica

1. ¿Para qué se agrega el papel de filtro desmenuzado?
2. ¿Para qué se agrega el rojo de metilo?
3. ¿Para qué se agrega cloruro de amonio?



4. ¿Por qué se calienta la solución?
5. ¿Por qué se controlan los cloruros?
6. En la mezcla, a qué compuestos se denomina  $R_2O_3$ ?
7. Dar las reacciones que se efectúan en esta determinación
8. Deducir la fórmula para calcular el %  $R_2O_3$

#### 7. Disposición final de los residuos generados en la práctica

Esta práctica no genera ningún tipo de residuo.

**QUEDA TOTALMENTE PROHIBIDO DESECHAR REACTIVOS U OTRO TIPO POR LOS SUMIDEROS.** Si sobra algún reactivo consultar con el profesor su disposición adecuada.

#### 8. Procedimiento experimental

##### 8.1. Precipitación

- Tomar todo el líquido reservado en la determinación de  $SiO_2$  en un vaso de precipitados de 400 mL (debe tener más o menos 200 mL), agregarle medio papel de filtro franja negra bien desmenuzado con el fin de adherir el hierro sobre éste (se tornará color amarillo el papel de filtro), 3 gotas de rojo de metilo al 0,1% p/v y agitar.
- Agregar 10 mL de cloruro de amonio al 30% p/v y calentar hasta ebullición, después agregar amoníaco gota a gota, hasta que la solución se torne color amarillo. Calentar nuevamente hasta ebullición, dejar hervir durante 3 min y filtrar por gravedad en un papel de filtro franja blanca lo más rápido posible.
- Lavar el precipitado obtenido y el papel de filtro con 4 porciones de 10 mL de solución de nitrato de amonio al 2% p/v y luego con agua destilada caliente hasta que el filtrado que se está desprendiendo del embudo no tenga cloruros. El filtrado, la solución y el agua de lavado, se reciben en un matraz aforado de 250 mL y se reserva para la determinación volumétrica de CaO.

##### 8.2. Calcinación



- Mientras se va filtrando, lavar y secar un crisol de porcelana, marcarlo y luego colocarlo en la mufla a 900 °C durante media hora, dejarlo enfriar en un desecador y pesarlo.
- Una vez finalizada la filtración sacar el papel de filtro franja blanca del embudo, doblar los extremos para cubrir el precipitado y colocarlo en el crisol de porcelana (previamente marcado y pesado), calentar el crisol hasta carbonizar el papel, evitando la formación de llama. Tener cerca la tapa del crisol por si fuera necesario su uso.
- Después de carbonizar el papel, colocar el crisol y su contenido en la mufla y calcinar a 900 °C durante una hora, esperar hasta que la temperatura baje hasta 200 °C, sacar el crisol y colocarlo en un desecador, taparlo, dejarlo enfriar e inmediatamente pesarlo.

EN REVISIÓN



## 9. HOJA DE RESULTADOS

### Laboratorio de Análisis Químico I

**Práctica N° 6.** Determinación gravimétrica del contenido de  $R_2O_3$  y  $Al_2O_3$  en una muestra de cemento.

**Nombre del estudiante:** \_\_\_\_\_

**Fecha:** \_\_\_\_\_

**Tabla N° 16:** Datos obtenidos para la determinación de  $R_2O_3$  y  $Al_2O_3$ .

<b>N° de muestra</b>		
<b>Peso de la muestra original/[g]</b>	medición 1	
	medición 2	
	medición 3	
<b>Peso del crisol vacío/[g]</b>	medición 1	
	medición 2	
	medición 3	
<b>Peso del crisol + precipitado obtenido/[g]</b>	medición 1	
	medición 2	
	medición 3	
<b>Peso del precipitado</b>	medición 1	



obtenido/[g]	medición 2	
	medición 3	
% $R_2O_3$		
% $Fe_2O_3$		
% $Al_2O_3$		

$$\% \text{ de } Al_2O_3 = \% \text{ de } R_2O_3 - \% \text{ de } Fe_2O_3$$

EN REVISIÓN



## **6. VOLUMETRÍA**

### **6.1. Volumetría de neutralización**

EN REVISIÓN



### 6.1.1. PRÁCTICA N° 7

#### ACIDIMETRÍA Y ALCALIMETRÍA

##### Preparación y estandarización de soluciones

Tipo de práctica	Duración de la práctica	Indicaciones de peligro
Individual	4 horas	

#### 1. Objetivo

- ❖ Familiarizar al estudiante con el material a emplear en la preparación de soluciones titulantes y soluciones de patrón primario con el fin de determinar la concentración de una solución de una base y la concentración de una solución de un ácido.

#### 2. Materiales

- ✓ Balanza analítica con 4 decimales
- ✓ Un vidrio de reloj
- ✓ Un vaso de precipitados de 50 mL
- ✓ Un matraz erlenmeyer
- ✓ Una espátula
- ✓ Una bureta de 25 mL
- ✓ Una pipeta aforada de 25 mL
- ✓ Dos frascos ámbar de 500 mL con tapa
- ✓ Un agitador de vidrio
- ✓ Una pera de succión o pipeteador
- ✓ Una pipeta graduada de 10 mL
- ✓ Un matraz aforado de 250 mL



- ✓ Un soporte universal
- ✓ Una pinza doble para bureta
- ✓ Toalla o papel absorbente
- ✓ Calculadora
- ✓ Marcador permanente
- ✓ Detergente líquido

### 3. Reactivos

- 3.1. Hidróxido de sodio (NaOH) en hojuelas.
- 3.2. Solución de ácido clorhídrico (HCl) grado analítico (37 % de pureza en peso y  $\rho = 1,19 \text{ g/mL}$ ).
- 3.3. 0,5 g de biftalato de potasio  $[\text{KHC}_6\text{H}_4(\text{COO})_2]$ : *reactivo analítico*.
- 3.4. 0,2 gramos de carbonato de sodio ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ): *reactivo analítico*.
- 3.5. Solución alcohólica de fenolftaleína ( $\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O}_4 \times \text{C}_2\text{H}_6\text{O}$ ) al 0,1 % p/v.
- 3.6. Solución acuosa de anaranjado de metilo ( $\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{N}_3\text{NaO}_3\text{S}$ ) al 0,2% p/v.
- 3.7. Agua destilada

### 4. **Tabla N° 17:** Incompatibilidades de las sustancias químicas utilizadas en la práctica N° 7.

<i>Sustancia</i>	<i>Incompatibilidades y condiciones a evitar</i>
------------------	--



<b>Hidróxido de sodio</b>	Evitar el contacto con metales, combustibles y humedad. El contacto con ácidos y compuestos halogenados orgánicos, especialmente tricloroetileno, puede causar reacciones violentas. El contacto con nitrometano u otros compuestos nitro similares produce sales sensibles al impacto. El contacto con metales tales como el Al, Mg, Sn o Zn puede liberar gas hidrógeno (inflamable). Reacciona rápidamente con varios azúcares para producir CO. Reacciona con materiales inflamables. Cuando este material se calienta hasta la descomposición puede liberar óxido de sodio <b>(49)</b> .
<b>Ácido clorhídrico</b>	Ver práctica N° 3, tabla N° 8.
<b>Biftalato de potasio</b>	Violentas reacciones con ácido nítrico y agentes oxidantes fuertes. Sustancia comburente. En caso de incendio puede formarse: dióxido de carbono, monóxido de carbono, óxidos de potasio <b>(50)</b> .
<b>Carbonato de sodio</b>	Reacciona violentamente con ácidos para formar CO <sub>2</sub> . El flúor, el aluminio, pentóxido de fósforo, ácido sulfúrico, zinc, litio, la humedad, hidróxido de calcio, 2,4,6 – trinitrotolueno, calor, polvo. Productos de la combustión: óxido de sodio <b>(51)</b> .
<b>Fenolftaleína</b>	Inflamable. En caso de incendio puede formarse: dióxido de carbono, monóxido de carbono. Agentes oxidantes fuertes, como percloratos, peróxidos y permanganatos (reacción rápida y violenta con riesgo de incendio y explosión). Agentes reductores fuertes como fosfuros, estaño II, cloruro e hidruros metálicos (reacción vigorosa o violenta). Cáusticos, ácido sulfúrico y ácido nítrico. Aminas alifáticas e isocianatos <b>(52)</b> .

**Anaranjado de metilo**

Ver práctica N° 3, tabla N° 8

**5. Fundamento teórico**

En química se utiliza una sustancia llamada **patrón primario (53)**, también llamado estándar primario como referencia al momento de hacer una valoración o estandarización (**3, 13, 26, 54, 55**). Usualmente son sólidos que cumplen con las siguientes características:

1. **Tienen composición conocida.** Es decir, se conoce su estructura y elementos que lo componen, lo cual servirá para hacer los cálculos estequiométricos respectivos.
2. **Deben tener elevada pureza.** Para una correcta estandarización se debe utilizar un patrón que tenga la mínima cantidad de impurezas que puedan interferir con la titulación. En cualquier caso, más del 98,5% de pureza, preferiblemente un 99,9%.
3. **Debe ser estable a temperatura ambiente.** No se pueden utilizar sustancias que cambien su composición o estructura por efectos de temperaturas que difieran ligeramente con la temperatura ambiente ya que ese hecho aumentaría el error en las mediciones.
4. **Debe ser posible su secado en estufa.** Además de los cambios a temperatura ambiente, también debe soportar temperaturas mayores para que sea posible su secado. Normalmente debe ser estable a temperaturas mayores que la del punto de ebullición del agua.
5. **No debe absorber gases. No debe reaccionar con los componentes del aire.** Ya que este hecho generaría posibles errores por interferencias, así como también degeneración del patrón.
6. **Debe reaccionar rápida y estequiométricamente con el titulante.** De esta manera se puede visualizar con mayor exactitud el punto final de las titulaciones por volumetría y además se pueden realizar los cálculos respectivos también de manera más exacta.

**Debe tener un peso equivalente grande.** Ya que este hecho reduce considerablemente el error de la pesada del patrón.

Es importante tener en cuenta *la cantidad* de patrón primario que debe pesarse para un análisis. Se recomienda una masa de 100 mg (ó 50 mg como mínimo) ya que de esta manera se reduce el error relativo de la pesada, veamos:

- Tomando en cuenta el error absoluto de la balanza:  $E_a = \pm 0,0001 \text{ g}$ .



- Error relativo de la pesada (%):

$$E_r = \frac{E_a}{W} * 100$$

Donde :  $W$  = peso del patrón

Entonces:

$$W_{\min} = \frac{E_a}{E_r} * 100$$

- Asumiendo que un error aceptable es de 0,1% y el error absoluto de la balanza, se tiene:

$$W_{\min} = \frac{0,0001}{0,1} * 100$$

De esta manera:

$$W_{\min} = 0,1 \text{ g} = 100 \text{ mg}$$

Algunos patrones primarios más utilizados:

- Para estandarizar disoluciones de ácido: carbonato de sodio.
- Para estandarizar disoluciones de base: ftalato ácido de potasio
- Para estandarizar disoluciones de oxidante: hierro, óxido de arsénico (III)
- Para estandarizar disoluciones de reductor: dicromato de potasio, yodato de potasio, bromato de potasio.

## 6. Consultar antes de la práctica

1. ¿Por qué las soluciones de HCl y NaOH no son patrones primarios?
2. ¿Por qué prepara el NaOH a partir de una solución concentrada y no de la droga sólida?
3. ¿Cómo debe mantener estas soluciones para no afectar su concentración?



4. ¿Cómo debe acondicionar el patrón primario antes de ser pesado para la preparación de la solución?
5. ¿Qué es una titulación?
6. ¿Qué es una solución valorada o estándar?
7. ¿A qué se denomina punto de equivalencia y punto final en una valoración?
8. ¿Qué es un patrón o estándar primario?
9. ¿Qué requisitos debe llenar un estándar primario?
10. Escriba la ecuación de la reacción de neutralización entre el ácido clorhídrico y el hidróxido de sodio.
11. ¿Cuál es la relación estequiométrica entre el ácido y la base en la neutralización de la pregunta anterior?
12. ¿Por qué es necesaria la decarbonatación de la soda?
13. Señale un método de decarbonatación de la soda
14. ¿Por qué el agua empleada en la preparación y titulación de la solución de NaOH debe ser recientemente hervida?
15. ¿Cuántos gramos de hidróxido de potasio se requieren para preparar 2 L de solución 0,5 N y 0,5 M?
16. Investigue el pH y el color de viraje de los siguientes indicadores: fenolftaleína, naranja de metilo, rojo de metilo, timolftaleína, verde de bromocresol y azul de bromofenol.
17. Defina los conceptos: ácido, base e indicador ácido-base.
18. Escribir las ecuaciones de las reacciones que se efectúan en la titulación del HCl con  $\text{NaCO}_3$ .
19. ¿Cuál es el peso equivalente del carbonato de sodio en la titulación con HCl utilizando fenolftaleína como indicador?
20. ¿Por qué se emplean dos indicadores en la valoración del HCl?
21. Escriba las ecuaciones para las siguientes reacciones indicadas y escriba los nombres para las sales formadas:



Por qué pueden considerarse reacciones ácidos-base en la ausencia de  $-\text{OH}$ ?

#### 7. Disposición final de los residuos generados en la práctica

Sustancia o mezcla	Rotulación del recipiente
Las soluciones residuales obtenidas después de las titulaciones.	Soluciones acuosas de sales inorgánicas



**QUEDA TOTALMENTE PROHIBIDO DESECHAR REACTIVOS U OTRO TIPO POR LOS SUMIDEROS. Si  
sobra algún reactivo consultar con el profesor su disposición adecuada.**

## 8. Procedimiento experimental

### 8.1. Preparación y estandarización de una solución 0,25 N de NaOH por pesada directa del patrón primario biftalato de potasio.

- Calcular los gramos necesarios de hidróxido de sodio para preparar 250 mL de solución de NaOH 0,25 N. Pesar la cantidad calculada, transferirlos a un vaso de precipitados de 50 mL, disolver con un poco de agua destilada y luego transferir el contenido a un matraz aforado de 250 mL. Recuerde llenar parcialmente el matraz con agua destilada antes de agregar los gramos de NaOH. Enrasar con agua destilada hasta el aforo (no se debe completar a volumen hasta que la solución esté fría). Trasvasar a un frasco plástico limpio y rotular.
- Titulación o estandarización de la solución de NaOH anteriormente preparada por pesada directa del patrón primario biftalato de potasio:
  - a) Secar por 3 horas el biftalato de potasio. Luego pesar con una muestra aproximada de 0,5 g y pasarlos cuantitativamente a un vaso de precipitados de 50 mL, disolver con un poco de agua destilada y luego transferir el contenido a un matraz erlenmeyer, disolverlos en 50 mL de agua destilada y agregar 2 gotas de solución indicadora fenolftaleína (solución al 0,1% p/v en etanol).
  - b) Desde una bureta agregar gota a gota la solución de NaOH 0,25 N preparada, agitando durante la adición, hasta la aparición de un color rosa permanente. Anotar el volumen gastado. Calcular la normalidad de la solución de NaOH que se preparó. Informar el resultado con su desviación estándar y expresar la concentración con el número correcto de cifras significativas.

### 8.2. Preparación y estandarización de una solución 0,25 N de HCl a partir de una solución de ácido clorhídrico de grado analítico (37 % de pureza en peso y $\rho = 1,19$ g/mL).

- Calcular el volumen necesario de la solución analítica de HCl para preparar 250 mL de solución de HCl 0,25 N. Tomar con una pipeta graduada el volumen calculado de HCl y transferir ese volumen a un matraz aforado de 250 mL. Recuerde llenar parcialmente el matraz con agua destilada antes de agregar el HCl concentrado. Enrasar con



agua destilada hasta el aforo (no se debe completar a volumen hasta que la solución esté fría). Trasvasar a un frasco de vidrio limpio y rotular.

— Titulación o estandarización de la solución de HCl anteriormente preparada:

La titulación de esta solución se puede efectuar de 2 formas: 1. Con la solución de NaOH 0,25 N estandarizada anteriormente. 2. Utilizando el patrón primario carbonato de sodio ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ).

- a) **Valoración con solución de NaOH 0,25 N:** medir con una pipeta aforada, 25 mL de la solución de HCl 0,25 N y pasarlos a un erlenmeyer, agregar aprox. unos 50 mL de agua destilada y 2 gotas de solución indicadora fenolftaleína (solución al 0,1% p/v en etanol). Desde una bureta agregar gota a gota la solución de NaOH 0,25 N, agitando durante la adición, hasta la aparición de un color rosa permanente. Anotar el volumen gastado. Calcular la normalidad de la solución de HCl que se preparó. Informar el resultado con su desviación estándar y expresar la concentración con el número correcto de cifras significativas.
- b) **Valoración con carbonato de sodio:** pesar aprox. 0,2 g de carbonato de sodio (previamente secado), disolverlo en un vaso de precipitados de 50 mL y luego transferir el contenido a un matraz erlenmeyer con aprox. unos 50 mL de agua destilada, añadir 2 gotas de solución indicadora fenolftaleína (solución al 1% p/v en etanol) y valorar con la solución de HCl hasta decoloración. Adicionar 2 gotas de solución indicadora anaranjado de metilo (solución acuosa al 0,2% p/v) y continuar valorando hasta que el color cambie de amarillo a naranja. Anotar el volumen gastado. Calcular la normalidad de la solución de HCl que se preparó a partir de los correspondientes volúmenes. Informar el resultado con su desviación estándar y expresar la concentración con el número correcto de cifras significativas.

**9. HOJA DE RESULTADOS**  
**Laboratorio de Análisis Químico I****Práctica N° 7. ACIDIMETRÍA Y ALCALIMETRÍA.** Preparación y estandarización de soluciones.

Nombre del estudiante: \_\_\_\_\_

Fecha: \_\_\_\_\_

**Tabla N° 18.** Estandarización de la solución 0,25 N de NaOH por pesada directa del estándar primario biftalato de potasio.

Valoración N°	Masa de biftalato de potasio/[g]	Volumen de NaOH empleado en la valoración/[mL]	Concentración de NaOH/[N]
1			
2			
3			
Concentración promedio de NaOH/[N]			

**Tabla N° 19.** Estandarización de la solución 0,25 N de HCl mediante la solución de NaOH estandarizada.

Valoración N°	Volumen de NaOH empleado en la valoración/[mL]	Concentración del HCl/[N]
1		
2		
3		
Concentración promedio del HCl/[N]		

**Tabla N° 20.** Estandarización de la solución 0,25 N de HCl por pesada directa del estándar primario carbonato de sodio.

Valoración N°	Masa de carbonato de sodio/[g]	Volumen de HCl empleado en la valoración/mL	Concentración de HCl/[N]
1			
2			
3			
Concentración promedio del HCl/[N]			



### 6.1.2. PRÁCTICA N° 8

#### Determinación de hidróxido de sodio, bicarbonato y carbonato de sodio o mezclas posibles en una solución alcalina

Tipo de práctica	Duración de la práctica	Indicaciones de peligro
Individual	4 horas	

#### 1. Objetivos

- ❖ Aplicar los principios de la volumetría de neutralización en la determinación de la concentración de NaOH, NaHCO<sub>3</sub>, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> o mezclas posibles que pueden encontrarse en una muestra problema teniendo en cuenta las diferentes sensibilidades de los indicadores anaranjado de metilo y fenolftaleína.
- ❖ Calcular el error absoluto y el error relativo de los resultados de las muestras alcalinas.

#### 2. Materiales

- ✓ Una probeta de 100 mL
- ✓ Un frasco lavador
- ✓ Una bureta de 25 mL
- ✓ Un matraz erlenmeyer
- ✓ Una pinza doble para bureta
- ✓ Un soporte universal
- ✓ Papel absorbente o toalla
- ✓ Detergente líquido
- ✓ Calculadora
- ✓ Marcador permanente
- ✓ Un vaso de precipitados de 50 mL



### 3. Reactivos

3.1. Solución de ácido clorhídrico (HCl) 0,25 N. *Solución preparada en la práctica anterior.*

3.2. Solución alcohólica de fenolftaleína ( $C_{20}H_{14}O_4 \times C_2H_6O$ ) 0,1% p/v.

3.3. Solución acuosa de anaranjado de metilo ( $C_{14}H_{14}N_3NaO_3S$ ) al 0,2% p/v.

3.4. Muestra alcalina

3.5. Agua destilada

#### 4. **Tabla N° 21:** Incompatibilidades de las sustancias químicas utilizadas en la práctica N° 8.

<b>Sustancia</b>	<b>Incompatibilidades y condiciones a evitar</b>
<b>Ácido clorhídrico</b>	Ver práctica N° 3, tabla N° 8.
<b>Fenolftaleína</b>	Ver práctica N° 7, tabla N° 16.
<b>Anaranjado de metilo</b>	Ver práctica N° 7, tabla N° 16.

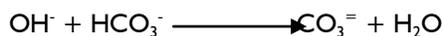
### 5. Fundamento teórico

Mediante la volumetría de neutralización (**3, 26, 55**) se puede cuantificar los componentes de una solución alcalina que contenga NaOH,  $NaHCO_3$ , y  $Na_2CO_3$ , solo o combinados.

Solo pueden existir en cantidades apreciables dos, de los tres componentes, por cuanto el tercero se elimina por reacción entre ellos. Por lo anterior, una solución puede contener una mezcla de NaOH y  $Na_2CO_3$  o de  $Na_2CO_3$  y  $NaHCO_3$ . No



pueden existir en solución NaOH y NaHCO<sub>3</sub> porque reaccionan entre sí para dar Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> según la siguiente reacción iónica:



La cuantificación de estas sustancias se puede realizar mediante dos métodos:

- I. El primer método permite determinar la composición alcalina de la muestra mediante dos titulaciones: una, con un indicador de viraje ácido como el metil naranja y la otra, con un indicador de viraje básico como la fenolftaleína.

La composición de la solución se calcula a partir de dos volúmenes relativos de ácido patrón necesarios para valorar volúmenes iguales de muestra con dos indicadores, uno que vire en medio ácido y otro que vire en medio básico.

**Tabla N° 22:** Relación entre V<sub>F</sub> y V<sub>M</sub>

Compuesto (s) en la muestra	Relación entre V <sub>F</sub> y V <sub>M</sub> en la valoración de volúmenes iguales de muestra
NaOH	V <sub>F</sub> = V <sub>M</sub>
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	V <sub>F</sub> = 1/2 V <sub>M</sub>
NaHCO <sub>3</sub>	V <sub>F</sub> = 0; V <sub>M</sub> > 0
NaOH, Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	V <sub>F</sub> > 1/2 V <sub>M</sub>
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> , NaHCO <sub>3</sub>	V <sub>F</sub> < 1/2 V <sub>M</sub>

Donde:

V<sub>F</sub> = volumen del ácido necesario para el viraje con fenolftaleína.

V<sub>M</sub> = volumen necesario para el viraje con metil naranja.

La muestra contendrá los siguientes compuestos:

Las reacciones iónicas que ocurren en la valoración de los componentes de la solución alcalina con HCl y los volúmenes relacionados con cada indicador, aparecen a continuación:



- a. Si la muestra contiene NaOH:



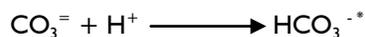
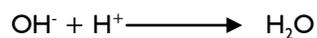
- b. Si la muestra contiene  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ :



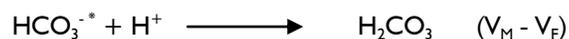
- c. Si la muestra contiene  $\text{NaHCO}_3$ :



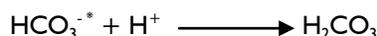
- d. Si la muestra contiene NaOH y  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ :



El volumen gastado en las dos reacciones anteriores corresponde a  $V_M - V_F$ .



- e. Si la muestra contiene  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  y  $\text{NaHCO}_3$ :



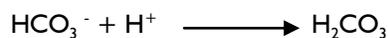
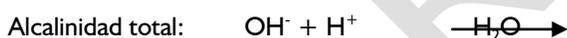
El volumen gastado en las dos reacciones anteriores corresponde a  $V_M - V_F$ .

Los resultados en muestras formadas por uno solo de los compuestos alcalinos son exactos, pero para mezclas no, porque el punto final de la valoración de carbonatos en presencia de fenolftaleína es difuso. Se prefiere en este último caso, métodos específicos para mezclas.

2. El segundo método cuantifica mezclas de NaOH y  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  o de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  y  $\text{NaHCO}_3$ , adicionando  $\text{BaCl}_2$ .

Determinación de mezclas de NaOH y  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  con  $\text{BaCl}_2$ : Se hacen dos valoraciones; en una de ellas se determinan los miliequivalentes totales usando un indicador de viraje ácido ( $V_M$ ); para la otra valoración se separa el carbonato de la solución agregando un exceso de  $\text{BaCl}_2$ .

El  $\text{BaCO}_3$  formado es una sal con solubilidad muy baja. La cuantificación de los hidróxidos se hace utilizando un indicador de viraje básico ( $V_F$ ). Las reacciones que ocurren son:



El volumen gastado en las dos reacciones corresponde a  $V_M$ .

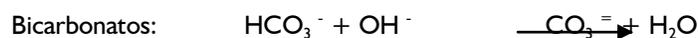
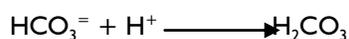
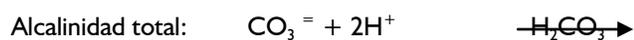


Determinación de mezclas de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  y  $\text{NaHCO}_3$  con  $\text{BaCl}_2$ : Se hacen dos valoraciones; en una de ellas se determinan los miliequivalentes totales usando un indicador de viraje ácido ( $V_M$ ); para la otra valoración se agrega un exceso de álcali tipo



para convertir el  $\text{NaHCO}_3$  en  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (V2). Posteriormente se adiciona  $\text{BaCl}_2$  para precipitar todo el  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  y se valora el  $\text{NaHCO}_3$  por retroceso con ácido tipo (V2) (56).

Las reacciones que ocurren son:



## 6. Consultar antes de la práctica

1. ¿Explique en qué consiste una valoración por retroceso?
2. ¿En qué consiste un ensayo en blanco? ¿Con qué fin se realiza?

## 7. Disposición final de los residuos generados en la práctica

Sustancia o mezcla	Rotulación del recipiente
Las soluciones residuales obtenidas después de las valoraciones.	Soluciones acuosas de sales inorgánicas



**QUEDA TOTALMENTE PROHIBIDO DESECHAR REACTIVOS U OTRO TIPO POR LOS SUMIDEROS. Si  
sobra algún reactivo consultar con el profesor su disposición adecuada.**

## 8. Procedimiento experimental

### Determinación de la composición de la muestra

- El estudiante tomará la alícuota de muestra problema que el profesor indique, en un matraz erlenmeyer y agregar 100 mL de agua destilada y 3 gotas de fenolftaleína. Valorar con el HCl patrón hasta el cambio de color de la solución de rosado a incoloro; reportar el volumen gastado ( $V_{F1}$ ).
- Tomar una alícuota igual a la anterior y agregar 100 mL de agua destilada y 3 gotas de metil naranja y valorar con HCl patrón hasta el cambio de color de amarillo a rojo; reportar el volumen gastado ( $V_{F2}$ ).
- Tomar una alícuota igual a la anterior y agregar 100 mL de agua destilada y 3 gotas de fenolftaleína. Valorar con el HCl patrón hasta el cambio de color de la solución de rosado a incoloro; reportar el volumen gastado ( $V_{F3}$ ). Una vez que vire la fenolftaleína, agregar 3 gotas de naranja de metilo y continuar valorando con HCl patrón hasta que vire el indicador ( $V_{F4}$ ). Reportar el volumen total ( $V_M$ ).
- Realizar las valoraciones por duplicado. Informe los volúmenes como el promedio de dos valoraciones que no difieran en más de 0,2mL.



## 9. HOJA DE RESULTADOS

### Laboratorio de Análisis Químico I

**Práctica N° 8.** Determinación de hidróxido de sodio, bicarbonato y carbonato de sodio o mezclas posibles en una solución alcalina

**Nombre del estudiante:** \_\_\_\_\_

**Fecha:** \_\_\_\_\_

**Tabla N° 23.** Determinación de la composición alcalina de la muestra.

Información requerida	Ensayo 1	Ensayo 2
Identificación de la muestra		
Volumen de la muestra		
Volumen de ácido consumido con fenolftaleína $V_{F1}$ (mL)		
Volumen de la muestra		
Volumen de ácido consumido con naranja de metilo $V_{F2}$ (mL)		
Volumen de la muestra		
Volumen de ácido consumido con fenolftaleína $V_{F2}$ (mL)		
Volumen de ácido consumido con naranja de metilo $V_{F4}$ (mL)		



Volumen total de ácido consumido/ $V_M$ (mL)		
Normalidad del HCl patrón		
Relación entre $V_F$ y $V_M$		
Compuestos alcalinos en la muestra		
g/L de cada uno de los compuestos presentes		

- a). Determinar la composición alcalina de la muestra de acuerdo con la relación de los volúmenes  $V_F$  y  $V_M$ .
- b). Expresar los contenidos de la muestra en g/L de compuesto.

EN REVISIÓN



### I.1.3. PRÁCTICA N° 9

#### Análisis bromatológico básico

#### Determinación de contenido de nitrógeno total por el método de Kjeldahl

Tipo de práctica	Duración de la práctica	Indicaciones de peligro
Grupal (4 personas)	4 horas	

#### I. Objetivos

- ❖ Aplicar el método de Kjeldahl para la cuantificación de nitrógeno total en una muestra y expresar su contenido en porcentaje.
- ❖ Describir las precauciones a considerar en cada una de las etapas del método para evitar errores analíticos por defecto.
- ❖ Conocer la importancia que tiene la cuantificación del contenido de nitrógeno total en los sistemas biológicos (aguas y alimentos) destinados al consumo humano y/o animal, ya que en aguas es un parámetro importante en las estaciones depuradoras de aguas residuales ya que mide el nitrógeno total capaz de ser nitrificado a nitritos y nitratos y, posteriormente, desnitrificado a nitrógeno gaseoso, y en alimentos es de gran importancia nutritiva, ya que de este contenido protéico depende la calidad del producto.



## 2. Materiales

- ✓ Balanza analítica con 4 decimales
- ✓ Para la digestión: un balón de Kjeldahl de 800 mL
- ✓ Una probeta de 100 mL
- ✓ Dos placas de calentamiento (*para todo el curso*)
- ✓ Para la digestión: se utiliza un balón de Kjeldahl de 800 mL colocado en forma inclinada, tapado con un tapón de caucho perforado, en el cual se inserta un tubo de vidrio con una trampa para evitar el arrastre mecánico durante la destilación. Dicha trampa se conecta por medio de un tubo a un refrigerante, cuyo extremo inferior debe quedar por debajo del nivel del ácido, colocado en el erlenmeyer de 250 mL de capacidad. Para el calentamiento del balón Kjeldahl puede usarse un equipo eléctrico u otra fuente de calor.
- ✓ Papel de filtro franja negra
- ✓ Equipo eléctrico u otra fuente de calor apropiada
- ✓ Un frasco lavador
- ✓ Mortero y mango
- ✓ Un agitador de vidrio
- ✓ Piedra pómez
- ✓ Un vidrio de reloj
- ✓ 1,5 gramos de muestra
- ✓ Una espátula
- ✓ Un matraz de erlenmeyer de 250 mL
- ✓ Papel absorbente o toalla
- ✓ Una bureta de 25 mL
- ✓ Detergente líquido
- ✓ Un soporte universal
- ✓ Calculadora
- ✓ Una pinza doble para bureta
- ✓ Marcador permanente
- ✓ Un vaso de precipitados de 50 mL



### 3. Reactivos

Los reactivos empleados en el ensayo deben ser grado analítico.

#### 3.1. Mezcla catalizadora de la digestión.

Mezclar 20 g de sulfato de cobre pentahidratado ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ), con 3 g de óxido de mercurio ( $\text{HgO}$ ) y 1 g de selenio en un mortero. Luego mezclar 480 g de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidro previamente pulverizados.

3.2. 80 mL de solución de hidróxido de sodio ( $\text{NaOH}$ ) al 45% p/v: *un estudiante se encargará de preparar 500 mL de esta solución para todo el curso.*

3.3. Solución alcohólica de rojo de metilo ( $\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{N}_3\text{O}_2\text{Na} \times \text{C}_2\text{H}_6\text{O}$ ) al 0,2% p/v.

3.4. 20 mL de ácido sulfúrico concentrado ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ).

3.5. Solución de ácido clorhídrico ( $\text{HCl}$ ) 0,25 N estandarizada.

También se puede usar una solución 0,1 N cuando el contenido de nitrógeno es pequeño. Esta solución debe valorarse periódicamente.

3.6. 50 mL de solución de ácido bórico al 5% p/v: *un estudiante se encargará de preparar 250 mL de esta solución para todo el curso.*

3.7. Agua destilada

**4. Tabla N° 24:** Incompatibilidades de las sustancias químicas utilizadas en la práctica N° 9.

<b>Sustancia</b>	<b>Incompatibilidades y condiciones a evitar</b>
<b>Hidróxido de sodio</b>	Ver práctica N° 7, tabla N° 16.
<b>Ácido clorhídrico</b>	Ver práctica N° 3, tabla N° 8.
<b>Sulfato de cobre pentahidratado</b>	Si los recipientes que lo contienen se expone a un calor excesivo, estos pueden sobrepresurizarse y romperse debido al vapor de agua liberado. La sustancia se descompone al calentarla intensamente, produciendo óxido de azufre. Puede reaccionar violentamente con acetileno ( <b>57</b> ).
<b>Rojo de metilo</b>	Ver práctica N° 4, tabla N° 10.

**Ácido sulfúrico**

Causa efectos fatales de acuerdo a estudios con animales de laboratorio. Se descompone a 340 °C en  $\text{SO}_3$  y agua. Diluido y al contacto con metales produce hidrógeno el cual es altamente inflamable y explosivo. Puede encender materias combustibles finamente divididas. Durante un incendio se pueden producir humos tóxicos e irritantes. Los contenedores pueden explotar durante un incendio si están expuestos al fuego o por contacto con el agua por la alta liberación de calor. Incompatible con carburos, cloratos, fulminatos, metales en polvo, sodio, fósforo, acetona, ácido nítrico, nitratos, picratos, acetatos, materias orgánicas, acrilonitrilo, soluciones alcalinas, percloratos, permanganatos, acetiluros, epiclorhidrina, anilina, etilendiamina, alcoholes con peróxido de hidrógeno, ácido clorosulfónico, ácido fluorhídrico, nitrometano, 4-nitrotolueno, óxido de fósforo, potasio, etilenglicol, isopreno, estireno. Reacciona violentamente con el agua. reacciona con carbonatos para generar  $\text{CO}_2$  y con cianuros y sulfuros para formar el venenoso gas cianuro de hidrógeno y sulfuro de hidrógeno respectivamente **(58)**.

**5. Fundamento teórico**

El nitrógeno total Kjeldahl **(59)** refleja la cantidad total de nitrógeno en una muestra de agua analizada, suma del nitrógeno orgánico en sus diversas formas (proteínas y ácidos nucleicos en diversos estados de degradación, urea, aminos...) y el ión amonio  $\text{NH}_4^+$ . También se utiliza para determinar proteínas en alimentos. El analista de alimentos comúnmente desea conocer el contenido protéico total de los alimentos, aunque dicho contenido esté conformado por una mezcla compleja de proteínas. Actualmente todos los métodos para determinar el contenido protéico total de los alimentos son de naturaleza empírica. El aislamiento y pesado directo de la proteína proporcionaría un método absoluto, sin embargo, dicho método es llevado a cabo sólo a veces en investigaciones bioquímicas pero es completamente impráctico para el análisis de alimentos.



En 1883 el investigador danés **Johann Kjeldahl (60)** desarrolló el proceso básico del conocido método actual de análisis de proteínas por el método Kjeldahl, para analizar nitrógeno orgánico. En esta técnica se digieren las proteínas y otros componentes orgánicos de los alimentos en una mezcla con ácido sulfúrico en presencia de catalizadores. El nitrógeno orgánico total es convertido en sulfato de amonio. La mezcla digerida se neutraliza con una base y se destila posteriormente en una solución de ácido bórico. Los aniones del borato así formado se titulan con HCl estandarizado, lo cual se convierte en el nitrógeno de la muestra. El resultado del análisis representa el contenido de proteína cruda del alimento ya que el nitrógeno también proviene de componentes no protéicos. Este método ha sufrido varias modificaciones. Así, Kjeldahl usó originalmente permanganato de potasio para llevar a cabo el proceso de oxidación, sin embargo, los resultados no fueron satisfactorios, de manera que este reactivo se descartó.

En 1885 Wilforth encontró que se podía acelerar la digestión con ácido sulfúrico añadiendo algunos catalizadores. Gunning en 1889 sugirió la adición de sulfato de potasio para elevar el punto de ebullición de la mezcla de la digestión para acortar la reacción. Por lo tanto, el procedimiento de esta técnica es más correctamente conocido como **Método Kjeldahl-Wilforth-Gunning**.

#### Fuentes de error

- La inclusión de nitrógeno no protéico como parte de la proteína; la pérdida de nitrógeno durante la digestión, la digestión incompleta de la muestra.
- Las proporciones excesivas de sulfato de sodio o potasio que se añaden al ácido (para elevar el punto de ebullición) pueden resultar en una descomposición por calor y la consecuente pérdida de amoníaco. Generalmente se recomiendan temperaturas de digestión de 370 – 410 °C.
- También puede ocurrir pérdida de nitrógeno si se utiliza demasiado selenio o la temperatura de la digestión no se controla cuidadosamente; las condiciones son aún más críticas que con el cobre o el mercurio cuando se usan como catalizadores.
- Una posible fuente de variación en este método es la pérdida del gas amoníaco o una falla en atrapar el amoníaco en el ácido bórico. Esto puede ocurrir en diferentes pasos del proceso.

#### **6. Consultar antes de la práctica**

1. ¿Para qué se utilizan el HgO y el selenio en la digestión?



2. ¿Cuál sería el efecto sobre la digestión, si solamente en la mezcla se utilizaron sulfato de cobre y sulfato de sodio?
3. ¿Qué objeto tiene la digestión?
4. Escribir la ecuación de la reacción que se efectúa en la digestión
5. Deducir las fórmulas para calcular el % de nitrógeno y el % de proteínas
6. Escribir las ecuaciones de las reacciones que se efectúan en la destilación
7. Escribir la ecuación de la reacción que se efectúa en la titulación
8. ¿Qué objeto tiene agregar piedra pómez o trozos de vidrio para efectuar la destilación?
9. ¿Qué objeto tiene agregar hidróxido de sodio al producto de la digestión?
10. ¿Para qué se recoge el destilado en el ácido clorhídrico?
11. ¿Se puede recoger el destilado en una solución de otra sustancia?
12. ¿A qué pH varía el rojo de metilo?
13. ¿Cuál es el peso equivalente del nitrógeno en esta determinación?
14. ¿A qué se debe el factor 6,25 que aparece en la fórmula para calcular el % de proteínas?
15. En algunas ocasiones después de destilar 150 mL el indicador no cambia. ¿A qué causa puede atribuirse y cómo se puede corregir?
16. Explicar el punto final de la valoración ácido – base involucrada en la cuantificación del nitrógeno.
17. Explicar los resultados obtenidos y establecer conclusiones a partir de ellos.
18. Diferenciar entre compuestos nitrogenados de origen orgánico e inorgánico, y entre los de origen proteico y no proteico. Mencionarlos.
19. Cuáles pueden ser los objetivos de la cuantificación de nitrógeno en los sistemas biológicos destinados a consumo humano y animal.
20. ¿Cómo se obtiene el factor de conversión del nitrógeno en proteína y de qué depende?
21. ¿Por qué el factor de conversión de nitrógeno en proteína varía entre determinados grupos de sistemas biológicos?
22. ¿cuál factor aplicaría en el caso de que el sistema biológico a analizar no pertenezca a ninguno de los grupos conocidos y por qué?
23. ¿Cuál es el criterio para presentar los resultados de la cuantificación del nitrógeno como % de nitrógeno total o como %de proteína?
24. Explicar los términos: % de proteína cruda, % de proteína, % de nitrógeno proteico y % de nitrógeno no proteico.
25. Defina qué es una proteína, un péptido y un aminoácido.



## 7. Disposición final de los residuos generados en la práctica

Sustancia o mezcla	Rotulación del recipiente
Las soluciones residuales obtenidas después de las titulaciones.	Soluciones acuosas de sales inorgánicas

**QUEDA TOTALMENTE PROHIBIDO DESECHAR REACTIVOS U OTRO TIPO POR LOS SUMIDEROS. Si**  
sobra algún reactivo consultar con el profesor su disposición adecuada.

## 8. Procedimiento experimental

### 8.1. Preparación y digestión de la muestra (26, 61-64)

— Pesar una muestra entre 0,7 – 2,2 g, previamente pulverizada, colocarla en un papel de filtro franja negra, doblar el papel teniendo cuidado de no perder nada de la muestra y colocarlo dentro de un matraz Kjeldahl seco, cuidando que la muestra no se adhiera a las paredes o al cuello del matraz.

Para muestras que contengan nitratos: Se agregan 40 mL de ácido sulfúrico que contengan 2 mL de ácido salicílico. Se agita hasta mezclar completamente y se deja en reposo por 30 min, agitando periódicamente, luego se agregan 5 g de tiosulfato de sodio. Se agita, se deja en reposo durante 5 min y se calienta suavemente (bajo una campana de extracción) hasta que disminuya la espuma; luego se suprime el calentamiento. Se agrega dentro del balón Kjeldahl 2 g de mezcla catalizadora. Se hierve vivamente (usando baja temperatura al inicio y aumentando el calor a medida que procede la digestión, rotando los matraces de vez en cuando para asegurarse de que se digiera toda la muestra) hasta que se clarifique la solución y luego durante 30 min más (la digestión terminará cuando el color de la muestra sea azul-verde claro; el proceso tomará aproximadamente 60 minutos). Se continúa como en el numeral 9.2.

Para muestras libres de nitratos. Se agregan 3 g de mezcla catalizadora y 20 mL de ácido sulfúrico. Si se usa una muestra mayor de 2,2 g se aumenta el ácido sulfúrico en cantidad de 10 mL por cada gramo de muestra.

Se coloca el balón en posición inclinada y se calienta suavemente hasta que cese la espuma; se añade una pequeña cantidad de parafina. Si es necesario se hierve fuertemente hasta que la solución se aclare y luego durante 30 min como mínimo (2 h para muestras que contengan materia orgánica). Se continúa como se indica en el numeral 9.2.



- Se enfría al aire durante unos 10 minutos para que no se endurezca o solidifique la muestra, se agregan aprox. 200 mL de agua destilada cuidadosamente, poco a poco, a la muestra digerida, mezclar y refrigerar exteriormente hasta temperatura ambiente.

## 8.2. Destilación

- Inmediatamente conectar el matraz Kjeldahl al refrigerante lo más rápido posible para evitar la pérdida de amoníaco y éste a una trampa de vapor de tal modo que el extremo del refrigerante quede sumergido dentro de un matraz erlenmeyer que contiene 50 mL de solución de ácido bórico al 5 % p/v y 2-3 gotas de rojo de metilo al 0,2 %p/v. Se agregan granallas de piedra pómez para regular la ebullición, se inclina el balón y se agregan 80 mL de solución de hidróxido de sodio al 45% p/v, o la cantidad suficiente para hacer el medio fuertemente alcalino y comprobar que todas las uniones estén bien hechas. La mezcla digerida se tornará oscura (azul – gris o café oscuro). Si no cambia de color añadir más NaOH.

**Nota:** agregar lentamente la solución alcalina por las paredes girando suavemente el balón.

- Luego se calienta hasta que haya destilado todo el amoníaco (150 mL de destilado mínimo) al erlenmeyer que contiene el ácido bórico y probar con papel tornasol rosado hasta que dé resultado negativo para amonio. Se retira el tubo de salida del destilado, enjuagando el exterior del tubo en el destilado para evitar el arrastre de vapor.

## 8.3. Titulación

Titulación con indicador rojo de metilo. Se titula el destilado obtenido con la solución de HCl 0,25 N, usando 2 gotas de rojo de metilo como indicador, hasta que el color cambie de amarillo a rosado.

### NOTAS:

- La llavecita de la segunda parte de la unidad destiladora (que conduce la muestra procesada hacia el vasito permanece cerrada (en posición horizontal) durante el procesamiento de la muestra. Sólo se abre cuando se enjuaga el destilador.



- Cuando se termina la destilación se debe retirar el erlenmeyer donde se recogió el destilado y luego se apaga el calentador eléctrico o el mechero. De otra forma el matraz Kjeldahl al enfriarse absorberá el líquido destilado.
- Al retirar el matraz de erlenmeyer se debe limpiar la unidad destiladora enjuagando la cámara de ebullición varias veces con agua destilada. Cada vez que se añada agua destilada hasta llenar la copita superior de la unidad destiladora para el enjuague deje que ésta hierva primero. Luego abra la llave de la parte que permite salir las muestras hacia fuera de la unidad destiladora. Una vez vacía la parte en donde se procesa la muestra asegúrese de que esté bien vacía. Si queda todavía un poco de agua en el fondo permita que hierva para que se vaya toda hacia esa segunda parte de la unidad destiladora. El matraz estará listo para recibir la segunda cantidad de agua destilada para lavar la unidad destiladora. Esta operación se repite al menos unas 4 veces.
- Cada equivalente de NaOH usada corresponde a un equivalente de  $\text{NH}_3$  o a un equivalente de N en la muestra original. El peso del N en mg está dado por miliequivalentes de la base X 14 (el peso equivalente del N).

## 9. HOJA DE RESULTADOS

### Laboratorio de Análisis Químico I

#### Práctica N° 9. Análisis bromatológico básico

Determinación de contenido de nitrógeno total por el método de Kjeldahl

Grupo N° \_\_\_\_\_

Nombre de los integrantes:

---

---

---

---

Fecha: \_\_\_\_\_

**Tabla N° 25:** Determinación de contenido de nitrógeno total por el método de Kjeldahl.

<b>Muestra referencia</b>	<b>Muestra /[g]</b>	<b>Factor de conversión</b>	<b>Volumen de ácido consumido en la titulación del blanco</b>	<b>Volumen de ácido consumido en la titulación de la muestra</b>	<b>% N</b>

EN REVISIÓN

**9.1.1. PRÁCTICA N° 10****Determinación potenciométrica de la concentración de ácido acético en un vinagre comercial**

Tipo de práctica	Duración de la práctica	Indicaciones de peligro
Grupal (4 personas)	3 horas	

**1. Objetivos**

- ❖ Determinar la concentración de ácido acético en un vinagre comercial, a través de una titulación potenciométrica, con el fin de relacionar ésta con el grado de calidad.
- ❖ Aprender a usar nuevos métodos matemáticos, como la segunda derivada de una curva experimental para llegar a resultados de significado fisicoquímico.
- ❖ Determinar la acidez total de un vinagre comercial, mediante una valoración ácido-base utilizando el método de Gran para la determinación potenciométrica del punto final.

**2. Materiales**

- ✓ Potenciómetro
- ✓ Electrodo combinado de pH
- ✓ Vinagre comercial
- ✓ Una probeta de 100 mL
- ✓ Un agitador de vidrio
- ✓ Una bureta de 25 mL
- ✓ Un soporte universal
- ✓ Un agitador magnético o mecánico
- ✓ Una pinza doble para bureta
- ✓ Frasco lavador



- ✓ Un matraz aforado de 100 mL
- ✓ Un matraz aforado de 50 mL
- ✓ Dos vasos de precipitado de 250 mL
- ✓ Una pipeta aforada de 2 mL
- ✓ Papel absorbente o toalla
- ✓ Detergente líquido
- ✓ Calculadora
- ✓ Marcador permanente

### 3. Reactivos

3.1. Solución de hidróxido de sodio (NaOH) 0,25 N. *Preparada en la práctica N° 3.*

3.2. Solución buffer (tampón) de pH 8,7: *Una solución por grupo.*

3.3. Agua destilada

4. **Tabla N° 26:** Incompatibilidades de las sustancias químicas utilizadas en la práctica N° 10.

Sustancia	Incompatibilidades y condiciones a evitar
Hidróxido de sodio	Ver práctica N° 7, tabla N° 16.

### 5. Fundamento teórico

EL *vinagre* o "*vinagre de vino*" (**65**) es un producto obtenido de compuestos amiláceos mediante una fermentación durante la cual, por la influencia de agentes microscópicos: *Mycoderma aceti*, *Bacterium oxidans*, el alcohol etílico se oxida a ácido acético. Presenta una acidez total expresada como ácido acético, (CH<sub>3</sub>COOH) entre el 3 y 5 % p/v.

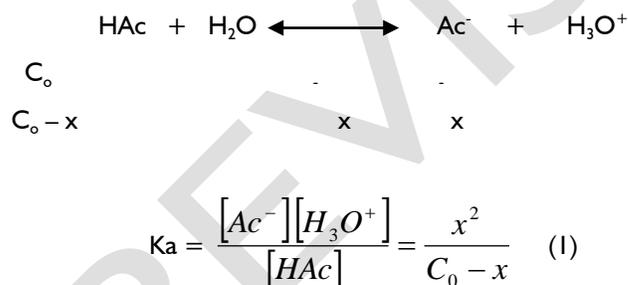
Para establecer su naturaleza, su valor comercial y su legitimidad (ya que puede ser devino, de orujo o de frutas, de alcohol o artificial a base de ácido acético), se hacen varias determinaciones, entre ellas la *acidez total*, neutralizando el ácido acético mediante la adición de una base fuerte. La localización del punto final con un indicador coloreado ácido-base la mayoría de

veces no es posible, debido a la coloración que presenta la muestra. Entonces el análisis se efectúa mediante la detección potenciométrica del punto final utilizando un electrodo combinado de vidrio-calomelanos.

También en el comercio se disponen de aparatos especiales para esta determinación, llamados acidímetros.

Si se sumerge dentro de una solución dos electrodos (*de referencia e indicador*) se forma una pila. La medida del potencial eléctrico de dicha pila nos puede dar información sobre la concentración o el coeficiente de actividad de las sustancias en disolución. A partir de esos datos, se puede calcular propiedades fisicoquímicas de las sustancias en disolución, como por ejemplo el producto de solubilidad, el pH de la disolución y el punto final de una valoración.

Una vez se conoce la concentración de ácido acético en vinagre ( $c_0$ ), y conociendo también el pH del vinagre (ácido acético), se puede determinar la constante de acidez del ácido acético (**66**) según:



El método de Gran (es una técnica de extrapolación lineal de los datos obtenidos a partir de una valoración potenciométrica de tal forma que permite transformar la curva logarítmica (pH de la disolución frente a volumen añadido) de la valoración en dos tramos lineales (antes y después del punto de equivalencia) de cuyas ecuaciones puede obtenerse el volumen en el punto final.

El hidróxido de sodio reacciona con el ácido acético del vinagre según la siguiente reacción ácido-base:





## 6. Disposición final de los residuos generados en la práctica

Sustancia o mezcla	Rotulación del recipiente
La solución buffer utilizada en esta práctica se recoge y se guarda nuevamente para ser reutilizada, ya que permanece estable por 6 meses.	Se guardan
Las soluciones acuosas de ácido acético tituladas	Soluciones acuosas de sales inorgánicas

**QUEDA TOTALMENTE PROHIBIDO DESECHAR REACTIVOS U OTRO TIPO POR LOS SUMIDEROS.** Si sobra algún reactivo consultar con el profesor su disposición adecuada.

## 7. Procedimiento experimental

### 7.1. Preparación de la muestra

- Tomar una alícuota de 2 mL (con una pipeta aforada) de muestra y diluir con agua destilada hasta completar un volumen de 100 mL y mezclar bien.
- Tomar en un vaso de precipitados de 250 mL una alícuota de 50 mL (medidos con matraz aforado de 50 mL) y agregar aproximadamente 50 mL de agua destilada con la ayuda de una probeta.

### 7.2. Preparación del potenciómetro

- Lavar los electrodos con agua destilada y secarlos.
- Colocar en un vaso de precipitados de 250 mL, la solución buffer de pH 8,7.
- Introducir los electrodos en la solución.



- Verificar que el botón de temperatura esté en 25°C.
- Colocar el botón del potenciómetro en la posición para leer pH.
- Calibrar el pH al valor de 8,7 con el botón respectivo.
- Volver el botón de pH a su posición inicial.
- Sacar los electrodos del vaso y fijarlos en una posición que permita quitar fácilmente el vaso con la solución buffer.

### 7.3. Determinación

- Reemplazar el vaso de la solución buffer por el que contiene la muestra preparada anteriormente.
- Colocar un agitador magnético o mecánico.
- Instalar una bureta de tal forma que se pueda agregar la solución de NaOH 0,2 N sin producir salpicaduras.
- Introducir los electrodos en la solución que se va a valorar.
- Poner en marcha el motor del agitador.
- Colocar el botón del potenciómetro en la posición para leer pH.
- Leer y anotar el pH inicial.
- Medir y anotar el pH después de cada adición de NaOH 0,2 N. Al principio agregar volúmenes grandes de este reactivo (de 1 – 5 mL), no agregar más reactivo hasta que el pH se mantenga constante durante unos 30 s, en ocasiones el motor del agitador da lugar a lecturas erróneas de pH, es aconsejable apagar el motor en el momento de proceder a cada lectura. Disminuir el volumen de reactivo que se agrega cada vez, según vaya aumentando el valor de pH/mL, que se calcula para cada adición. En la vecindad inmediata del punto de



equivalencia, agregar el NaOH en incrementos de 0,1 mL. Continuar la valoración hasta 5 mL después del punto de equivalencia hasta llegar a un pH de 11, aumentando los volúmenes agregados a medida que el pH/mL vuelva a disminuir.

- Repetir la valoración, al menos una vez más.

EN REVISIÓN

**8. HOJA DE RESULTADOS****Laboratorio de Análisis Químico I**

**Práctica N° 10.** Determinación potenciométrica de la concentración de ácido acético en un vinagre comercial.

**Grupo N°** \_\_\_\_\_

**Nombre de los integrantes:**

---

---

---

---

**Fecha:** \_\_\_\_\_

**8.1.** Representación gráfica de los resultados potenciométricos.

**8.1.1.** Representar en papel milimetrado los siguientes datos para obtener la curva logarítmica y estimar de forma aproximada el volumen del punto final el cual corresponde a el punto de inflexión de la curva.

**Tabla N° 27:** pH vs. V en mL de NaOH agregado.

Vinagre referencia:	
pH	Volumen de NaOH agregado/[mL]




- 8.1.2.** Método de la primera derivada: se representa  $\Delta pH/\Delta V$  frente al volumen medio de valorante. El punto final coincide con el máximo de la curva.

$$\frac{\Delta pH}{\Delta V} \text{ vs. } V \text{ en mL de NaOH agregado.}$$

$$\frac{(\Delta pH)^2}{(\Delta V)^2} \text{ vs. } V \text{ en mL de NaOH agregado.}$$



- Determinar el punto final empleando, las 3 gráficas y con este dato calcular la concentración de ácido acético expresada en gramos de ácido acético por litro de muestra (g/L de ácido acético en la muestra). ¿Coincide el resultado obtenido con el que aparece en la etiqueta? ¿Qué conclusiones pueden obtenerse?.
- Calcular la incertidumbre asociada a la acidez mediante la siguiente expresión (67):

$$I_a = 3 \sqrt{I_v^2 \times F^2 \times I_F^2 \times V^2}$$

Siendo:

$I_v$  = incertidumbre asociada al volumen gastado en la valoración (suponer 0,1 mL).

$I_F$  = incertidumbre asociada al factor de la disolución de NaOH.

## 9. Preguntas de repaso

Elaborar un cuestionario referente al tema con sus respectivas respuestas.

### 9.1.1. PRÁCTICA N° 11

#### Determinación volumétrica de $P_2O_5$ en una muestra de roca fosfórica

Tipo de práctica	Duración de la práctica	Indicaciones de peligro
Individual	8 horas	

#### 1. Objetivos

- ❖ Determinar el contenido de fósforo ( $P_2O_5$ ) en una muestra de roca fosfórica por volumetría, con el fin de poner en práctica los conceptos teóricos adquiridos en el área.
- ❖ Definir qué es una roca fosfórica, cuál es su origen, cuál es su composición y cómo se clasifican, con la ayuda de una revisión bibliográfica y obtener un ligero conocimiento sobre su importancia en el sector agroindustrial y la selección del tipo de fertilizante apropiado para cada aplicación en particular.
- ❖ Calcular los diferentes parámetros de calidad, con la ayuda de un tratamiento estadístico de errores, para evaluar la exactitud y precisión de los resultados obtenidos.

#### 2. Materiales

- |  |                              |
|--|------------------------------|
| ✓ Mortero con mango  | ✓ Un matraz aforado de 50 mL |
| ✓ Un gramo de muestra de fosfato ( <i>suministrada por el profesor</i> ) | ✓ Un frasco lavador          |
| ✓ Balanza analítica con 4 decimales                                      | ✓ Un matraz erlenmeyer       |
| ✓ Un vaso de precipitados de 50 mL                                       | ✓ Una bureta de 25 mL        |



- ✓ Una probeta de 25 mL
- ✓ Una pipeta graduada de 10 mL
- ✓ Papel indicador universal (pH 1 – 14)
- ✓ Dos placas de calentamiento (*para todo el curso*)
- ✓ Un matraz aforado de 250 mL
- ✓ Un embudo estriado
- ✓ Un soporte universal
- ✓ Un vaso de precipitados de 250 mL
- ✓ Una pera de succión o pipeteador
- ✓ Un aro de hierro con nuez
- ✓ Una pinza doble para bureta
- ✓ Una agitador de vidrio
- ✓ Papeles de filtro franja negra y azul
- ✓ Papel absorbente o toalla
- ✓ Detergente líquido
- ✓ Marcador permanente
- ✓ Calculadora

### 3. Reactivos

- 3.1. 30 mL de solución de molibdato de amonio  $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ .
- 3.2. 26 mL de ácido nítrico concentrado ( $\text{HNO}_3$ ).
- 3.3. 2 mL de ácido clorhídrico concentrado ( $\text{HCl}$ ).
- 3.4. Solución alcohólica de fenolftaleína ( $\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O}_4 \times \text{C}_2\text{H}_6\text{O}$ ) al 0,1% p/v.
- 3.5. Solución de ácido clorhídrico ( $\text{HCl}$ ) 0,25 N. Preparada en la práctica N° 7.
- 3.6. Solución de hidróxido de sodio ( $\text{NaOH}$ ) 0,25 N. Preparada en la práctica N° 7.
- 3.7. Agua destilada

### 4. **Tabla N° 28:** Incompatibilidades de las sustancias químicas utilizadas en la práctica N° 11.



<b>Sustancia</b>	<b>Incompatibilidades y condiciones a evitar</b>
<b>Hidróxido de sodio</b>	Ver práctica N° 7, tabla N° 16.
<b>Ácido clorhídrico</b>	Ver práctica N° 3, tabla N° 8.
<b>Fenolftaleína</b>	Ver práctica N° 7, tabla N° 16.
<b>Molibdato de amonio</b>	Productos de Combustión: Amoníaco y óxidos de nitrógeno. Agentes Oxidantes fuertes. Ácidos fuertes. Evitar altas temperaturas <b>(68)</b> .
<b>Ácido nítrico</b>	No combustible, pero facilita la combustión de otras sustancias. Riesgo de incendio y explosión en contacto con compuestos orgánicos o combustibles (sustancias inflamables). En caso de incendio en el entorno no utilizar espuma. La sustancia es un oxidante fuerte y reacciona violentamente con materiales combustibles y reductores (p.ej. trementina, carbón, alcohol). La sustancia es un ácido fuerte, reacciona violentamente con bases y es corrosiva para los metales. Reacciona violentamente con compuestos orgánicos (p.ej. acetona, ácido acético, anhídrido acético), originando peligro de incendio y explosión. Ataca a algunos plásticos <b>(69)</b> .

## 5. Fundamento teórico

La roca fosfórica comercializada en Colombia, contiene alrededor del 30% de  $P_2O_5$  y es la fuente de fósforo más utilizada para la fabricación de fertilizantes agrícolas. Los fertilizantes son una mezcla de compuestos de nitrógeno, fósforo y potasio (NPK), elementos considerados como los macronutrientes básicos de las plantas.

Las rocas fosfatadas **(70)**, también llamadas fosfatos, están formadas por **fluorofosfato de calcio** -  $Ca_{10}F_2(PO_4)_6$ . Se presentan en forma de rocas duras y masas granulares débilmente consolidadas.

Las rocas fosfatadas se dividen en dos grupos importantes:



1). Las que albergan menas con apatito (rocas ígneas y metamórficas) –  $[\text{Ca}_5(\text{F,Cl,OH})\cdot(\text{PO}_4)_3]$  que representa una mezcla entre el *fluorapatito*  $[\text{Ca}_5(\text{F})\cdot(\text{PO}_4)_3]$ , *clorapatito*  $[\text{Ca}_5(\text{Cl})\cdot(\text{PO}_4)_3]$  e *hidroxiapatito*  $[\text{Ca}_5(\text{OH})(\text{PO}_4)_3]$ , y otros materiales llamados accesorios o ganga. La composición química de los primeros dos minerales es la siguiente: 55,5% CaO, 42,3%  $\text{P}_2\text{O}_5$ , 3,9% F. El apatito con flúor es el más difundido en la naturaleza y se encuentra en las rocas ácidas, mientras que el apatito con cloro aparece en las rocas básicas. Contiene en su estructura cristalina pequeñas cantidades de Mg, Fe, Mn y en ocasiones elementos del grupo del Cerio.

2). Las que acumulan las menas sedimentarias llamadas fosforitas, principalmente como francolita y colofanita: la fosforita, por otra parte, se define como una formación sedimentaria compuesta por diferentes minerales (cuarzo, glauconita, calcita, materiales arcillosos) y fosfatos, representados fundamentalmente por fluorapatito o minerales cercanos a él. El contenido de  $\text{P}_2\text{O}_5$  varía entre 3-36%.

El método se basa en disolver y transformar, por tratamiento ácido, los compuestos fosforados a ortofosfatos, los cuales se hacen reaccionar con molibdato de amonio para formar el complejo de fosfomolibdato (**17, 26, 37, 62, 71-74**).

## 6. Consultar antes de la práctica

1. ¿Para qué se agrega el  $\text{HNO}_3$  a la muestra de roca fosfórica?
2. ¿Para qué se emplea  $\text{HCl}$  concentrado?
3. ¿Cuál es el reactivo utilizado en la precipitación del ión fosfato?
4. ¿Una vez obtenido el precipitado de fosfo-molibdato de amonio, cuál es el reactivo utilizado para la disolución?
5. ¿Cuál es el peso equivalente del fósforo?
6. ¿Cuál es el peso equivalente del  $\text{P}_2\text{O}_5$ ?
7. Escriba las reacciones que ocurren.
8. Deducir la fórmula para calcular el % de  $\text{P}_2\text{O}_5$
9. ¿Qué es una valoración por retroceso?
10. ¿Qué ensayo cualitativo se usa para reconocer la roca fosfórica en el campo?
11. ¿Cuál es el componente más importante de la roca fosfórica?
12. ¿Qué industria colombiana de importancia económica usa la roca fosfórica como materia prima?



## 7. Disposición final de los residuos generados en la práctica

Sustancia o mezcla	Rotulación del recipiente
Papel de filtro franja negra residual de la sección <i>10.2</i>	Residuos tóxicos
El agua de lavado con pH de 5, generada en la sección <i>10.3</i> , junto con la solución que queda al final de la titulación por retroceso.	Soluciones acuosas de sales inorgánicas
Papel de filtro franja azul.	Residuos tóxicos

**QUEDA TOTALMENTE PROHIBIDO DESECHAR REACTIVOS U OTRO TIPO POR LOS SUMIDEROS.** Si sobra algún reactivo consultar con el profesor su disposición adecuada.

## 8. Procedimiento experimental

### 8.1. Preparación de la muestra

— Triturar y pulverizar la muestra de fosfato en un mortero.

### 8.2. Disolución de la muestra

— Pesar una muestra entre 0,4 – 0,5 g, tratarla en un vaso de precipitados de 50 mL con 15 mL de ácido nítrico concentrado (medidos con probeta) y 2 mL de ácido clorhídrico concentrado (medidos con pipeta graduada), hervir cuidadosamente hasta casi sequedad; enfriar, agregar 1 mL de ácido nítrico concentrado y 20 mL de agua destilada, filtrar por gravedad con papel de filtro franja negra (ver sección 8: disposición final de los residuos) y lavar con agua destilada recogiendo el filtrado y las aguas de lavado en un matraz aforado de 250 mL, completar el volumen y mezclar bien.



### 8.3. Determinación

- Tomar una alícuota de 50 mL (usando un matraz aforado de 50 mL) de la solución anterior en un matraz erlenmeyer y agregar 10 mL de ácido nítrico concentrado.
- Calentar a 45 °C y agregar lentamente desde una bureta, 30 mL de solución de molibdato de amonio al mismo tiempo que se agita. Dejar reposar por 30 min en baño de maría, filtrar por gravedad en papel de filtro franja azul, lavar el precipitado y el papel con agua destilada hasta que el agua de lavado tenga un pH de 5 (recoger el filtrado en un vaso de precipitados de 250 mL) y luego despreciarlo (ver sección 8: disposición final de los residuos).
- Transferir el papel de filtro franja azul junto con el precipitado al matraz erlenmeyer donde se hizo la precipitación; agregar 100 mL de agua, 3 gotas de fenolftaleína 0,1% p/v y NaOH 0,25 N hasta que todo el precipitado se haya disuelto y luego un pequeño exceso. Valorar por retroceso con HCl 0,25 N hasta que la solución sea incolora o con un tinte azul.

**9. HOJA DE RESULTADOS****Laboratorio de Análisis Químico I**

**Práctica N° 11.** Determinación volumétrica de  $P_2O_5$  en una muestra de roca fosfórica.

**Nombre del estudiante:** \_\_\_\_\_

**Fecha:** \_\_\_\_\_

**Tabla N° 29:** Datos correspondientes a la determinación de  $P_2O_5$ .

<b>Muestra referencia:</b>	
<b>Volumen de HCl empleado en la valoración /[mL]</b>	<b>Concentración de <math>P_2O_5</math> /[%p/p]</b>



---

## **6.2. Volumetría de precipitación**

---

### 6.2.1. PRÁCTICA N° 12

#### Determinación de cloruros en una muestra salina, por el método de precipitación de Mohr

Tipo de práctica	Duración de la práctica	Indicaciones de peligro
Individual	4 horas	

#### 1. Objetivos

- ❖ Aplicar los principios teóricos de las volumetrías de precipitación usando el método de Mohr para la determinación de la concentración de cloruros en una muestra acuosa de sal de mesa.
- ❖ Adquirir destreza en el manejo cuidadoso de los instrumentos utilizados en volumetría mediante la experimentación en el laboratorio.
- ❖ Calcular los diferentes parámetros de calidad, con la ayuda de un tratamiento estadístico de errores, para evaluar la exactitud y precisión de los resultados obtenidos.

#### 2. Materiales

- ✓ Mortero con mango
- ✓ Una probeta de 25 mL
- ✓ Un matraz erlenmeyer
- ✓ Un vidrio de reloj
- ✓ Una pera de succión o pipeteador
- ✓ Balanza analítica con 4 decimales
- ✓ Un matraz aforado de 50 mL
- ✓ Una pipeta aforada de 10 mL
- ✓ Un frasco lavador
- ✓ Papel absorbente o toalla
- ✓ Un matraz aforado de 250 mL
- ✓ Un soporte universal



- ✓ Una pipeta graduada de 10 mL
- ✓ Una bureta de 25 mL
- ✓ Una pinza doble para bureta

### 3. Reactivos

- 3.1. Solución de nitrato de plata ( $\text{AgNO}_3$ ) 0,1 N: *Un estudiante se encarga de preparar 500 mL de esta solución para todo el curso.*
- 3.2. 10 mL de cloruro de sodio ( $\text{NaCl}$ ) 0,1 N. Reactivo analítico.
- 3.3. 3 mL de solución de cromato de potasio ( $\text{K}_2\text{CrO}_4$ ) al 5% p/v.
- 3.4. 1, 5 g de bicarbonato de sodio ( $\text{NaHCO}_3$ ).
- 3.5. Agua destilada

#### 4. **Tabla N° 30:** Incompatibilidades de las sustancias químicas utilizadas en la práctica N° 12.

<b>Sustancia</b>	<b>Incompatibilidades y condiciones a evitar</b>
<b>Nitrato de plata</b>	Ver práctica N° 3, tabla N° 8.
<b>Cloruro de sodio</b>	Productos de la combustión: cuando se calienta hasta una temperatura alta, hay emisión de vapor irritante, particularmente para los ojos <b>(75)</b> .



<p><b>Cromato de potasio</b></p>	<p>Cancerígeno: Comprobadamente cancerígeno a nivel humano. Mutágeno: puede causar daño genético hereditario. Teratógeno: se señalan malformaciones a nivel de experiencias con animales. Productos de combustión. Óxidos de cromo y óxido de potasio. Moderadamente estable. Agentes Reductores. Ácidos. Hidracina. Productos combustibles y sustancias inflamables. Materiales orgánicos <b>(76)</b>.</p>
<p><b>Bicarbonato de sodio</b></p>	<p>Evitar el calor y el contacto con los ácidos <b>(77)</b>.</p>

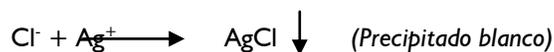
## 5. Fundamento teórico

El ión cloruro ( $\text{Cl}^-$ ), es uno de los aniones inorgánicos principales en el agua natural y residual **(78, 79)**. El contenido de cloruro de las aguas son variables y se deben principalmente a la naturaleza de los terrenos atravesados.

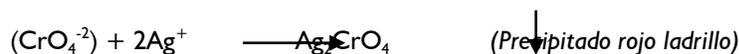
Generalmente, el contenido del ión cloruro de las aguas naturales es inferior a 50 mg/L. En el agua potable, el sabor salado producido por el  $\text{Cl}^-$  es variable y depende de la composición química del agua.

El método de Mohr es un ejemplo de volumetría de precipitación.

Método de Mohr (80): El método se utiliza **para determinar iones cloruro y bromuro de metales alcalinos, magnesio y amonio**. La valoración se hace con solución patrón de nitrato de plata ( $\text{AgNO}_3$ ). El indicador es el ión cromato ( $\text{CrO}_4^{2-}$ ), que da a la solución en el punto inicial una coloración amarilla y forma en el punto final un precipitado rojo ladrillo de cromato de plata ( $\text{Ag}_2\text{CrO}_4$ ). Las reacciones que ocurren en la determinación de iones cloruro son:



Una vez terminada la reacción entre el cloruro y la plata, precipita el cromato de plata.



La solución debe tener un pH neutro o cercano a la neutralidad. Un pH de 8,3 es adecuado para la determinación.

## 6. Consultar antes de la práctica

1. ¿Por qué se estandariza la solución de nitrato de plata?
2. Escribir las reacciones que ocurren.
3. ¿Para qué se utiliza la solución de cromato de potasio?
4. ¿Cómo clasifica la reacción que efectúa en la determinación anterior?
5. ¿Qué importancia tienen las sales mineralizadas?
6. ¿Qué composición tienen las sales mineralizadas?
7. ¿Qué renglón de la economía consume las sales mineralizadas?
8. ¿Las sales mineralizadas son mezclas de varias sustancias o son minerales que se encuentran en yacimientos?
9. Deducir la fórmula para calcular el % p/v de cloruro de sodio
10. ¿Por qué a este método se llama de Mohr?
11. Dar el nombre de otros métodos que se pueden utilizar para la determinación de cloruros.
12. Describir el principio en que se basa cada uno de los métodos mencionados anteriormente.
13. ¿Qué normalidad tiene la solución de NaCl?
14. ¿Qué cantidad de cloro le corresponde a 1 ml de solución 0,1 N de  $\text{AgNO}_3$ ?
15. Anote la concentración de plata en:
  - moles por litro
  - gramos por litro
  - porcentaje peso sobre volumen
16. ¿Por qué la solución que se analiza mediante el método de Mohr debe tener pH neutro o cercano a la neutralidad?
17. Expresar la concentración de cloruros en mg/L de NaCl.

## 7. Disposición final de los residuos generados en la práctica

**Sustancia o mezcla****Rotulación del recipiente**

Los residuos generados esta práctica poseen una alta concentración de metales

Soluciones acuosas de sales inorgánicas

**QUEDA TOTALMENTE PROHIBIDO DESECHAR REACTIVOS U OTRO TIPO POR LOS SUMIDEROS.** Si sobra algún reactivo consultar con el profesor su disposición adecuada.

**8. Procedimiento experimental****8.1. Preparación de la muestra**

— Pesar 0,5 g de cloruro de sodio, triturar y pulverizar la muestra en un mortero.

**8.2. Valoración de un blanco**

— Tomar aprox. 25 mL de agua destilada (medidos en probeta), en un matraz erlenmeyer, agregar 0,5 g de bicarbonato de sodio y 1 mL de solución de cromato de potasio, titular con nitrato de plata hasta que aparezca un color pardo.

**8.3. Estandarización de la solución de nitrato de plata ( $\text{AgNO}_3$ )**

— Tomar 10 mL de NaCl 0,1 N en un matraz erlenmeyer, agregar aprox. 30 mL de agua destilada, 0,5 g de bicarbonato de sodio y 1 mL de solución de cromato de potasio, titular con nitrato de plata hasta que aparezca un color pardo. Repetir la valoración y calcular la normalidad de la solución de nitrato de plata.

**8.4. Disolución de la muestra**



- Pesar 0,1 g de la muestra de sal, disolver en agua destilada y diluir hasta completar 250 mL.

### 8.5. Determinación

- Tomar alícuota de 50 mL de la solución anterior (usando un matraz aforado de 50 mL) en un matraz erlenmeyer, agregar 0,5 g de bicarbonato de sodio, 1 mL de solución de cromato de potasio y valorar con la solución de nitrato de plata estandarizada. Repetir la determinación 2 veces más.

EN REVISIÓN

**9. HOJA DE RESULTADOS****Laboratorio de Análisis Químico I**

**Práctica N° 12.** Determinación de cloruros en una muestra salina, por el método de precipitación de Mohr

**Nombre del estudiante:** \_\_\_\_\_

**Fecha:** \_\_\_\_\_

**9.1.** Reporte los resultados en las tablas siguientes. Adicionar los cálculos respectivos.

**Tabla N° 31:** Estandarización de la solución de nitrato de plata.

Información requerida	ENSAYO 1	ENSAYO 2	ENSAYO 3
Volumen de NaCl usado (mL)			
Volumen de AgNO <sub>3</sub> consumido (mL)			
Normalidad del AgNO <sub>3</sub> (N)			
Normalidad del AgNO <sub>3</sub> promedio (N)			


**Tabla N° 32:** Determinación de cloruros en una muestra de sal de mesa.

Información requerida	ENSAYO 1	ENSAYO 2	ENSAYO 3
Peso de la muestra de sal			
Alícuota de NaCl (mL)			
Volumen de AgNO <sub>3</sub>			
Concentración de la solución de			
Concentración de la solución de			

**9.2.** Estandarización del AgNO<sub>3</sub> y determinación de cloruro:

Determinar la desviación estándar, el % de desviación estándar relativa (%RSD) y los límites de confianza al 95%.

**9.3.** Presente los resultados obtenidos junto con sus incertidumbres absolutas o relativas. Identifique posibles fuentes de error y discuta cómo el error afecta el valor reportado en sus resultados. Identifique en qué dirección mayor o menor relativo al valor esperado, el error descrito afecta sus resultados.



### **6.3. Volumetría de formación de complejos**

### 6.3.1. PRÁCTICA N° 13

#### Determinación complexométrica de calcio y magnesio (dureza del agua) en una muestra de agua

Tipo de práctica	Duración de la práctica	Indicaciones de peligro
Individual	Cuántas horas dura ésta práctica	

#### 1. Objetivos

- ❖ Aplicar los principios teóricos de las volumetrías de formación de complejos usando el método titrimétrico con EDTA para la determinación de la dureza total en una muestra de agua potable.
- ❖ Definir qué es agua dura y cuántos tipos de agua dura hay, con la ayuda de una revisión bibliográfica y así saber por qué es tan importante conocer la dureza total en agua para consumo humano.
- ❖ Calcular los diferentes parámetros de calidad, con la ayuda de un tratamiento estadístico de errores, para evaluar la exactitud y precisión de los resultados obtenidos.

#### 2. Materiales

- |                                     |                               |
|-------------------------------------|-------------------------------|
| ✓ Balanza analítica con 4 decimales | ✓ Un frasco lavador           |
| ✓ Una pipeta aforada de 10 mL       | ✓ Papel absorbente o toalla   |
| ✓ Un matraz erlenmeyer              | ✓ Calculadora                 |
| ✓ Un vidrio de reloj                | ✓ Un soporte universal        |
| ✓ Un agitador de vidrio             | ✓ Una pinza doble para bureta |
| ✓ Una probeta de 100 mL             | ✓ Papel indicador universal   |



- ✓ Una pipeta graduada de 10 mL
- ✓ Una bureta de 25 mL
- ✓ Una espátula
- ✓ Detergente líquido

### 3. Reactivos

#### 3.1. Solución buffer

1. Disolver 3,4 g de cloruro de amonio ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) en 29 mL de hidróxido de amonio concentrado ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ). Añadir 0,25 g de sal de magnesio de EDTA, sal disódica del ácido etilendiamina tetraacético (comercialmente disponible) y diluir a 50 mL con agua destilada.
2. Si la sal de magnesio de EDTA no está disponible, disolver 0,2358 g de la sal disódica del ácido etilendiamina tetraacético dihidrato (reactivo de grado analítico) y 156 mg de sulfato de magnesio ( $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) o 128,8 mg de cloruro de magnesio ( $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) en 10 mL de agua destilada. Adicionar ésta solución a 3,38 g de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  y 28,6 mL de  $\text{NH}_4\text{OH}$  concentrado con agitación y diluir 50 mL con agua destilada. Para lograr una exactitud más alta, ajuste la equivalencia exacta a través de la adición apropiada de una pequeña cantidad de EDTA o  $\text{MgSO}_4$  o  $\text{MgCl}_2$ .

Almacenar la solución 1) o 2) en un recipiente de plástico o vidrio de borosilicato por 1 mes máximo. Tapar firmemente para evitar la pérdida de amoníaco ( $\text{NH}_3$ ) o recoger el  $\text{CO}_2$ .

#### 3.2. Agente acomplejante

Para la mayoría de aguas no se necesita el agente acomplejante. Ocasionalmente a el agua que contiene iones interferentes se requiere adicionar un agente acomplejante apropiado para dar una claridad en el cambio de color en el punto final. Los siguientes agentes se recomiendan:

- a) **Inhibidor I:** ajustar las muestras ácidas a un pH de 6 o mayor con buffer o 0,1 N de NaOH. Añadir 50 mg de cianuro de sodio ( $\text{NaCN}$ ) en polvo. Añadir suficiente buffer para ajustar el pH a 10.
- b) **Inhibidor II:** disolver 1 g de sulfuro de sodio nonahidratado ( $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ) o 0,74 g de  $\text{Na}_2\text{S} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  en 20 mL de agua destilada. Mantenga alejado el aire con un tapón de caucho firmemente tapado ya que este inhibidor se oxida al contacto con el aire. Esto produce un precipitado de sulfuro que oscurece el punto final cuando están presentes



concentraciones considerables de metales pesados. Para el desarrollo de esta práctica se utilizará este tipo de inhibidor.

- c) MgCDTA: sal de magnesio del ácido 1,2 – ciclohexanodiamino tetraacético. Añadir 50 mg por 20 mL de muestra y disolver completamente antes de añadir la solución buffer. Usar este agente acomplejante para evitar el uso tóxico de inhibidores cuando hayan sustancias interferentes en concentraciones que afecten el punto final pero no contribuirá significativamente al valor de la dureza.

### 3.3. Indicadores

La primera dificultad con las soluciones indicadoras son su deterioro con el tiempo dando puntos finales distintos. Existen diversas soluciones indicadoras que pueden usarse tales como el negro de eriocromo T y la Calmagita, entre otros. En esta práctica se utilizará el negro de ericromo T.

*Negro de eriocromo T*: sal de sodio del ácido 1-(1-hidroxi-2-naftilazo)-5-nitro-2-naftol-4-sulfónico; N° 203 en color index. Disolver 0,5 g completamente seco en 100 g de trietanolamina o 2-metoximetanol. Añadir 2 gotas por cada 50 mL de solución a titular.

### 3.4. Solución estándar de EDTA 0,01 M

Pesar exactamente 3,723 g de EDTA, sal disódica del ácido etilendiamino tetraacético dihidratado, reactivo analítico, disolver con agua destilada y diluir hasta completar 1 L.

### 3.5. Solución patrón de calcio 0,02 N

Pesar exactamente 1,000 g de carbonato de calcio anhidro ( $\text{CaCO}_3$ ) (estándar primario, reactivo analítico), pasar cuantitativamente el sólido pesado anteriormente a un matraz erlenmeyer y agregar por medio de un embudo 20 mL de ácido clorhídrico 1:3, después que el carbonato se haya disuelto agregar aprox. 200 mL de agua y llevar a ebullición la solución y mantener este calentamiento durante 5 min para que todo el  $\text{CO}_2$  sea expulsado. Enfriar y agregar unas gotas de rojo de metilo. Ajustar el color de la solución a un color naranja agregando solución de hidróxido de amonio ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) 3 N o solución de HCl 1:3 y diluir con agua destilada hasta obtener un volumen de 1 L.

### 3.6. Hidróxido de sodio, NaOH 0,1 N


**3.7. Indicador murexida  $C_8H_8N_6O_6$** 

Mezclar 0,2 g de murexida con 100 g de cloruro de sodio seco reactivo analítico y luego pulverizar y homogeneizar la mezcla.

**4. Tabla N° 33: Incompatibilidades de las sustancias químicas utilizadas en la práctica N° 13.**

<b>Sustancia</b>	<b>Incompatibilidades y condiciones a evitar</b>
<b>Sulfuro de sodio nonahidratado</b>	<p>Se oscurece si se expone al aire y a la luz. Sólido moderadamente inflamable. En contacto con ácidos puede desprender sulfuro de hidrógeno, inflamable. Al arder puede producir dióxido de azufre, tóxico y óxidos de sodio. Forma mezclas explosivas con el aire. Los contenedores sellados pueden romperse cuando son calentados. Inestable a altas temperaturas, desprende vapores irritantes y tóxicos. El polvo puede ser combustible en expuesto al calor, llamas o agentes oxidantes. Se forma hidróxido de sodio en las soluciones acuosas. Ácidos fuertes, bases fuertes, agentes oxidantes fuertes, agentes reductores fuertes, metales (aluminio zinc) y sales de diazonio. Mezclas con carbón pueden calentarse espontáneamente <b>(81)</b>.</p>
<b>Negro de eriocromo T</b>	<p>Inflamable. Mantener alejado de fuentes de ignición. En caso de incendio: posible formación de vapores tóxicos. Evitar el calentamiento y el contacto con agentes oxidantes, anhídridos de ácido, halogenuros, metales ligeros, nitrilos, ácido nitroso, nitritos. En algunas condiciones pueden producirse nitrosaminas a partir de nitritos o de ácido nitroso. En estado gaseoso/vapor, riesgo de explosión en presencia de aire. Las nitrosaminas son cancerígenas, según los experimentos realizados con animales <b>(82)</b>.</p>



<b>EDTA</b>	La sustancia se descompone al calentarla intensamente, produciendo óxidos nitrosos NO <sub>x</sub> y óxidos de carbono (CO y CO <sub>2</sub> ). Reacciona con oxidantes fuertes, bases fuertes, cobre, aluminio, aleaciones de cobre y níquel <b>(83)</b> .
<b>Carbonato de calcio anhidro</b>	No supone ninguna amenaza sin las precauciones necesarias <b>(84)</b> .
<b>Ácido clorhídrico</b>	Ver práctica N° 3, tabla N° 8.
<b>Hidróxido de sodio</b>	Ver práctica N° 7, tabla N° 16.
<b>Murexida</b>	Ligeramente combustible. Productos de combustión: óxidos de nitrógeno, monóxido de carbono y dióxido de carbono. Evitar el contacto con agentes oxidantes fuertes y la exposición a altas temperaturas, llamas y otras fuentes de ignición <b>(85)</b> .

## 5. Fundamento teórico

En química, se denomina **dureza del agua (80)** a la concentración de compuestos minerales que hay en una determinada cantidad de agua, en particular sales de magnesio y calcio, expresada en miligramos de carbonato cálcico por litro. Un agua calificada como dura es aquella que cuece mal las legumbres, forma difícilmente espuma con el jabón y puede ocasionar depósitos e incrustaciones en sistemas sometidos a gradientes térmicos importantes.

### **Tipos de dureza (86, 87)**

La dureza del agua tiene una distinción compartida entre *dureza temporal* (o de carbonatos) y *dureza permanente* (o de no-carbonatos).



- a. Dureza temporal: se produce por carbonatos y puede ser eliminada al hervir el agua o por la adición de hidróxido de calcio,  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ .



El carbonato de calcio es menos soluble en agua caliente que en agua fría, así que al hervir (que contribuye a la formación de carbonato) se precipitará el bicarbonato de calcio fuera de la solución, dejando el agua menos dura.

Los carbonatos pueden precipitar cuando la concentración de ácido carbónico disminuye, con lo que la dureza temporal disminuye, y si el ácido carbónico aumenta puede aumentar la solubilidad de fuentes de carbonatos, como piedras calizas, con lo que la dureza temporal aumenta. Todo esto está en relación con el pH de equilibrio de la calcita y con la alcalinidad de los carbonatos. Este proceso de disolución y precipitación es el que provoca las formaciones de estalagmitas y estalactitas.

- b. Dureza permanente: Esta dureza no puede ser eliminada al hervir el agua, es usualmente causada por la presencia del sulfato de calcio y magnesio y/o cloruros en el agua, que son más solubles mientras sube la temperatura. Puede ser eliminada utilizando el método SODA (Sulfato de sodio).

**Tabla 34:** Clasificación del agua según su dureza, expresada como mg/L (ppm) de carbonato de calcio,  $\text{CaCO}_3$ .

ppm de $\text{CaCO}_3$	Descripción
0-50	Blanda
51-150	Moderadamente dura
151-300	Dura
>300	Muy dura

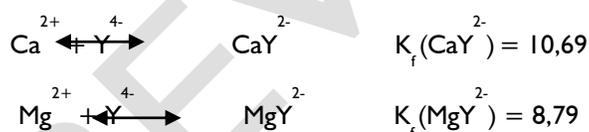
El agua dura no es nociva para el consumo humano, y es benéfica para el riego ya que tiene un mayor poder floculante, y por tanto, aumenta la permeabilidad del suelo al agua. Por otro lado,  $\text{Ca}^{2+}$  y  $\text{Mg}^{2+}$  son macronutrientes esenciales para la planta. La presencia de calcio en los suministros de agua proviene de su paso por sitios con caliza, yeso y pizarras yesíferas

de tal forma que el contenido de calcio en el agua puede variar de cero a cientos mg/litro dependiendo del origen del agua y del tratamiento sufrido por el agua.

El agua dura es perjudicial para muchos procesos industriales porque su calentamiento precipita el carbonato de calcio, principal responsable de la obstrucción de calderas y tuberías. Por otro lado, provoca un mayor consumo de detergente, con las implicaciones medioambientales que ello conlleva.

Los iones  $\text{Ca}^{2+}$  y  $\text{Mg}^{2+}$  se determinan rápidamente por volumetría, empleando la sal disódica del ácido etilendiaminotetracético ( $\text{Na}_2\text{-EDTA}$ ) como agente complejante, y un indicador metalocrómico para señalar el punto final.

La valoración conjunta de  $\text{Ca}^{2+}$  y  $\text{Mg}^{2+}$  se realiza a pH 10 utilizando como indicador el Negro de eriocromo T, que forma con el  $\text{Mg}^{2+}$  un complejo Mg-NET de color violeta. A ese valor de pH, el EDTA (el EDTA es un quelante del calcio) forma con ambos iones, complejos estables, pero la constante de formación del complejo con el calcio ( $\text{CaY}^{2-}$ ) es mayor que la del complejo del EDTA con el magnesio ( $\text{MgY}^{2-}$ ), por lo que si a una muestra que contiene ambos iones se añade  $\text{Na}_2\text{-EDTA}$ , primero se forma el complejo del calcio, y luego el del magnesio. Las reacciones esquematizadas son:



El complejo del magnesio con el indicador es menos estable, por lo que al valorar con  $\text{Na}_2\text{-EDTA}$ , primero reaccionará todo el calcio, luego el magnesio, y cuando la totalidad de éste haya reaccionado con el EDTA ( $\text{Mg}^{2+}$  libre y el complejado con el NET), se produce un viraje al azul, color del indicador libre al pH de la disolución. La reacción indicadora en este caso es:



Por otro lado, a un pH entre 12 y 13 la murexida origina con el  $\text{Ca}^{2+}$  un complejo de color rosado, menos estable que el complejo del calcio con el EDTA, por lo que si se adiciona  $\text{Na}_2\text{-EDTA}$  se compleja el  $\text{Ca}^{2+}$  libre en primer lugar, y a





**QUEDA TOTALMENTE PROHIBIDO DESECHAR REACTIVOS U OTRO TIPO POR LOS SUMIDEROS. Si**  
sobra algún reactivo consultar con el profesor su disposición adecuada.

## 8. Procedimiento experimental

### 8.1. Pretratamiento de la muestra de agua contaminada (88)

Usar ácido sulfúrico o preclórico para la digestión ácida.

### 8.2. Estandarización de la solución de EDTA para la determinación de la dureza con negro de eriocromo T

Tomar 10 mL de solución de calcio 0,02 N (medidos con una pipeta aforada de 10 mL) en un erlenmeyer, agregar aprox. 40 mL de agua destilada (medidos con probeta), añadir 1 – 2 mL de solución buffer y agitar. Generalmente 1 mL será suficiente para dar un pH de 10. La ausencia de un cambio de color en el punto final de la titulación significa que debe añadirse 1 mL de inhibidor en este punto o que el indicador se ha deteriorado. Añadir 1 o 2 gotas de solución indicadora negro de eriocromo T, agitar y titular con solución estándar de EDTA lentamente, con agitación continua hasta que el tinte rojizo desaparezca. Añadir las últimas pocas gotas en 3 a 5 intervalos. En el punto final la solución es azul.

De los datos obtenidos, calcular la normalidad del EDTA que se utilizará para la determinación de la dureza total.

### 8.3. Titulación de la muestra: determinación de la dureza (calcio y magnesio) con negro de eriocromo T.

- Tomar 50 mL de agua destilada en un erlenmeyer. Añadir 1 – 2 mL de solución buffer y agitar. Generalmente 1 mL será suficiente para dar un pH de 10. La ausencia de un cambio de color en el punto final de la titulación significa que debe añadirse 1 mL de inhibidor en este punto o que el indicador se ha deteriorado.
- Añadir 1 o 2 gotas de solución indicadora negro de eriocromo T, agitar y titular con solución estándar de EDTA lentamente, con agitación continua hasta que el tinte rojizo desaparezca. Añadir las últimas pocas gotas en 3 a 5 intervalos. En el punto final la solución normalmente es azul.

### 8.4. Estandarización de la solución de EDTA para la determinación de calcio



- Tomar 10 mL de solución de calcio 0,02 N (medidos con pipeta aforada de 10 mL), en un erlenmeyer, agregar aprox. 40 mL de agua destilada y agregar 2 mL de solución NaOH 0,1 N, agitar y comprobar que la solución problema tiene un pH de 12 o más. Agregar aprox. 0,2 g de murexida, agitar y valorar con solución de EDTA hasta obtener un cambio de color rosado a violeta. En esta determinación se gastarán solamente unas gotas de EDTA.

De los datos obtenidos, calcular la normalidad del EDTA que se utilizará para la determinación del calcio.

**Nota:** tanto en el cálculo de la sección 4 como en el de la 5, se debe descontar el volumen gastado en la determinación del blanco.

#### 8.5. Determinación de calcio con murexida.

- Tomar 50 mL de agua destilada en un erlenmeyer y agregar 2 mL de solución NaOH 0,1 N, agitar y comprobar que la solución problema tiene un pH de 12 o más. Agregar aprox. 0,2 g de murexida, agitar y valorar con solución de EDTA hasta obtener un cambio de color rosado a violeta. En esta determinación se gastarán solamente unas gotas de EDTA.



## 9. HOJA DE RESULTADOS

### Laboratorio de Análisis Químico I

**Práctica N° 13.** Determinación complexométrica de calcio y magnesio (dureza del agua) en una muestra de agua

Nombre del estudiante: \_\_\_\_\_

Fecha: \_\_\_\_\_

**Tabla 35:** Estandarización de la solución de EDTA para la determinación de la dureza con negro de eriocromo T.

Valoración N°	Volumen de EDTA empleado en la valoración/[mL]	Normalidad del EDTA/[N]
1		
2		
3		
<b>Normalidad del EDTA promedio/[N]</b>		

**Tabla 36:** Titulación de la muestra: determinación de la dureza (calcio y magnesio) con negro de eriocromo T.

Volumen de EDTA empleado en la valoración/[mL]	Dureza (EDTA) como mg de CaCO <sub>3</sub> /L


**Tabla 37:** Estandarización de la solución de EDTA para la determinación de calcio.

Valoración N°	Volumen de EDTA empleado en la valoración/[mL]	Normalidad del EDTA/[N]
1		
2		
3		
<b>Normalidad del EDTA promedio/[N]</b>		

**Tabla 38:** Determinación de calcio con murexida.

Volumen de EDTA empleado en la valoración/[mL]	Concentración de calcio

a). Dureza (EDTA) como mg de  $\text{CaCO}_3/\text{L} = \frac{A \times B}{\text{mL de muestra}} * 1000$

Donde:

A = mL del titulante

B = mg de  $\text{CaCO}_3$  equivalente a 1 mL de EDTA.



## **6.4. Volumetría redox**



### 6.4.1. PRÁCTICA N° 14

#### PREPARACIÓN Y ESTANDARIZACIÓN DE SOLUCIONES DE $\text{KMnO}_4$

Preparación de una solución 0,1 N de permanganato de potasio y su estandarización con oxalato de sodio

Tipo de práctica	Duración de la práctica	Indicaciones de peligro
Individual	4 horas	

#### 1. Objetivos

- ❖ Aplicar los principios teóricos de las volumetrías redox usando la permanganimetría para la familiarización del estudiante con el material a emplear en la preparación de soluciones titulantes oxidantes y de soluciones de patrón primario con el fin de determinar la concentración exacta de estas.
- ❖ Calcular los diferentes parámetros de calidad, con la ayuda de un tratamiento estadístico de errores, para evaluar la exactitud y precisión de los resultados obtenidos.

#### 2. Materiales

- |  |                               |
|--|-------------------------------|
| ✓ Balanza analítica con 4 decimales                | ✓ Un frasco lavador           |
| ✓ Un vidrio de reloj                               | ✓ Papel absorbente o toalla   |
| ✓ Un matraz erlenmeyer                             | ✓ Un embudo estriado          |
| ✓ Un vaso de precipitados de 250 mL                | ✓ Un soporte universal        |
| ✓ Un agitador de vidrio                            | ✓ Una pinza doble para bureta |
| ✓ Dos placas de calentamiento (para todo el curso) | ✓ Un aro de hierro con nuez   |



- ✓ 2 g de lana de vidrio
- ✓ Una bureta de 25 mL
- ✓ Un vaso de precipitados de 50 mL
- ✓ Un termómetro
- ✓ Una espátula
- ✓ Un frasco ámbar de 250 mL
- ✓ Una pipeta graduada de 10 mL
- ✓ Un vaso de precipitados de 400 mL

### 3. Reactivos

3.1. 5 mL de ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ). *Reactivo analítico.*

3.2. Solución de permanganato de potasio ( $KMnO_4$ ) 0,1 N.

3.3. 0,2 g de oxalato de sodio,  $(COONa)_2$ . *Reactivo analítico.*

#### 4. **Tabla 39:** Incompatibilidades de las sustancias químicas utilizadas en la práctica N° 14.

Sustancia	Incompatibilidades y condiciones a evitar
Ácido sulfúrico	Ver práctica N° 8, tabla N° 20

**Permanganato de potasio**

Reacciona de manera explosiva con muchas sustancias como: ácido y anhídrido acético sin control de la temperatura; polvo de aluminio; nitrato de amonio; nitrato de glicerol y nitrocelulosa; dimetilformamida; formaldehído; ácido clorhídrico; arsénico (polvo fino); fósforo (polvo fino); azúcares reductores; cloruro de potasio y ácido sulfúrico; residuos de lana y en caliente con polvo de titanio o azufre. El permanganato de potasio sólido se prende en presencia de los siguientes compuestos: dimetilsulfóxido, glicerol, compuestos nitro, aldehídos en general, acetilacetona, ácido láctico, trietanolamina, manitol, eritrol, etilen glicol, ésteres de etilenglicol, 1,2-propanodiol, 3-cloropropano-1,2-diol, hidroxilamina, ácido oxálico en polvo, polipropileno y diclorosilano. Lo mismo ocurre con alcoholes (metanol, etanol, isopropanol, pentanol o isopentanol) en presencia de ácido nítrico y disolución al 20 % de permanganato de potasio. Por otro lado, se ha informado de reacciones exotérmicas violentas de este compuesto con ácido fluorhídrico y con peróxido de hidrógeno. Con mezclas etanol y ácido sulfúrico y durante la oxidación de ter-alquilaminas en acetona y agua, las reacciones son violentas. Con carburo de aluminio y con carbón se presenta incandescencia. Trazas de este producto en nitrato de amonio, perclorato de amonio o diclorosilano, aumentan la sensibilidad de estos productos al calor y la fricción. Puede descomponerse violentamente en presencia de álcalis o ácidos concentrados liberándose oxígeno.



	<p>En general, es incompatible con agentes reductores fuertes (sales de hierro (II) y mercurio (I), hipofosfitos, arsenitos), metales finamente divididos, peróxidos, aluminio, plomo, cobre y aleaciones de este último. Mutagenicidad: Se ha informado de un pequeño incremento de aberración cromosomal en cultivos de células de mamíferos. Peligros reproductivos: Se ha informado de disturbios ginecológicos en trabajadoras expuestas a este compuesto, especialmente en mujeres jóvenes <b>(89)</b>.</p>
<p><b>Oxalato de sodio</b></p>	<p><b>Productos de Combustión:</b> monóxido de carbono, dióxido de carbono y óxido de sodio. Evitar el contacto con ácidos fuertes, agentes oxidantes fuertes. Evitar la exposición a altas temperaturas, humedad (es higroscópico) <b>(90)</b>.</p>

## 5. Fundamento teórico

El elevado empleo del permanganato **(13, 26, 91, 92)** se debe a que es un oxidante muy fuerte y autoindicador.

En la mayor parte de sus aplicaciones, el permanganato se utiliza en disolución ácida dando  $Mn^{+2}$  como producto de su reducción. No obstante, en algunas aplicaciones se utiliza en medio casi neutro e incluso alcalino, dando  $MnO_2$  como producto de reducción.

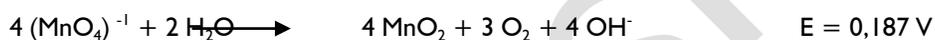
Los requisitos que debe cumplir el oxidante en volumetría redox son:

- Ser lo bastante fuerte para que la reacción con la sustancia que se valora sea prácticamente completa, esto significa que el potencial,  $E^\circ$ , de la semirreacción correspondiente al oxidante (valorante) ha de ser por lo menos 0,2 V más que el  $E^\circ$  de la semirreacción correspondiente a la sustancia que se valora.



- El oxidante no debe ser tan enérgico para evitar que reaccione con cualquiera de los componentes de la solución que se valora, salvo con la especie deseada.
- Debe reaccionar rápidamente con la sustancia que debe determinarse (o sea, aunque resulte conveniente termodinámicamente, el mecanismo del proceso redox quizá fuera tan complicado que la reacción no ocurriría a velocidad conveniente. Esto ocurre cuando hay transferencia múltiple de electrones por formación o rotura de enlaces químicos).

El  $\text{KMnO}_4$  es inestable y capaz de oxidar espontáneamente al agua, además del hecho de que la materia orgánica lo reduce:



La velocidad de esta reacción es muy lenta y está catalizada por luz, calor, ácidos, bases, sales de  $\text{Mn}^{+2}$  y por el propio  $\text{MnO}_2$ . Por lo tanto, todo el  $\text{MnO}_2$  deberá ser eliminado.

Antes de estandarizar la solución, deberá dejarse que transcurra la reacción del  $\text{KMnO}_4$  con la materia orgánica del agua (calentando para acelerar la reacción de descomposición y dejando en reposo para que coagule el  $\text{MnO}_2$  inicialmente coloidal); luego se separará de la solución el  $\text{MnO}_2$  por filtración a través de un tapón de asbesto en un crisol de Gooch o en un embudo Buchner con filtro de lana de vidrio o a través de un embudo filtrante de vidrio sinterizado, pero **NUNCA POR PAPEL DE FILTRO**, que puede ser causa de más descomposición del  $\text{KMnO}_4$ .

Las soluciones de  $\text{KMnO}_4$  deben permanecer en frascos oscuros, mantenerse lejos de la luz o contaminación de polvo.

Las soluciones de  $\text{KMnO}_4$  de concentraciones mayores a 0,02 N, cuando se preparan y conservan como se describió, son estables durante muchos meses.

La reducción del  $(\text{MnO}_4)^-$  a  $\text{Mn}^{+2}$  es un proceso muy complejo que implica la formación de estados intermedios de oxidación del manganeso. Sin embargo, si se ajustan las condiciones para que el producto final sea  $\text{Mn}^{+2}$ , se puede establecer la estequiometría entre el permanganato y el agente reductor, independientemente del mecanismo de la reacción **(84)**.

**6. Consultar antes de la práctica**

1. Escriba la reacción que ocurre entre el  $\text{KMnO}_4$  y el  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  en medio ácido.
2. Escriba la semireacción de reducción
3. Escriba la semireacción de oxidación.
4. Calcule el peso equivalente del agente oxidante.
5. Calcule el peso equivalente del agente reductor.
6. Calcule la normalidad de una solución de permanganato de potasio que para la valoración de una solución que contiene 0,3 g de  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  en medio ácido requiere 40 mL de solución de  $\text{KMnO}_4$ .

**7. Disposición final de los residuos generados en la práctica**

Sustancia o mezcla	Rotulación del recipiente
Óxido de manganeso	

**QUEDA TOTALMENTE PROHIBIDO DESECHAR REACTIVOS U OTRO TIPO POR LOS SUMIDEROS. Si  
sobra algún reactivo consultar con el profesor su disposición adecuada.**

**8. Procedimiento experimental****8.1. Preparación de la solución de  $\text{KMnO}_4$** 

- Pesarse un vaso de precipitados de 400 mL, tararlo y adicionar 3,3 g de  $\text{KMnO}_4$ , agregar agua destilada hasta completar un volumen de 250 mL con agitación.
- Calentar con agitación hasta que se disuelva el sólido, cubrir el vaso con un vidrio de reloj y hervir la solución por media hora. Tapar el recipiente y dejar en reposo la solución por lo menos durante 24 h y preferiblemente más tiempo (para decantar el dióxido de manganeso formado).



- Filtrar la solución por gravedad utilizando lana de vidrio (recoger el filtrado en otro vaso de precipitados de 250 mL), procurando remover lo mayor posible el dióxido de manganeso precipitado y desprejar los últimos 50 mL de disolución, que contienen la mayor parte de este precipitado, guardar la solución en un frasco de vidrio oscuro.

## 8.2. Titulación

- Secar previamente a 110 °C, hasta peso constante, oxalato de sodio,  $(\text{COONa})_2$  (reactivo analítico).
- Pesar aprox. 0,2 g de la sal, disolverlos en un vaso de precipitados de 50 mL con un poco de agua destilada y luego transferir el contenido a un matraz erlenmeyer, terminar de disolverlos con 150 mL de agua destilada, agregar 5 mL de ácido sulfúrico concentrado, calentar a unos 70 °C.
- Desde una bureta añadir poco a poco (evitar agregar por las paredes del recipiente) con agitación constante, la solución de permanganato de potasio hasta que la coloración rosada persista por 15 s, al concluir la valoración la temperatura no debe ser inferior a 60 °C.



## 9. HOJA DE RESULTADOS

### Laboratorio de Análisis Químico I

#### Práctica N° 14. Preparación y estandarización de soluciones de $\text{KMnO}_4$

Preparación de una solución 0,1 N de permanganato de potasio y su estandarización con oxalato de sodio.

Nombre del estudiante: \_\_\_\_\_

Fecha: \_\_\_\_\_

**Tabla 40:** Estandarización de la solución de  $\text{KMnO}_4$  con el patrón primario oxalato de sodio.

Valoración N°	Peso del oxalato de sodio/[g]	Volumen de $\text{KMnO}_4$ empleado en la valoración/[mL]	Normalidad del $\text{KMnO}_4$ /[N]
1			
2			
3			
Normalidad del $\text{KMnO}_4$ promedio/[N]			

a). Calcular los diferentes parámetros de calidad, y evaluar la exactitud y precisión de los resultados obtenidos.



### 6.4.2. PRÁCTICA N° 15

#### Determinación volumétrica de Ca con $\text{KMnO}_4$ en una muestra de cemento

Tipo de práctica	Duración de la práctica	Indicaciones de peligro
Individual	4 horas	

#### 1. Objetivo

- ❖ Aplicar los principios teóricos de la volumetría redox a la determinación de calcio en una muestra, para adiestrarse en la técnica volumétrica y adquirir criterio en la evaluación de resultados.

#### 2. Materiales

- ✓ Un frasco lavador
- ✓ Un matraz aforado de 250 mL
- ✓ Un matraz aforado de 100 mL
- ✓ Un termómetro
- ✓ Una pipeta graduada de 10 mL
- ✓ Una probeta de 25 mL
- ✓ Dos placas de calentamiento (*para todo el curso*)
- ✓ Un agitador de vidrio
- ✓ Un vaso de precipitados de 50 mL
- ✓ Papel indicador universal
- ✓ Papel de filtro franja azul
- ✓ Un soporte universal
- ✓ Un aro de hierro con nuez
- ✓ Una pinza doble para bureta
- ✓ Un embudo estriado
- ✓ Una bureta de 25 mL
- ✓ Un matraz erlenmeyer



### 3. Reactivos

- 3.1. Solución alcohólica de rojo de metilo ( $C_{15}H_{14}N_3O_2Na \times C_2H_6O$ ) al 0,1% p/v.
- 3.2. 30 mL de solución acuosa de oxalato de amonio ( $NH_4-OO-C-C-OO-NH_4$ ) al 5% p/v: *un estudiante se encargará de preparar 500 mL de esta solución para todo el curso.*
- 3.3. Solución de permanganato de potasio ( $KMnO_4$ ) 0,1 N: *preparada en la práctica anterior.*
- 3.4. Solución de hidróxido de amonio ( $NH_4OH$ ) 1:1: *un estudiante se encargará de preparar 200 mL de esta solución para todo el grupo.*
- 3.5. Solución de ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) 1:1: *un estudiante se encargará de preparar 200 mL de esta solución para todo el curso.*
- 3.6. 2 mL de ácido clorhídrico (HCl) concentrado

#### 4. **Tabla 4 I:** Incompatibilidades de las sustancias químicas utilizadas en la práctica N° 15.

Sustancia	Incompatibilidades y condiciones a evitar
Ácido clorhídrico	Ver práctica N° 3, tabla N° 8.
Rojo de metilo	Ver práctica N° 4, tabla N° 10.
Oxalato de amonio	Ver práctica N° 4, tabla N° 10.



<b>Amoniaco o hidróxido de amonio</b>	Ver práctica N° 4, tabla N° 10.
<b>Permanganato de potasio</b>	Ver práctica N° 13, tabla N° 33.
<b>Ácido sulfúrico</b>	Ver práctica N° 8, tabla N° 20

## 5. Fundamento teórico

El cemento (**42-44**) es un conglomerante hidráulico que, mezclado con agregados pétreos (árido grueso o grava, más árido fino o arena) y agua, crea una mezcla uniforme, maleable y plástica que fragua y se endurece al reaccionar con el agua, adquiriendo consistencia pétreo, denominado *hormigón o concreto*. Su uso está muy generalizado en construcción e ingeniería civil y su principal función es como aglutinante.

### **Tipos de cemento**

Existen dos tipos básicos de cemento:

1. de origen arcilloso: obtenidos a partir de arcilla y piedra caliza en proporción 1 a 4 aproximadamente;
2. de origen puzolánico: la puzolana del cemento puede ser de origen orgánico o volcánico.

Existen diversos tipos de cemento, diferentes por su composición, por sus propiedades de resistencia y durabilidad, y por lo tanto por sus destinos y usos.

Desde el punto de vista químico se trata en general de una **mezcla de silicatos y aluminatos de calcio**, obtenidos a través del cocido de calcáreo, arcilla y arena. Puesto que la composición química de los cementos es compleja, se utilizan terminologías específicas para definir las composiciones:


**Tabla N° 42:** Composición química del cemento (93).

ELEMENTO	FÓRMULA	SÍMBOLO
Silicato tricálcico	$3\text{CaO SiO}_2$	$\text{C}_3\text{S}$
Silicato bicálcico	$2\text{CaO SiO}_2$	$\text{C}_2\text{S}$
Aluminato tricálcico	$3\text{CaO Al}_2\text{O}_3$	$\text{C}_3\text{A}$
Ferroaluminato	$4\text{CaO Al}_2\text{O}_3 \text{Fe}_2\text{O}_3$	$\text{C}_4\text{AFe}$

El tipo de cemento más utilizado como aglomerante para la preparación del hormigón o concreto es el cemento portland.

La composición de los cementos Portland de producción nacional se encuentran dentro de los siguientes porcentajes:

CaO	62,5 ~ 64,5
SiO <sub>2</sub>	19 ~ 22
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4 ~ 6
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3 ~ 3,5
MgO	0,9 ~ 2,9
SO <sub>3</sub>	2,3 ~ 2,6
C <sub>3</sub> S	48 ~ 52
C <sub>2</sub> S	17 ~ 27
C <sub>3</sub> A	6 ~ 10
C <sub>4</sub> AFe	9 ~ 11

Cuando el cemento se mezcla con el agua se forman tres compuestos característicos:



1. Los sulfo-aluminatos cálcicos o etringita  $C_3A \cdot CaSO_4 \cdot 3H_2O$ : que forman una capa protectora que regula la hidratación inicial.
2. Los silicatos cálcicos hidratados o tobermorita  $3CaO \cdot 2SiO_2 \cdot 3H_2O$ : que contribuyen a la resistencia.
3. El hidróxido de calcio portlandita  $Ca(OH)_2$

### **Análisis Químico**

El análisis químico es importante en el control de la producción del cemento, efecto que se ha incrementado en los últimos años por los modernos métodos instrumentales y sistemas de muestreo que permiten una rápida interacción entre laboratorios automatizados que brindan resultados que pueden ser analizados prontamente para adoptar decisiones que regulen el proceso.

Los métodos de análisis vigentes en la industria hasta la década de 1960, eran los procedimientos gravimétricos y volumétricos hoy denominados como convencionales o de vía húmeda, que demanda varias horas de trabajo tedioso y compromete a numeroso personal.

Los procedimientos de vía húmeda continúan utilizándose como control, en cuanto son los únicos aprobados por las normas. La calidad del cemento portland deberá estar de acuerdo con la norma ASTM C 150 y ASTM C 114-97.

### **6. Consultar antes de la práctica**

1. ¿Por qué la precipitación se hace en caliente?
2. ¿Por qué se le agrega hidróxido de amonio después de agregar el oxalato?
3. ¿Por qué se deja de agregar hidróxido de amonio cuando la solución ha cambiado a color amarillo?
4. ¿Por qué se deja reposar una hora, después de agregar el hidróxido de amonio?
5. ¿Qué significa que al agregar una gota de oxalato de amonio, después de dejar en reposo una hora se forme precipitado en la solución?
6. ¿Por qué se utiliza papel franja azul para la filtración del precipitado formado?
7. ¿Para qué se lava 10 veces con agua caliente?
8. ¿Para qué se utiliza ácido sulfúrico antes de la valoración?
9. ¿Por qué la titulación o valoración se hace en caliente?



10. ¿Por qué el punto final de esta valoración se toma cuando en la solución aparece un color rosado?
11. ¿En esta valoración qué compuesto podría ser la principal interferencia?
12. ¿Dar las reacciones que se efectúan en la determinación anterior?
13. ¿Deducir la fórmula para calcular el % de CaO
14. ¿Cómo se prepara una solución 0,1 N de oxalato de sodio para titular el permanganato?

## 7. Disposición final de los residuos generados en la práctica

Sustancia o mezcla	Rotulación del recipiente
La solución residual al finalizar la titulación (sección 10.3)	Soluciones acuosas de sales inorgánicas
Papel de filtro franja azul residual	Residuos tóxicos (color rojo)

**QUEDA TOTALMENTE PROHIBIDO DESECHAR REACTIVOS U OTRO TIPO POR LOS SUMIDEROS. Si**  
sobra algún reactivo consultar con el profesor su disposición adecuada.

## 8. Procedimiento experimental

### 8.1. Precipitación

- El filtrado reservado en la determinación del  $R_2O_3$ , se diluye con agua destilada hasta un volumen de 250 mL (guardar los 150 mL restantes de ésta solución en el mismo frasco ámbar limpio y seco).
- Se toma una alícuota de 100 mL (utilizando un matraz aforado de 100 mL), en un matraz erlenmeyer, se le agregan 2 mL de ácido clorhídrico concentrado y 3 gotas de rojo de metilo al 0,1% p/v, luego se calienta la solución entre 70 y 80 °C e inmediatamente se agrega lentamente y con agitación 30 mL de solución de oxalato de amonio al 5% p/v.



- Sin dejar bajar la temperatura, se agrega hidróxido de amonio 1:1, gota a gota, agitando continuamente la solución, hasta que cambie de color rojo a amarillo. Se deja reposar una hora, agitando varias veces durante los primeros 30 min. Después se comprueba si la precipitación ha sido completa, agregando por las paredes del vaso una gota de solución de oxalato de amonio y se deja otra vez en reposo cuidando que la solución tenga un color amarillo.

## 8.2. Filtración

- Se filtra el precipitado obtenido por gravedad utilizando papel de filtro franja azul y se lava 10 veces con agua caliente.
- Se recoge el filtrado y el agua de lavado en el matraz aforado de 250 mL que se desocupó en la sección 9.1 (limpio y seco). Cuando se termina el proceso de filtración toda la solución resultante se acidifica con ácido clorhídrico concentrado (hasta pH de 2) y se reserva para la determinación del MgO.

## 8.3. Valoración

- Se coloca el matraz erlenmeyer, en donde se hizo la precipitación, debajo del embudo que contiene el oxalato de calcio y se perfora el papel de filtro con una varilla de vidrio, y se arrastra el precipitado al vaso usando agua destilada.
- Se agrega 10 mL de ácido sulfúrico 1:1 en el borde superior del papel de filtro, procurando distribuirlos simétricamente e inmediatamente se lava 5 veces con agua caliente.
- Se diluye con 150 mL de agua destilada y se calienta la solución de 80 a 90 °C, inmediatamente se titula con permanganato de potasio 0,1 N hasta que aparezca un color rosado que persista 10 s, se agrega a la solución que se está titulando el papel de filtro que contenía el precipitado original. Se continúa la titulación hasta que de nuevo aparezca el color rosado y persista por lo menos 30 s. Se debe tener en cuenta que la temperatura de la solución durante la valoración nunca debe estar por debajo de 55 °C, ya que se consumiría más  $\text{KMnO}_4$ .

**9. HOJA DE RESULTADOS****Laboratorio de Análisis Químico I****Práctica N° 15.** Determinación volumétrica de Ca con  $\text{KMnO}_4$  en una muestra de cemento

Nombre del estudiante: \_\_\_\_\_

Fecha: \_\_\_\_\_

**Tabla 43:** Datos correspondientes a la determinación volumétrica de Ca.

<b>Alícuota</b>	<b>Volumen de <math>\text{KMnO}_4</math> empleado en la valoración/[mL]</b>	<b>% CaO</b>



### 6.4.3. PRÁCTICA N° 16

#### Determinación volumétrica de Fe con $K_2Cr_2O_7$ en una muestra que contiene $Fe_2O_3$

Tipo de práctica	Duración de la práctica	Indicaciones de peligro
Individual	4 horas	

#### 1. Objetivo

- ❖ Aplicar los principios teóricos de la volumetría redox a la determinación de hierro en una muestra, para adiestrarse en la técnica volumétrica y adquirir criterio en la evaluación de resultados.

#### 2. Materiales

- ✓ Un frasco lavador
- ✓ Una balanza analítica con 4 decimales
- ✓ Un vaso de precipitados de 250 mL
- ✓ Una probeta de 25 mL
- ✓ Un agitador de vidrio
- ✓ Dos placas de calentamiento (*para todo el curso*)
- ✓ Una espátula
- ✓ Un soporte universal
- ✓ Una pinza doble para bureta
- ✓ Una pipeta graduada de 10 mL
- ✓ Una bureta de 25 mL
- ✓ Un matraz erlenmeyer
- ✓ Un vidrio de reloj

**3. Reactivos**

3.1. Solución de dicromato de potasio ( $K_2Cr_2O_7$ ) 0,1 N.

3.2. Cloruro estanoso ( $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ ).

3.3. 10 mL de solución de cloruro de mercurio II ( $HgCl_2$ ).

3.4. Indicador difenil-amino-sulfonato de bario.

3.5. 10 mL de solución de ácido fosfórico ( $H_3PO_4$ ) 1:1.

3.6. 40 mL de solución de ácido clorhídrico (HCl) 1:3.

3.7. Agua destilada.

**4. Tabla N° 44: Incompatibilidades de las sustancias químicas utilizadas en la práctica N° 16.**

<i>Sustancia</i>	<i>Incompatibilidades y condiciones a evitar</i>
<b>Ácido clorhídrico</b>	Ver tabla de incompatibilidades de las sustancias químicas de la práctica N° 3

**Dicromato de potasio**

La sustancia es un oxidante fuerte y reacciona con agentes reductores, materiales orgánicos y con materiales combustibles que se encuentren como partículas pequeñas, pues puede haber ignición. La disolución en agua es un ácido débil. Reacciona violentamente con hidrazina o hidroxilamina originando peligro de incendio y explosión. Reacciona violentamente con ácido sulfúrico y acetona o hidracida. Con hidroxilamina, reacciona explosivamente y con etilenglicol a 100 °C, la reacción es exotérmica. Las mezclas de este compuesto con hierro metálico, tungsteno metálico y boro son pirotécnicas **(94)**.

**Cloruro estanoso**

Agente fuertemente reductor. Reacciona fuertemente con peróxidos, potasio, sodio, bases fuertes, oxidantes fuertes, alcoholes, aminas. Reacciona vigorosamente con trifluoruro de bromo, carburo de calcio, hidrazina hidratada, nitratos orgánicos y metales. Al calentarla intensamente forma humos corrosivos y tóxicos. La sustancia absorbe oxígeno del aire y forma oxiclорuro insoluble **(95)**.

**Cloruro mercuríco**

Posible riesgo de perjudicar la fertilidad. Posible mutágeno. Posibilidad de causar efectos teratógenos. Productos de combustión : vapores de mercurio, óxidos de mercurio y cloro. Incompatibilidades: potasio y sodio (reacción violenta). Agentes oxidantes fuertes - bases fuertes. Sulfitos, fosfatos, amonios, carbonatos, sulfuros e hipofosfitos. Álcalis y bromuros - cobre, hierro, plomo, antimonio y arsénico. Evitar altas temperaturas y luz solar **(96)**.

**Ácido fosfórico**

Evitar altas temperaturas, contacto con metales, con cáusticos fuertes genera mucho calor y ocasiona salpicaduras. En contacto con metales produce hidrógeno, el cual forma mezclas explosivas e inflamables con el aire. Con sulfuros, cianuros, fosfuros y carburos reacciona liberando gases venenosos. Al reaccionar con cloruros y acero inoxidable puede liberar hidrógeno. Puede reaccionar violentamente con el tetrahidrobórato de sodio. Reacciones exotérmicas con aldehídos, aminas, amidas, alcoholes y glicoles, compuestos azo, carbamatos, ésteres, fenoles y cresoles, cetonas, organofosforados, epóxidos, explosivos, materiales inflamables, halógenuros de no saturados y los peróxidos orgánicos. Con mercaptanos. Las mezclas con nitrometano son explosivas **(97)**.

**5. Fundamento teórico**

Los principales minerales de hierro son: *la hematites (98)*,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (óxido férrico), de color rojo en masas terrosas (las más ricas en hierro, en estado puro contiene el 70% de este metal) y, en forma cristalina, de color negro con reflejos rojizos; este último se llama *oligisto*.

Las minas más importantes de hematites se encuentran en España (Cataluña), Bélgica, Alemania y Estados Unidos; *la limonita*,  $3\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , es un hidróxido de hierro que contiene, como máximo, el 60 % del metal. Se distingue por su color amarillo y puede encontrarse en forma de estalactita o bien en forma terrosa. Hay importantes yacimientos de limonita en Francia, Alemania, Hungría y Estados Unidos; *la magnetita*,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , un óxido doble de hierro de estructura cristalina, de color pardo, con propiedades magnéticas; *la siderita*,  $\text{FeCO}_3$ , de color blanco-amarillo, de estructura cristalina, que puede contener un 50 % de hierro. Se llama también *hierro espático*.

De entre los métodos analíticos existentes para la determinación de hierro en minerales, se puede destacar **(13)**:



- Espectrometría de absorción atómica con llama
- Espectrometría de emisión con plasma de inducción, ICP.

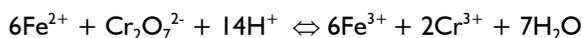
Y algunos métodos más clásicos, tales como:

- Análisis gravimétrico, basado en la precipitación de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$
- Análisis volumétrico con  $\text{KMnO}_4$  o  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  (**26, 37, 99**): tras poner en disolución el mineral de hierro, el metal quedará en disolución, fundamentalmente como  $\text{Fe}^{3+}$ , que debe ser reducido previamente a  $\text{Fe}^{2+}$  para luego proceder a su valoración con el agente oxidante. Esto se consigue, habitualmente con una disolución de  $\text{Sn}^{2+}$ . La reacción de oxidación del hierro ferroso,  $\text{Fe}^{2+}$ , con el  $\text{KMnO}_4$  ocurre suave y rápidamente hasta completarse. Sin embargo, en presencia de HCl se obtienen resultados altos debido a la oxidación del anión  $\text{Cl}^-$  por el permanganato.

Esta adversidad se puede solventar utilizando  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  como agente valorante, ya que cantidades moderadas de HCl no afectan a la exactitud de la valoración.

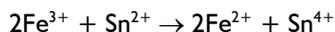
La velocidad del ataque del mineral de hierro con HCl concentrado aumenta significativamente en presencia de una pequeña cantidad de cloruro de Sn (II), aproximadamente unas 5 gotas de la disolución de  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ . En este punto, el único residuo debe ser un sólido blanco de sílice, si bien algunas menas de hierro que contienen silicatos, no se descomponen totalmente con HCl concentrado, lo cual se evidencia por un residuo oscuro que permanece tras un tratamiento prolongado por el ácido. La puesta en disolución de este residuo de silicatos requiere una disgregación con  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , que no es el objeto de esta práctica. Una vez puesta la muestra en disolución, todo el hierro estará, fundamentalmente, como  $\text{Fe}^{3+}$ .

La reacción de valoración que se utilizará viene dada por la ecuación:



Por lo tanto, se hace necesaria una etapa de prerreducción del  $\text{Fe}^{3+}$  a  $\text{Fe}^{2+}$ .

El más satisfactorio de todos los reductores para este objetivo es el cloruro estannoso:



El análisis de hierro total en minerales de hierro, tales como *formaciones de hierro*, *menas de hierro* con altos contenidos de hematita, magnetita, wustita, maghemita, es frecuentemente realizado por FRX, ya que el método es limpio y rápido como ningún otro.

## 6. Consultar antes de la práctica

1. ¿Escribir las reacciones que ocurren en este análisis, suponiendo que todo el hierro está como  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ .
2. ¿Por qué al agregar el cloruro estanoso, la solución debe estar a ebullición?
3. ¿Con qué fin se agrega el cloruro estanoso?
4. ¿Por qué la solución se vuelve incolora al agregar cloruro estanoso?
5. ¿Para qué se agrega el cloruro mercúrico?
6. ¿Por qué se forma precipitado blanco?
7. ¿Cuándo se forma precipitado oscuro, a qué se debe?
8. Escribir la reacción de formación del precipitado oscuro.
9. ¿Para qué se agrega ácido fosfórico?
10. ¿Para qué se agrega difenil-amin-sulfonato de bario?
11. ¿Cuál es el peso equivalente del  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  y del  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  en este análisis?
12. Deducir la fórmula para calcular el % de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ .
13. ¿Cuál es la composición en % del cemento Portland?
14. ¿De qué compuestos está formado el cemento Portland?

## 7. Disposición final de los residuos generados en la práctica

Sustancia o mezcla	Rotulación del recipiente
La solución residual al finalizar la titulación (sección 10.4)	Soluciones acuosas de sales inorgánicas



**QUEDA TOTALMENTE PROHIBIDO DESECHAR REACTIVOS U OTRO TIPO POR LOS SUMIDEROS. Si  
sobra algún reactivo consultar con el profesor su disposición adecuada.**

## 8. Procedimiento experimental

### 8.1. Preparación de la muestra

— Se suministrarán muestras sólidas o soluciones que contengan hierro.

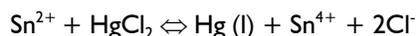
### 8.2. Disolución de la muestra

— Pesar una cantidad entre 1 - 1,2 g de muestra, colocarlos en un vaso de precipitados de 250 mL y agregar 40 mL de una solución de ácido clorhídrico 1:3 (medidos con probeta). Se agita con una varilla de vidrio y se calienta hasta que el mineral se disuelva (esta solución debe ser color amarillo debido al hierro presente).

### 8.3. Determinación

— Llevar a ebullición la solución anteriormente obtenida e inmediatamente agregar solución de cloruro estano, gota a gota, hasta que la solución sea incolora, agregar después una gota de exceso y enfriar rápidamente a temperatura ambiente, lavar las paredes interiores del vaso con agua destilada y agregar 10 mL de solución de cloruro de mercurio,  $\text{HgCl}_2$  agitar la solución durante 1 min, observar la formación de un precipitado blanco sedoso de  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ . Si el precipitado es grisáceo no debe seguirse adelante y ha de repetirse el procedimiento operatorio desde el principio.

**NOTA:** El  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$  (s), insoluble, no consumirá agente oxidante. Debe tenerse cuidado de que no ocurra la reacción:



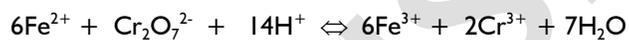


Porque el Hg (I) reaccionaría con el agente oxidante, produciendo un resultado alto en la determinación. Esta reacción está favorecida por un exceso apreciable del ion  $\text{Sn}^{2+}$  en disolución. Por lo tanto, se evita con un cuidadoso control de la cantidad adicionada de catión estanoso y por la rápida adición del  $\text{HgCl}_2$ .

Una reducción adecuada es indicada por la aparición de un precipitado blanco-sedoso de  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ . Un precipitado gris indica la formación de mercurio metálico y se debe volver a repetir la experiencia. La ausencia total de precipitado indica que la cantidad añadida de cloruro estanoso fue insuficiente; también, en este caso, se deberá volver a repetir la experiencia.

#### 8.4. Titulación.

- Si el precipitado es blanco sedoso, agregar 10 mL de ácido fosfórico 1:1 y 3 gotas de difenil-amin-sulfonato de bario, titular con solución de dicromato de potasio 0,1 N hasta obtener un color violeta permanente.



**9. HOJA DE RESULTADOS****Laboratorio de Análisis Químico I****Práctica 16.** Determinación volumétrica de Fe con  $K_2Cr_2O_7$ 

Nombre del estudiante: \_\_\_\_\_

Fecha: \_\_\_\_\_

**Tabla N° 45:** Datos correspondientes a la determinación volumétrica de Fe con  $K_2Cr_2O_7$ 

<b>Alícuota</b>	<b>Volumen de <math>K_2Cr_2O_7</math> empleado en la valoración/[mL]</b>	<b>% <math>Fe_2O_3</math></b>



### Bibliografía

1. *Química analítica*. [en línea] [http://es.wikipedia.org/wiki/Qu%C3%ADmica\\_anal%C3%ADtica](http://es.wikipedia.org/wiki/Qu%C3%ADmica_anal%C3%ADtica). (consultado Febrero 8, 2010).
2. Kolthoff, I. M. and Sandell, E. B. *Textbook of Quantitative Inorganic Analysis*. Third edition; The Macmillan Company: U.S.A., 1952. pp. 15-75.
3. Skoog, D. A.; West, D. M. y Holler, F. J. *Química analítica*. Sexta edición; Editorial McGraw-Hill: México, 1995. pp 52-94; 96-210, 213-223, 227-234, 237-254.
4. Kelsey, E. and Dietrich, H. G. *Fundamentals of Semimicro Qualitative Analysis*. The Macmillan Company: New York, 1951. pp. 92-117.
5. Wilson, C. L. and Wilson, D. W. *Comprehensive Analytical Chemistry. Classical Analysis*. Vol. IA y IB.; Elsevier Publishing Company: U.S.A., 1959. pp. 430-547 y 1-398.
6. Bermejo Martínez, F. *La Química Analítica*. Universidad de Santiago de Compostela, España, 1968. pp. 65-98, 153-198.
7. Brown, G. H. and Salle, E. M. *Quantitative Chemistry*. Prentice-Hall, Inc.: U.S.A., 1963. pp. 26-75.
8. Kenner, C. T. and O'Brien, R. E. *Analytical Separations and Determinations. A Textbook in Quantitative Analysis*. The Macmillan Company: New York, 1971. pp. 82-123.
9. Day, R. A. and Underwood, A. L. *Quantitative Analysis*. Prentice-Hall, Inc.: U.S.A., 1986. pp. 54-112.
10. *Análisis gravimétrico*. [en línea] [http://es.wikipedia.org/wiki/An%C3%A1lisis\\_gravim%C3%A9trico](http://es.wikipedia.org/wiki/An%C3%A1lisis_gravim%C3%A9trico) (consultado Febrero 8, 2010).



11. *Gravimetría - Química Analítica*. [en línea] [http://www.pucpr.edu/titulov/componente\\_quimica/quim\\_220/Cap5.pdf](http://www.pucpr.edu/titulov/componente_quimica/quim_220/Cap5.pdf) (consultado Febrero 8, 2010).
12. Willard, H. H. and Diehl, H. *Advanced Quantitative Analysis*. D. Van Nostrand Company, Inc: New York, 1943, pp. 11- 110.
13. Kolthoff, I. M. y Sandell, E. B. *Tratado de Química Analítica Cuantitativa General e Inorgánica*; Editorial NIGAR: Estados Unidos, 1943, pp. 25-735.
14. *Indicadores para volumetrías*. [en línea] <http://www.telepolis.com/cgi-bin/web/DISTRITODOCVIEW?url=/1489/doc/ph/indicadores.htm>. (consultado Febrero 8, 2010).
15. Blanco, C. y Villabona, S. *Manual de Introducción a las Prácticas de Laboratorio del Programa de Pregrado en Química*. Publicaciones UIS, Facultad de Ciencias, Escuela de Química, Bucaramanga, 2010.
16. Arenas de Pulido, H. y Bautista Ardila, G. *Manual de Laboratorio Química I y Química General*. Ediciones UIS, Bucaramanga, 1998. pp. 21 - 33.
17. Pedraza, J. F. y Camargo Hernández, J. *Prácticas de Química Analítica Cuantitativa*. Publicaciones UIS, Facultad de Ciencias, Escuela de Química, Bucaramanga, 1989. pp. 1-5.
18. Swift, E. H. *A System of Chemical Analysis (Qualitative and Semicuantitative) for the Common Elements*. W. H. Freeman and Company: San Francisco, E. U., 1939. pp. 3-21.
19. Sánchez González, M. y Flórez Pérez, C. M. Foto-oxidación catalítica de R-(+)-limoneno por el dióxido-dibromo (4,4'-dicarboxilato-2,2'-bipiridina) de Mo<sup>(VI)</sup> soportado en dióxido de titanio Degussa P-25 (MoO<sub>2</sub>/TiO<sub>2</sub> P-25). Trabajo de pregrado en química. Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, 2009. pp. 55.



20. Estadística para Química Analítica. Segunda edición; Addison – Wesley Iberoamericana; Wilmington, Delaware, E.U.A., 1993.
21. Skoog, D. A.; Holler, F. J.; Nieman, T. A. *Principios de Análisis Instrumental*. Quinta edición; Editorial McGraw-Hill: España, 2001, pp. 12 -19 y 919 – 939.
22. Bioquímica de los alimentos. Determinación de humedad. [en línea] <http://www.monografias.com/trabajos15/determinacion-humedad/determinacion-humedad.shtml>. (consultado en Febrero 11, 2010).
23. Determinaciones del contenido de humedad. [en línea] [http://es.mt.com/es/es/home/applications/Application\\_Browse\\_Laboratory\\_Analytics/Moisture\\_fam\\_browse\\_main.html?sem=02010323](http://es.mt.com/es/es/home/applications/Application_Browse_Laboratory_Analytics/Moisture_fam_browse_main.html?sem=02010323). (consultado en Febrero 11, 2010).
24. Norma AOAC 14006 (cenizas).
25. Norma de AOAC para humedad.
26. García Arenas, J. Química Analítica Cuantitativa. Ediciones UIS, Bucaramanga, 1964.
27. Cloruro de bario; MSDS No.; Winkler; Lugar; [en línea] [http://docs.google.com/viewer?a=v&q=cache:QkrwiB0Fodcj:www.winklerltda.com/ficha\\_new.php%3Fid%3D1478+bario+cloruro+-+2-+hidrato&hl=es&gl=co&pid=bl&srcid=ADGEESi4V2xKyas2AQjdKeCsz8i2IUQRO5tznSqeLlhPHdBiTfptOc-RkjDPNNd5tTAMFyIVOQQFQbFkQgnREI7tKhDbTv4VI4dLcWxztkyC7aVQwcmmljSPVQgvcdyYGjWkDuHJBGnW&sig=AHIEtbRt4lrRwgirZziO9k4FYgcW6mIU5w](http://docs.google.com/viewer?a=v&q=cache:QkrwiB0Fodcj:www.winklerltda.com/ficha_new.php%3Fid%3D1478+bario+cloruro+-+2-+hidrato&hl=es&gl=co&pid=bl&srcid=ADGEESi4V2xKyas2AQjdKeCsz8i2IUQRO5tznSqeLlhPHdBiTfptOc-RkjDPNNd5tTAMFyIVOQQFQbFkQgnREI7tKhDbTv4VI4dLcWxztkyC7aVQwcmmljSPVQgvcdyYGjWkDuHJBGnW&sig=AHIEtbRt4lrRwgirZziO9k4FYgcW6mIU5w). (consultado en Febrero 12, 2010).
28. Ácido clorhídrico; MSDS No.; Cisproquim; Lugar; [en línea] [http://www.cisproquim.org.co/HOJAS\\_SEGURIDAD/Acido\\_clorhidrico.pdf](http://www.cisproquim.org.co/HOJAS_SEGURIDAD/Acido_clorhidrico.pdf). (consultado en Febrero 12, 2010).
29. Nitrato de plata; MSDS No.; Grupo Prevenir; Lugar; [en línea] <http://www.grupoprevenir.es/fichas-seguridad-sustancias-quimicas/1116.htm>. (consultado en Febrero 12, 2010).



30. *Anaranjado de metilo*; MSDS No. ; Merck KGaA; Lugar; [en línea]  
[http://www.google.com.co/search?hl=es&q=ficha+de+seguridad+anaranjado+de+metilo&meta=&aq=0&aqi=gI&aql=&oq=ficha+de+seguridad+ANARANJADO+DE+&gs\\_rfai=](http://www.google.com.co/search?hl=es&q=ficha+de+seguridad+anaranjado+de+metilo&meta=&aq=0&aqi=gI&aql=&oq=ficha+de+seguridad+ANARANJADO+DE+&gs_rfai=). (consultado en Febrero 12, 2010).
31. *Amoníaco en solución*; MSDS No.; Nombre de la empresa; [en línea]  
<http://www.suratep.com/cistema/hojas/amoniac.pdf>. (consultado en Febrero 12, 2010).
32. Yeso; [en línea] <http://es.wikipedia.org/wiki/Yeso>. (consultado en Febrero 12, 2010).
33. Sulfatos; [en línea] [http://atenea.udistrital.edu.co/grupos/fluoreciencia/capitulos\\_fluoreciencia/calaguas\\_cap13.pdf](http://atenea.udistrital.edu.co/grupos/fluoreciencia/capitulos_fluoreciencia/calaguas_cap13.pdf). (consultado en Febrero 12, 2010).
34. Skoog, D. A. and West, D. M. *Fundamentals of Analytical Chemistry*. Segunda edición, Halt, Remehart and Winston, Inc.: New York, 1969.
35. *Amonio oxalato I -hidrato*; MSDS No.; Winkler; Lugar; [en línea]  
[http://docs.google.com/viewer?a=v&q=cache:Yieba5frFYyJ:www.winklerltda.com/ficha\\_new.php%3Fid%3D1450+ficha+de+seguridad+amonio+oxalato&hl=es&gl=co&pid=bl&srcid=ADGEEShmx8bail0wFhLLUyKJQ0oo7Y8xiMfDQkPmYekkw9RtNZgKlrjnHCWTYNIe22FocwLoC4\\_2NolmBRFIOezu23TF9yycvEWhwMxBBmwhhCzEFhya3cIyIrlJCXfgnr9L9B8wSjtaR&sig=AHIEtbSIHoL\\_iOsyn\\_79FgObD8y2Jl7l-A](http://docs.google.com/viewer?a=v&q=cache:Yieba5frFYyJ:www.winklerltda.com/ficha_new.php%3Fid%3D1450+ficha+de+seguridad+amonio+oxalato&hl=es&gl=co&pid=bl&srcid=ADGEEShmx8bail0wFhLLUyKJQ0oo7Y8xiMfDQkPmYekkw9RtNZgKlrjnHCWTYNIe22FocwLoC4_2NolmBRFIOezu23TF9yycvEWhwMxBBmwhhCzEFhya3cIyIrlJCXfgnr9L9B8wSjtaR&sig=AHIEtbSIHoL_iOsyn_79FgObD8y2Jl7l-A). (consultado en Febrero 15, 2010).
36. *Rojo de metilo*; MSDS No.; Nombre de la empresa; Lugar; [en línea]  
[http://www.scharlau.com/MSDS/es/RO0150\\_ES.pdf](http://www.scharlau.com/MSDS/es/RO0150_ES.pdf). (consultado en Febrero 15, 2010).
37. Skoog, D. A.; West, D. M. *Introducción a la Química Analítica*. Reverté S.A.: Barcelona, 1970, pp. 427.
38. Caliza [en línea] <http://es.wikipedia.org/wiki/Caliza>. (consultado Febrero 15, 2010).



39. Silicato [en línea] <http://es.wikipedia.org/wiki/Silicato>. (consultado en Febrero 16, 2010).
40. Silicio [en línea] <http://es.wikipedia.org/wiki/Silicio>. (consultado en Febrero 16, 2010).
41. Monografías. Concreto. [en línea] <http://www.monografias.com/trabajos4/concreto/concreto.shtml>. (consultado en Febrero 16, 2010).
42. Taylor, F. W. *La Química de los Cementos*. Vol. II. Ediciones Urmo: Bilbao, España, 1978. pp. 1-15.
43. A.S.T.M. *Análisis del Cemento*. Annual Book of ASTM Standards. Part 9: Philadelphia, 1971.
44. Bogue, R. H. *La Química del Cemento Portland*. Ediciones Dossat: Madrid, 1952.
45. Austin, G. *Manual de Procesos Químicos en la Industria*. Tomo I. Quinta Edición. McGraw-Hill: México, 1989. pp. 201-211.
46. *Cloruro de amonio*. MSDS No.; Nombre de la empresa; Lugar; [en línea] [http://www.quimicatecnica.com.co/documentos/CLORURO\\_DE\\_AMONIO.pdf](http://www.quimicatecnica.com.co/documentos/CLORURO_DE_AMONIO.pdf). (consultado en Febrero 17, 2010).
47. *Nitrato de amonio*; MSDS No.; Nombre de la empresa; Lugar; [en línea] <http://www.insht.es/InshtWeb/Contenidos/Documentacion/FichasTecnicas/FISQ/Ficheros/201a300/nsprn0216.pdf>. (consultado Febrero 17, 2010).
48. Revisión bibliográfica. La arcilla. [en línea] [http://catarina.udlap.mx/u\\_dl\\_a/tales/documentos/liq/gutierrez\\_f\\_ma/capitulo5.pdf](http://catarina.udlap.mx/u_dl_a/tales/documentos/liq/gutierrez_f_ma/capitulo5.pdf). (consultado Febrero 17, 2010).



49. *Hidróxido de sodio*. MSDS No.; Nombre de la empresa; Lugar; [en línea]  
[http://www.cisproquim.org.co/HOJAS\\_SEGURIDAD/Hidroxido\\_de\\_Sodio.pdf](http://www.cisproquim.org.co/HOJAS_SEGURIDAD/Hidroxido_de_Sodio.pdf). (consultado en Febrero 18, 2010).
50. *Ftalato Ácido de Potasio* MSDS No.; Merck KGaA - Chemicals. Lugar; [en línea]  
[http://www.google.com.co/search?hl=es&q=ficha+de+seguridad+biftalato+de+potasio&meta=&aq=f&aqi=&aql=&oq=&gs\\_rfai=](http://www.google.com.co/search?hl=es&q=ficha+de+seguridad+biftalato+de+potasio&meta=&aq=f&aqi=&aql=&oq=&gs_rfai=). (consultado en Febrero 18, 2010).
51. Carbonato de sodio liviano.[en línea]  
[http://hasp.axesnet.com/contenido/documentos/CARBONATO%20DE%20SODIO%20LIVIANO%20\(HS\).pdf](http://hasp.axesnet.com/contenido/documentos/CARBONATO%20DE%20SODIO%20LIVIANO%20(HS).pdf).  
(consultado en Febrero 18, 2010).
52. *Fenolftaleína 0,1%*; MSDS No.; Winkler; Lugar; [en línea]  
[http://www.google.com.co/search?hl=es&q=ficha+de+seguridad+fenolftale%C3%ADna&meta=&aq=f&aqi=gI&aql=&oq=&gs\\_rfai=](http://www.google.com.co/search?hl=es&q=ficha+de+seguridad+fenolftale%C3%ADna&meta=&aq=f&aqi=gI&aql=&oq=&gs_rfai=). (consultado Febrero 26, 2010).
53. Solución Estándar. [en línea] [http://es.wikipedia.org/wiki/Soluci%C3%B3n\\_Est%C3%A1ndar](http://es.wikipedia.org/wiki/Soluci%C3%B3n_Est%C3%A1ndar). (consultado en Febrero 18, 2010).
54. Christian, G. A. *Química Analítica*. Segunda edición. Editorial Limusa: México, 1981.
55. Hamilton, L.F.y Simpson, S.G. *Cálculos de Química Analítica*. Editorial McGraw-Hill: México, 1981.
56. FísicaNet – Química. Determinación de NaOH, NaHCO<sub>3</sub>, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> [en línea]  
[http://www.fisicanet.com.ar/quimica/analitica/lb02\\_carbonatos.php](http://www.fisicanet.com.ar/quimica/analitica/lb02_carbonatos.php). (consultado en Febrero 19, 2010).
57. *Sulfato de cobre*; MSDS No.; PROQUIMSA; Lugar; [en línea]  
[http://www.proquimsaec.com/PDF/HojaSeguridad/HS\\_Sulfato\\_de\\_Cobre.pdf](http://www.proquimsaec.com/PDF/HojaSeguridad/HS_Sulfato_de_Cobre.pdf). (consultado en Febrero 22, 2010).
58. *Ácido sulfúrico*; MSDS No.; Cisproquim; Lugar; [en línea]  
[http://www.cisproquim.org.co/HOJAS\\_SEGURIDAD/Acido\\_sulfurico.pdf](http://www.cisproquim.org.co/HOJAS_SEGURIDAD/Acido_sulfurico.pdf). (consultado en Febrero 22, 2010).



59. Nitrógeno total Kjeldahl; [en línea] [http://es.wikipedia.org/wiki/Nitr%C3%B3geno\\_total\\_Kjeldahl](http://es.wikipedia.org/wiki/Nitr%C3%B3geno_total_Kjeldahl). (consultado en Febrero 22, 2010).
60. Análisis de alimentos. [en línea] <http://74.125.45.132/search?q=cache:JjAjqm4qYE0J:docencia.izt.uam.mx/lyanez/analisis/practicas/KJELDAHL.rtf+M%C3%A9todo+Kjeldahl-Wilforth-Gunning&cd=1&hl=es&ct=clnk&gl=co>. (consultado en Febrero 22, 2010).
61. Norma Técnica Colombiana, NTC 370 1997 – 08 – 27. *Abonos o fertilizantes. Determinación de nitrógeno total. Método Kjeldahl*. Tercera actualización. Editada por el Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación (INCONTEC). Apartado 14237 Santafé de Bogotá, D.C.
62. Horwitz, W. *Methods of analysis AOAC*. Décima edición. Association of Official Agricultural Chemists: Washington, D. C. 20044, 1965.
63. Nielsen, S.S. *Introduction to the Chemical Analysis of Foods*. Ed. Jones and Bartlett Publishers: U.S.A., 1994. pp. 209-212.
64. Ranganna, S. *Manual of Analysis of Fruit and Vegetable Products*. Ed. McGraw-Hill Publishing Co. Ltd.: New Delhi, 1977.
65. Determinación de la acidez total de un vinagre; [en línea] <http://personal.us.es/jmorillo/ai3/Acidezvinagre.pdf>. (consultado en Febrero 23, 2010).
66. Práctica 5. Reacciones ácido – base. [en línea] <http://74.125.45.132/search?q=cache:7kjHQj5G4bUJ:www.uam.es/docencia/jppid/documentos/practicas/actuales/guion-p4.rtf+determinaci%C3%B3n+de+la+constante+de+acidez+de+un+viangre&cd=5&hl=es&ct=clnk&gl=co>. (consultado en Febrero 23, 2010).



67. Determinación de la acidez total de un vinagre; [en línea] <http://personal.us.es/jmorillo/exquimica2/vinagre.pdf>. (consultado en Febrero 23, 2010).
68. *Molibdato de amonio 7%*; MSDS No.; Winkler; Lugar; [en línea] [http://docs.google.com/viewer?a=v&q=cache:9osjXMrhStsJ:www.winklerltda.com/ficha\\_new.php%3Fid%3D1057+ficha+de+seguridad+molibdato+de+amonio&hl=es&gl=co&pid=bl&srcid=ADGEEsIlMeSSZpAYmXmIv2ou7zwMD0o-AExNBnYU6sV05qXcVy7cbfklT7eI9YGBL8DIxR5fUlaVbg67AuXvWw6wwAMNkodrfL8ea69FsApspW\\_EJ\\_QI3lMeorJF4dhz2kTDZb-5v9yN&sig=AHIEtbSuZxODnI0NBHwxUZTMnezsSjOIXA](http://docs.google.com/viewer?a=v&q=cache:9osjXMrhStsJ:www.winklerltda.com/ficha_new.php%3Fid%3D1057+ficha+de+seguridad+molibdato+de+amonio&hl=es&gl=co&pid=bl&srcid=ADGEEsIlMeSSZpAYmXmIv2ou7zwMD0o-AExNBnYU6sV05qXcVy7cbfklT7eI9YGBL8DIxR5fUlaVbg67AuXvWw6wwAMNkodrfL8ea69FsApspW_EJ_QI3lMeorJF4dhz2kTDZb-5v9yN&sig=AHIEtbSuZxODnI0NBHwxUZTMnezsSjOIXA). (consultado en Febrero 24, 2010).
69. *Ácido nítrico*; MSDS No.; IPCS Programa Internacional de Seguridad de las Sustancias Químicas; Lugar; [en línea] [http://actrav.itcilo.org/osh\\_es/m%3Dulos/ic/7697372.htm](http://actrav.itcilo.org/osh_es/m%3Dulos/ic/7697372.htm). (consultado en Febrero 24, 2010).
70. *Fosfatos. Museo geológico virtual de Venezuela.* [en línea] <http://www.pdvsa.com/lexico/museo/minerales/fosfatos.htm>. (consultado en Febrero 24, 2010).
71. Feigl, F. *Detection of Phosphates in Minerals and Rocks*. Spot Test in Inorganic Analysis. Quinta edición; Elsevier Publishing Company: U.S.A., 1958. pp. 500 y 501.
72. Dana, E.S. & Ford W.E. *Textbook of Mineralogy*. Cuarta edición; John Wiley & Sons Inc., New York, 1966. pp. 704-706.
73. ICONTEC E-13. *Roca Fosfórica para aplicación directa al suelo*. 1968.
74. Campos, G.R. *Guanos y Fertilizantes de México S.A*. Informe A523/76/437, Julio, 1976.
75. *Cloruro de sodio*; MSDS No.; Nombre de la empresa; Lugar; [en línea] <http://antiguo.itson.mx/laboratorios/CLORURO%20DE%20SODIO.pdf>. (consultado en Febrero 25, 2010).



- 76.** Potasio cromato; MSDS No.; Winkler; Lugar; [en línea]  
[http://docs.google.com/viewer?a=v&q=cache:626AEcbDzYgl:www.winklerltda.com/ficha\\_new.php%3Fid%3DI719+ficha+de+seguridad+Potasio+Cromato&hl=es&gl=co&pid=bl&srcid=ADGEEsiwMa5Vg6FXFCf5s\\_gU9FY3o3ru-a3lDgzGq-BXAAyugqZIX3raZdPybdvcXFhL2xwrfTAPbtUojlccNKByTeT2cmnVfZmn0WRFxHRTCTPgOyi2MvQhf90zCN45taLsPAh6LmCT&sig=AHIEtbSg55zP5tdFQY3Q6SI MhW9C6ikPBw](http://docs.google.com/viewer?a=v&q=cache:626AEcbDzYgl:www.winklerltda.com/ficha_new.php%3Fid%3DI719+ficha+de+seguridad+Potasio+Cromato&hl=es&gl=co&pid=bl&srcid=ADGEEsiwMa5Vg6FXFCf5s_gU9FY3o3ru-a3lDgzGq-BXAAyugqZIX3raZdPybdvcXFhL2xwrfTAPbtUojlccNKByTeT2cmnVfZmn0WRFxHRTCTPgOyi2MvQhf90zCN45taLsPAh6LmCT&sig=AHIEtbSg55zP5tdFQY3Q6SI MhW9C6ikPBw). (consultado en Febrero 25, 2010).
- 77.** Bicarbonato de sodio; MSDS No.; Solvaychemicals; Lugar; [en línea]  
<http://www.solvaychemicals.us/static/wma/pdf/6/7/4/0/Bicarb-sp.pdf>. (consultado en Febrero 25, 2010).
- 78.** APHA, AWWA, WPCF. *Métodos Normalizados para el Análisis de Aguas Potables y Residuales*. Ed. Díaz de Santos, S.A.: Madrid, 1992. pp 4-76-4-78.
- 79.** API. *Recommended Practice for Analysis of Oil-Field Testing Water-Based Drilling Fluids*. Primera edición: Washigton, 1990. pp 16.
- 80.** Manual de prácticas: análisis químico cualitativo y cuantitativo UNED [en línea] [http://www.uned-terrassa.es/puntuals/practiques/09201\\_gui0\\_analisis\\_quimic.pdf](http://www.uned-terrassa.es/puntuals/practiques/09201_gui0_analisis_quimic.pdf). (consultado en Febrero 25, 2010).
- 81.** Sulfuro de sodio; MSDS No. ; Proquimort; Lugar; [en línea]  
<http://www.proquimort.com/admin/pdfs/Sulfuro%20de%20Sodio%20Mexicano%20%20HOJA%20DE%20DATOS%20DE%20SEGURIDAD.pdf>. (Consultado en Marzo 1, 2010).
- 82.** Negro de eriocromo T; MSDS No. ; Analytyka; Lugar; [en línea]  
<http://www.analytyka.com.mx/spanish/FDS/N/131439.htm>. (Consultado en Marzo 1, 2010).
- 83.** EDTA; MSDS No. ; Analytyka; Lugar; [en línea] <http://antiguo.itson.mx/laboratorios/EDTA.pdf>. (Consultado en Marzo 1, 2010).



84. Carbonato de calcio; MSDS No. ; Nombre de la empresa; Lugar; [en línea] [http://translate.google.com.co/translate?hl=es&langpair=en%7Ces&u=http://en.wikipedia.org/wiki/Calcium\\_carbonate](http://translate.google.com.co/translate?hl=es&langpair=en%7Ces&u=http://en.wikipedia.org/wiki/Calcium_carbonate). (Consultado en Marzo 1, 2010).
85. Murexida; MSDS No. ; Winkler; Lugar; [en línea] [http://docs.google.com/viewer?a=v&q=cache:-D6CWeWtFqMJ:www.winklerltda.com/ficha\\_new.php%3Fid%3D1656+ficha+de+seguridad+murexida&hl=es&gl=co&pid=bl&srcid=ADGEEShwypnA86u2xqf3e3PKcBH7arSOtbTHDVqe6w4GwDLGPac5ykNV\\_4T19VuKk0AwW2XoEATwQvacNs3aXoXk8eg2g0wYU6qWexJ4keHDxbvx\\_HWPgB3OxIAKrMeqMTqIHUqDn4Qf&sig=AHIEtbQap6Wx2rwBjlvVJBaijgXE0DgNPw](http://docs.google.com/viewer?a=v&q=cache:-D6CWeWtFqMJ:www.winklerltda.com/ficha_new.php%3Fid%3D1656+ficha+de+seguridad+murexida&hl=es&gl=co&pid=bl&srcid=ADGEEShwypnA86u2xqf3e3PKcBH7arSOtbTHDVqe6w4GwDLGPac5ykNV_4T19VuKk0AwW2XoEATwQvacNs3aXoXk8eg2g0wYU6qWexJ4keHDxbvx_HWPgB3OxIAKrMeqMTqIHUqDn4Qf&sig=AHIEtbQap6Wx2rwBjlvVJBaijgXE0DgNPw). (Consultado en Marzo 1, 2010).
86. Martín García, M. L.; Aragón Revuelta, P.; González Benito, C. *Análisis Químico de Suelos y Aguas, Manual de Laboratorio*. Editorial Universidad Politécnica de Valencia, 2002.
87. Dureza del agua; [en línea] [http://es.wikipedia.org/wiki/Dureza\\_del\\_agua](http://es.wikipedia.org/wiki/Dureza_del_agua). (Consultado en Marzo 1, 2010).
88. Greenberg, A. E., Clesceri, L. S. y Eaton, A. D. Physical and aggregate properties, 2340 – Hardness. Part 2000. *Standard methods for the examination of water and wastewater*. 18<sup>th</sup> edition, 1992.
89. Permanganato de potasio; MSDS No. ; Nombre de la empresa; Lugar; [en línea] <http://www.quimica.unam.mx/IMG/pdf/I5permanganatok.pdf>. (consultado en Marzo 3, 2010).
90. Sodio oxalato; MSDS No. ; Winkler; Lugar; [en línea] [http://docs.google.com/viewer?a=v&q=cache:Lm3QljevTDoj:www.winklerltda.com/ficha\\_new.php%3Fid%3D1788+ficha+de+seguridad+sodio+oxalato&hl=es&gl=co&pid=bl&srcid=ADGEEShlezISgRH0eqCZEeq3\\_FJ0Spgu2SqnNBzGE8jxOxix8DzB4R7pLHXN8kXRzQJ37F2Ublh5NBHNUu9tJjh-hvUptC-wSHnsarcvmKqTuiy0BBDqMUAC6QEiqtmchARlzFGLStyZm&sig=AHIEtbTq7mj6Hr6xtSBGpyOCjJ2T\\_EydZg](http://docs.google.com/viewer?a=v&q=cache:Lm3QljevTDoj:www.winklerltda.com/ficha_new.php%3Fid%3D1788+ficha+de+seguridad+sodio+oxalato&hl=es&gl=co&pid=bl&srcid=ADGEEShlezISgRH0eqCZEeq3_FJ0Spgu2SqnNBzGE8jxOxix8DzB4R7pLHXN8kXRzQJ37F2Ublh5NBHNUu9tJjh-hvUptC-wSHnsarcvmKqTuiy0BBDqMUAC6QEiqtmchARlzFGLStyZm&sig=AHIEtbTq7mj6Hr6xtSBGpyOCjJ2T_EydZg). (consultado en Marzo 4, 2010).
91. Bacón, R. *Análisis Volumétrico de Óxido-Reducción*. Facultad de Química e Ingeniería. Cátedra de química analítica cuantitativa. Permanganimetría. [en línea] <http://www.calidoscopio.com/calidoscopio/ecologia/quimica/redox.pdf>. (consultado en Marzo 4, 2010).



92. Fisher, R. B. y Peters, D. *Análisis Químico Cuantitativo*. Tercera edición. Editorial Interamericana: México, 1970.
93. González de la Cotera, M. *La calidad y los métodos instrumentales en la industria del cemento*. ASOCEM, Asociación de Productores de Cemento. [en línea] [http://www.asocem.org.pe/SCMRoot/bva/f\\_doc/cemento/calidad/calidad\\_metodos\\_instrumentales\\_MGC.pdf](http://www.asocem.org.pe/SCMRoot/bva/f_doc/cemento/calidad/calidad_metodos_instrumentales_MGC.pdf). (consultado en Marzo 5, 2010).
94. Dicromato de potasio; MSDS No. ; Nombre de la empresa; Lugar; [en línea] <http://www.casep.com.mx/pdf/Quimicos/Dicromatodepotasio.pdf>. (consultado en Marzo 8, 2010).
95. Cloruro estañoso; MSDS No. ; Nombre de la empresa; Lugar; [en línea] <http://antiguo.itson.mx/laboratorios/CLORURO%20ESTA%20C3%91OSO.pdf>. (consultado en Marzo 8, 2010).
96. I645[1].pdf. Ficha de seguridad mercurio II cloruro. (consultado en Marzo 8, 2010).
97. Ácido fosfórico; MSDS No. ; Proquimsa; Lugar; [en línea] [http://www.proquimsaec.com/PDF/HojaSeguridad/HS\\_Acido\\_Fosforico%20.pdf](http://www.proquimsaec.com/PDF/HojaSeguridad/HS_Acido_Fosforico%20.pdf). (consultado en Marzo 8, 2010).
98. Hematita [en línea] <http://es.wikipedia.org/wiki/Hematita>. (consultado en Marzo 8, 2010).
99. Pedraza, J. F. *Química Analítica Cuantitativa*. Bucaramanga, ediciones UIS, 1982, pp. 360 y 361.



EN REVISIÓN