

VOLUMETRÍAS ÁCIDO- BASE. ACIDIMETRÍAS.

Práctica 1: PREPARACIÓN Y NORMALIZACIÓN DE UNA DISOLUCIÓN DE HCl 0.1M.

Fundamento:

El HCl comercial no es una sustancia tipo primario por lo que debe ser normalizado frente a una sustancia que sí lo sea. Para ello, se prepara una disolución de concentración próxima a la deseada y se valora frente a un patrón primario básico que en este caso será el *Carbonato de Sodio*.

Como indicador usaremos *Heliantina (Naranja de Metilo)* que tiene un intervalo de pH de viraje 3.1– 4.4 por lo que es capaz de señalar el **punto final** del segundo equilibrio.

Preparación de las disoluciones necesarias para la práctica:

- Preparación de 250 ml una disolución de HCl 0.1M:

- Calculamos el volumen necesario de HCl comercial:

$$d = 1.19 \text{ gr/ml} = 1190 \text{ gr/l}$$

Pureza 37%

$$1190 \text{ gr/l} \text{ ----- } 100\% \quad 1 \text{ mol} \text{ ----- } 36.5 \text{ gr}$$

$$x \text{ ----- } 37\% \quad x \text{ ----- } 440.3 \text{ gr}$$

$$x = 440.3 \text{ gr} \quad x = 12.06 \text{ moles}$$

$$M = \frac{n}{V} \quad 0.1 = \frac{n}{0.25}$$

$$n = 0.0025 \text{ moles HCl}$$

$$M = \frac{n}{V} \quad 12.06 = \frac{0.025}{V}$$

$$V = 0.002 \text{ l} = 2\text{mL}$$

Volumen a coger de HCl: 2ml

- Medimos los ml calculados de HCl con una pipeta.
- Llevamos los 2ml a un matraz de 250ml y se enrasa con agua destilada a 250ml.

- Preparación de una disolución de Carbonato de Sodio (Na_2CO_3) 0.1M :

- Calculamos los gramos necesarios de Na_2CO_3 :

$$PM = 105.99$$

$$V = 15\text{ml}$$

$$M = \frac{n}{V} \quad 0.1 = \frac{n}{1.5 * 10^{-3}}$$

$$\Rightarrow n = 1.5 * 10^{-4} \text{ moles}$$

Necesitamos: $1.5 * 10^{-3} / 2 = 7.5 * 10^{-4} \text{ moles}$

$$n = \frac{m}{PM} \quad 7.5 * 10^{-4} = \frac{m}{105.99}$$

$$m = 0.079 \text{ gr para 1 vez}$$

Para 4 veces que vamos a realizar la prueba necesitamos:

$$0.0079 * 4 = 0.3197 \text{ gr que necesitamos para secar en la estufa.}$$

2. Realizamos la pesada de Carbonato de Sodio:

PESAMOS: 0.50 gr en vidrio de reloj

3. Introducimos el vidrio de reloj en la estufa durante 1 hora a 110°C y después de seco lo conservaremos en el desecador.

4. Después de seco, realizamos la pesada exacta del carbonato de sodio en la balanza analítica.

PESAMOS: 0.3195 gr => que será la masa que utilizaremos.

5. Introducimos la masa anteriormente pesada en un vaso de precipitados y disolvemos en 100ml de agua destilada.

- **Preparación de una disolución de TRIS:** es un patrón primario.

- **Calculamos los gramos necesarios de TRIS.**

$$PM = 121.14$$

$$n = 1.5 * 10^{-3}$$

$$m = 0.1817 \text{ gr para 1 vez}$$

Para 4 veces que vamos a realizar las pruebas necesitamos:

$$0.1817 * 4 = 0.7268 \text{ gr necesarios para secar en la estufa}$$

2. Realizamos la pesada de TRIS:

PESAMOS: 0.89 gr en cápsula

3. Introducimos la cápsula en la estufa a secar durante 1 hora a 110°C y después de seco lo conservaremos en el desecador.

4. Después de seco, realizamos la pesada exacta de TRIS en la balanza analítica.

PESAMOS: 0.7275 gr => que será la masa que utilizaremos.

5. Finalmente lo disolvemos en agua destilada.

Procedimiento:

- Con Carbonato sódico:

- Cogemos una alícuota de 22ml de carbonato sódico y la introducimos en un matraz erlenmeyer.
1. Añadimos 2 gotas del indicador anaranjado de metilo y tomará color anaranjado.
 2. Valoramos con HCl 0.1M hasta viraje a rojo.
 3. Anotamos el volumen gastado.
 4. Repetimos 3 veces el procedimiento anotando cada vez anotando el volumen gastado de HCl.

	Volumen gastado
Prueba	13.5 mL
Muestra 1	13.7 mL
Muestra 2	13.8 mL
Muestra 3	13.8 mL
Volumen medio gastado	13.76 mL

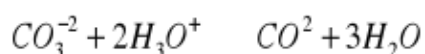
- Con TRIS:

1. Cogemos una alícuota de 22ml de TRIS y la introducimos en un matraz erlenmeyer.
2. Añadimos 2 gotas del indicador anaranjado de metilo y tomará color anaranjado.
3. Valoramos con HCl 0.1M hasta viraje a rojo.
4. Anotamos el volumen gastado.
5. Repetimos 3 veces el procedimiento anotando cada vez anotando el volumen gastado de HCl.

	Volumen gastado
Prueba	13.3 mL
Muestra 1	13.9 mL
Muestra 2	13.8 mL
Muestra 3	13.9 mL
Volumen medio gastado	13.86 mL

Cálculos:

- Con Carbonato:



100 mL ----- 0.3195 gr

22 mL----- X

X = 0.0702 gr Na₂CO₃

$$n = \frac{m}{PM} = \frac{0.0702}{105.99} =$$

6.6*10⁻⁴ moles Na₂CO₃



(ESTEQU: 12)

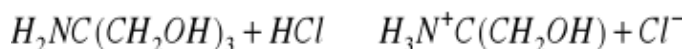
$$V_{\text{Na}_2\text{CO}_3} * M_{\text{Na}_2\text{CO}_3} = \frac{1}{2}(\bar{V}_{\text{HCl}} * M_{\text{HCl}})$$

$$6.6 * 10^{-4} = \frac{1}{2}(13.76 * 10^{-3} * M_{\text{HCl}})$$

$$6.6 * 10^{-4} = 0.0068 * M_{\text{HCl}}$$

MHCl= 0.097

• Con TRIS:



100 mL ----- 0.7275 gr

22 mL----- X

X = 0.16 gr TRIS

$$n = \frac{m}{PM} = \frac{0.16}{121.14} =$$

1.32*10⁻³ moles TRIS

$$V_{\text{TRIS}} * M_{\text{TRIS}} = (\bar{V}_{\text{HCl}} * M_{\text{HCl}})$$

MHCl= 0.0952

Práctica 2: DETERMINACIÓN DE MEZCLAS ALCALINAS

• **CARBONATO Y CARBONATO ÁCIDO:**

Fundamento:

En esta práctica determinaremos la composición de una muestra problema que contiene ambos iones, mediante valoraciones sucesivas con dos indicadores visuales: la fenolftaleína, que nos marca el paso de carbonato a carbonato ácido y la heliantina que nos indica el paso de carbonato ácido a CO₂.

De esta forma, cuando se produce el viraje de la fenolftaleína de rojo a incoloro, el volumen gastado de HCl (V1) corresponde al carbonato que contenía la disolución. Y si a la disolución le añadimos heliantina y valoramos hasta viraje de amarillo a rojo, el volumen de HCl gastado ahora (V2) corresponderá al carbonato ácido.

Preparación de las disoluciones necesarias para la práctica:

- **Preparación de 250 ml una disolución de HCl 0.1M:**

- **Calculamos el volumen necesario de HCl comercial:**

$$= 1.19 \text{ gr/ml} = 1190 \text{ gr/l}$$

Pureza 37%

$$1190 \text{ gr/l} \text{ ----- } 100\% \quad 1 \text{ mol} \text{ ----- } 36.5 \text{ gr}$$

$$x \text{ ----- } 37\% \quad x \text{ ----- } 440.3 \text{ gr}$$

$$x = 440.3 \text{ gr} \quad x = 12.06 \text{ moles}$$

$$n = 0.0025 \text{ moles HCl}$$

$$V = 0.002 \text{ l} = 2\text{mL}$$

Volumen a coger de HCl: **2ml**

- **Medimos los ml calculados de HCl con una pipeta.**
- **Llevamos los 2ml a un matraz de 250ml y se enrasa con agua destilada a 250ml.**

- **Preparación de una disolución de Carbonato de Sodio (Na₂CO₃) 0.1M :**

- **Calculamos los gramos necesarios de Na₂CO₃ :**

$$PM = 105.99$$

$$V = 15\text{ml}$$

$$M = \frac{n}{V} \quad 0.1 = \frac{n}{1.5 * 10^{-3}}$$

$$\Rightarrow n = 1.5 * 10^{-4} \text{ moles}$$

$$\text{Necesitamos: } 1.5 * 10^{-3} / 2 = 7.5 * 10^{-4} \text{ moles}$$

$$n = \frac{m}{PM} \quad 7.5 * 10^{-4} = \frac{m}{105.99}$$

$$m = 0.079 \text{ gr para 1 vez}$$

Para 4 veces que vamos a realizar la prueba necesitamos:

$$0.0079 * 4 = 0.3197 \text{ gr que necesitamos para secar en la estufa.}$$

2. Realizamos la pesada de Carbonato de Sodio:

PESAMOS: 0.50 gr en vidrio de reloj

3. Introducimos el vidrio de reloj en la estufa durante 1 hora a 110°C y después de seco lo conservaremos en el desecador.

4. Después de seco, realizamos la pesada exacta del carbonato de sodio en la balanza analítica.

PESAMOS: 0.3189 gr => que será la masa que utilizaremos.

5. Introducimos la masa anteriormente pesada en un vaso de precipitados y disolvemos en 15ml de agua destilada.

• **Procedimiento de la valoración del HCl necesario para la práctica:**

- Cogemos una alícuota de 22ml de carbonato sódico y la introducimos en un matraz erlenmeyer.
- 2. Añadimos 2 gotas del indicador anaranjado de metilo y tomará color anaranjado.
- 3. Valoramos con HCl 0.1M hasta viraje a rojo.
- 4. Anotamos el volumen gastado.
- 5. Repetimos 3 veces el procedimiento anotando cada vez el volumen gastado de HCl.

	Volumen gastado
Muestra 1	12.1 mL
Muestra 2	12.1 mL
Muestra 3	12.1 mL
Volumen medio gastado	12.1 mL

• **Cálculos de la molaridad del HCl:**

100 mL ----- 0.3189 gr

22 mL----- X

X = 0.07 gr Na₂CO₃

6.6*10⁻⁴ moles Na₂CO₃

REACCIÓN: (ESTEQ: 12)

MHCl= 0.0109

Procedimiento:

- Cogemos una alícuota de 15 ml de muestra (disolución problema) en un matraz erlenmeyer.
- Añadimos 2 gotas del indicador fenolftaleína.
- Valoramos con el HCl preparado anteriormente 0.1M hasta que cambie a incoloro.

- Anotamos el volumen gastado de HCl que será V1.
- Añadimos 2 gotas de anaranjado de metilo y cambiará a color amarillo.
- Continuamos valorando con HCl hasta que cambie a color rojo.
- Anotamos el volumen gastado de HCl que será V2.
- Repetiremos 3 veces el procedimiento anotando cada vez el volumen gastado de HCl.

	<i>Volumen 1 (V1)</i>	<i>Volumen 2 (V2)</i>
	<i>Fenolftaleína</i>	<i>Anaranjado de Metilo</i>
Muestra 1	8.5 mL	21.2 mL
Muestra 2	8.2 mL	22 mL
Muestra 3	8 mL	22.7 mL
Volum. medio gastado	8.23 mL	21.96 mL

Cálculos:

8.23*10⁻⁴ moles

1.37*10⁻³ moles

m = 0.0872 gr en 1000 mL

m = 0.1150gr en 1000 mL

5.81 gr

7.66 gr

% PESO = 43.12%

% PESO = 56.87%

• CARBONATO Y SOSA:

Fundamento:

Vamos a realizar valoraciones sucesivas sobre la misma disolución con dos indicadores, la fenolftaleína y la heliantina. La diferencia está en que, en el viraje de la fenolftaleína (V1), se valoran el hidróxido sódico y el carbonato hasta carbonato ácido y, posteriormente, al virar la heliantina (V2) vemos el paso del carbonato ácido hasta H₂CO₃.

Por tanto, V2 es el volumen de HCl que corresponde al carbonato y la diferencia V1-V2 corresponde al volumen del hidróxido sódico.

Procedimiento:

- Cogemos una alícuota de 10 ml de muestra (disolución problema) en un matraz erlenmeyer.
- Añadimos 2 gotas del indicador fenolftaleína. Tomará un color rojo- fucsia.
- Valoramos con el HCl preparado anteriormente 0.1M hasta que cambie a incoloro.
- Anotamos el volumen gastado de HCl que será V1.
- Añadimos 2 gotas de heliantina y cambiará a color amarillo.
- Continuamos valorando con HCl hasta que cambie a color rojo.

- Anotamos el volumen gastado de HCl que será V2.
- Repetiremos 3 veces el procedimiento anotando cada vez el volumen gastado de HCl.

	Volumen 1 (V1)	Volumen 2 (V2)
	Fenolftaleína	Heliantina
Muestra 1	21.7 mL	11 mL
Muestra 2	21.7 mL	11 mL
Muestra 3	21.5 mL	11 mL
Volum. medio gastado	21.63 mL	11 mL

Cálculos:

$$\text{moles } CO_3^{2-} = \bar{V}_2 * M_{HCl}$$

$$\text{moles } CO_3^{2-} = 11 * 10^{-3} * 0.1 \quad \text{moles } CO_3^{2-} = 1.1 * 10^{-3} \text{ moles}$$

$$\text{moles } OH^- = (\bar{V}_1 - \bar{V}_2) * M_{HCl}$$

$$\text{moles } OH^- = (21.63 * 10^{-3} - 11 * 10^{-3}) * 0.1 \quad \text{moles } OH^- = 1.063 * 10^{-3} \text{ moles}$$

10 mL ----- 1.1*10⁻³ moles 10 mL-----1.063*10⁻³ moles

1000 mL ----- X 1000 mL ----- X

$$X = 0.11 \text{ moles } CO_3^{2-}$$

$$X = 0.1063 \text{ moles } OH^-$$

$$n = \frac{m}{PM} \quad 0.11 = \frac{m}{106}$$

$$m1 = 11.6 \text{ gr } CO_3^{2-}$$

$$n = \frac{m}{PM} \quad 0.1063 = \frac{m}{40}$$

$$m2 = 4.25 \text{ gr } OH^-$$

$$\text{masa total} = m1 + m2 = 11.6 + 4.25 = 15.85 \text{ gr}$$

$$\% \text{ PESO } CO_3^{2-}$$

$$= \frac{m_1}{m_T} = \frac{11.6}{15.85} * 100 =$$

$$73.18\%$$

$$\% \text{ PESO } OH^- = \frac{m_2}{m_T} = \frac{4.25}{15.85} * 100 =$$

26.81%

VOLUMETRÍAS ÁCIDO- BASE II. ALCALIMETRÍAS.

Práctica 3: NORMALIZACIÓN DE UNA DISOLUCIÓN DE NaOH 0.1M.

Fundamento:

El NaOH no es tipo primario por lo que sus disoluciones se preparan de forma aproximada y se normalizan luego frente a una sustancia tipo primario ácida. En este caso normalizaremos el NaOH frente a ftalato ácido de potasio (KHA).

Como indicador usaremos fenolftaleína pero vale cualquiera que vire en la zona alcalina.

Preparación de las disoluciones necesarias para la práctica:

- Preparación de 500 ml una disolución de NaOH 0.1M:

- Calculamos el volumen necesario de NaOH:

$$M = \frac{n}{V} \quad 0.1 = \frac{n}{0.5}$$

n = 0.05 moles de NaOH

$$n = \frac{m}{PM} \quad 0.05 = \frac{m}{40}$$

m = 2 gr de NaOH

Masa a coger de NaOH: 2 gr

2. Medimos los gramos calculados de NaOH en la balanza analítica y en un vidrio de reloj.

3. Llevamos los 2gr a un matraz de 500 mL y se enrasa con agua destilada a 500 mL.

- Preparación de una disolución de ftalato ácido de potasio:

- Calculamos los gramos necesarios de ftalato ácido de potasio :

PM (puro) = 204.23

Queremos gastar 15 mL de NaOH 0.1M:

$n = 1.5 \cdot 10^{-3}$ moles

ESTEQUIOMETRÍA: 11

$HA^- + OH^- \rightarrow A^{2-} + H_2O$

m = 0.30 gr para 1 vez

Para 4 veces que vamos a realizar la prueba necesitamos:

$0.30 \times 4 = 1.23$ gr que necesitamos para secar en la estufa

2. Realizamos la pesada de ftalato ácido de potasio:

PESAMOS: 1.48 gr en vidrio de reloj

3. Introducimos el vidrio de reloj en la estufa durante 1 hora a 110°C y después de seco lo conservaremos en el desecador.

4. Después de seco, realizamos la pesada exacta del carbonato de sodio en la balanza analítica.

PESAMOS: 1.2336 gr => que será la masa que utilizaremos.

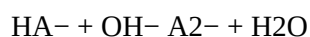
5. Introducimos la masa anteriormente pesada en un matraz y enrasamos en 100ml de agua destilada.

Procedimiento:

- Cogemos una alícuota de 22 ml de KHA y la introducimos en un matraz erlenmeyer.
- Añadimos 2 gotas del indicador fenolftaleína y virará a incoloro.
- Valoramos lentamente con el NaOH hasta que vire a rosa.
- Anotamos el volumen gastado.
- Repetimos 3 veces el procedimiento anotando cada vez el volumen gastado de NaOH.

	Volumen gastado
Prueba	13 mL
Muestra 1	13.4 mL
Muestra 2	13.4 mL
Muestra 3	13.7 mL
Volumen medio gastado	13.5 mL

Cálculos:



$$100 \text{ mL} \text{-----} 1.23 \text{ gr}$$

$$22 \text{ mL} \text{-----} X$$

$$X = 0.27 \text{ gr de KHA}$$

$$n = 0.00133 \text{ moles de KHA}$$

$$0.00133 = 13.5 * 10^{-3} M_{\text{NaOH}}$$

$$M_{\text{NaOH}} = 0.0985$$

Práctica 4: DETERMINACIÓN DE UNA MEZCLA DE HCl Y H₃PO₃.

Fundamento:

El ácido fosfórico es un poliacido que puede valorarse por etapas con disolución de NaOH gracias a los valores de sus constantes. Una mezcla suya con HCl puede determinarse mediante dos valoraciones de dos alícuotas idénticas de disolución problema.

A la primera le añadiremos heliantina y valoraremos con NaOH hasta viraje de rojo a amarillo anaranjado gastando un volumen que será V1. Valoraremos otra muestra idéntica pero usando como indicador la fenolftaleína y anotaremos el volumen de NaOH gastado que será V2.

La diferencia $V2 - V1$ es el volumen de NaOH correspondiente al H_3PO_4 y el valor $2 V1 - V2$ es el volumen de NaOH correspondiente al HCl.

Procedimiento:

• Con heliantina:

- Pipeteamos 10 mL de ácido fosfórico (muestra problema).
- Añadimos 3 gotas del indicador, en este caso heliantina y tomará un color rojo.
- Valoramos con NaOH hasta que vire a amarillo anaranjado.
- Anotamos el volumen gastado de NaOH que será V1.
- Repetimos 3 veces cogiendo cada vez alícuotas de 10 mL.

	Volumen gastado
Muestra 1	8.9 mL
Muestra 2	8.9 mL
Muestra 3	8.9 mL
Volumen medio gastado	8.9 mL

• Con fenolftaleína:

- Pipeteamos 10 mL de ácido fosfórico (muestra problema).
- Añadimos 3 gotas del indicador, en este caso será fenolftaleína y quedará incolora.
- Valoramos con NaOH hasta que vire a rosa.
- Anotamos el volumen gastado de NaOH que será V2.
- Repetimos 3 veces cogiendo cada vez alícuotas de 10 mL.

	Volumen gastado
Muestra 1	12 mL
Muestra 2	12 mL
Muestra 3	12 mL
Volumen medio gastado	12 mL

Cálculos:

$3.05 \cdot 10^{-4}$ moles

$5.71 \cdot 10^{-4}$ moles

m = 0.0298 gr H_3PO_4

m = 0.02284 gr HCl

1000 mL ---- X 1000 mL ---- X

10 mL ---- 0.0298 gr 10 mL ---- 0.02284 gr

X = 2.98 gr H₃PO₄ X = 2.284 gr HCl

dHCl= 1.19gr/mL ;37%

dH₃PO₄ = 1.70gr/mL ; 86.5%

100 gr----- 37 gr

X ----- 2.284 gr

X= 6.173 gr HCl

V = 5.18 mL HCl

100 gr----- 86.5 gr

X ----- 2.98 gr

X= 3.44 gr H₃PO₄

V = 2.02 mL H₃PO₄

Práctica 5: DETERMINACIÓN DE LA ACIDEZ DE UN VINAGRE.

Fundamento:

Es posible poner a punto un método para la determinación de la acidez de muestras comerciales de vinagre, las cuales suelen contener alrededor de 1 mol de ácido acético por litro. Para ello se ha pensado en tomar muestras de vinagre, diluirlas con agua destilada (una dilución 1:10) y valorarlas con una disolución normalizada de hidróxido sódico.

Como indicador se utilizará alguno que vire en la zona alcalina de pH, en este caso la fenolftaleína.

Procedimiento:

• Preparación de la muestra:

- Pipeteamos 10 mL de vinagre y lo llevamos a un matraz de 100 mL.
- Diluimos con agua destilada hasta el enrase a 100 mL.

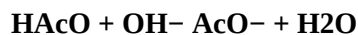
♦ Determinación volumétrica:

- Pipeteamos 10 mL de la muestra diluída y la llevamos a un erlenmeyer.
- Añadimos 2 gotas de fenolftaleína.
- Valoramos con NaOH hasta que vire a color rosa.
- Repetimos 3 veces cogiendo alícuotas de 10 mL.

	Volumen gastado
--	-----------------

Muestra 1	10.1 mL
Muestra 2	10.1 mL
Muestra 3	10.1 mL
Volumen medio gastado	10.1 mL

Cálculos:



$$\text{MHAcO} = 0.099\text{M}$$

Factor de dilución:10

$$0.099 \times 10 = 0.99 \text{ M}$$

$$\text{PM} = 60\text{gr}$$

$$\mathbf{n = 0.099 \text{ moles HAcO}}$$

$$\mathbf{m = 5.94 \text{ gr HAcO}}$$

Práctica 6: MEDIDA DE LA ACIDEZ DE UNA LECHE DE VACA.

Fundamento:

La leche de vaca presenta un pH comprendido entre 6.6 y 6.8, siendo la acidez total debida a una suma de tres reacciones fundamentales y a una cuarta de carácter eventual. Estas son:

- Acidez proveniente de la caseína.
- Acidez debida a las sustancias minerales y a la presencia de ácidos orgánicos.
- Reacciones secundarias debidas a los fosfatos presentes en la leche.
- Acidez desarrollada, debida al ácido láctico y a otros ácidos procedentes de la degradación microbiana de la lactosa en las leches en proceso de alteración.

Las tres primeras representan la acidez natural de la leche y la cuarta puede existir debido a condiciones higiénico- sanitarias no adecuadas.

La determinación de la acidez de la leche es una medida indirecta de su calidad sanitaria. Este análisis es aplicado de forma habitual a la leche cruda.

La acidez de la leche se determina volumétricamente usando para valorar un volumen determinado de leche, una solución de NaOH de concentración conocida y fenolftaleína como indicador. Ya que la acidez es la suma de dos componentes (natural y desarrollada) y el valor que interesa en la práctica es el último, se utiliza la valoración anterior como un criterio arbitrario para la determinación de la acidez total de la leche.

Los resultados se expresan en grados Dornic, °D, que expresan el contenido de ácido láctico. La leche fresca normal de vaca y la leche tratada térmicamente no debería superar los 19°D.

Procedimiento:

- Pipeteamos 20 mL de leche y los llevamos a un matraz erlenmeyer.
- Añadimos 3 gotas de fenolftaleína.

- Valoramos con NaOH hasta que vire a color rosado.
- Repetimos 3 veces tomando 20 mL de alícuota.

	Volumen gastado
Muestra 1	3.7 mL
Muestra 2	3.7 mL
Muestra 3	3.7 mL
Volumen medio gastado	3.7 mL

Cálculos:

A)

$$V_{\text{leche}} * M_{\text{leche}} = V_{\text{NaOH}} * M_{\text{NaOH}}$$

$$M_{\text{leche}} = 0.01813$$

B)

$$n_a * V_a = n_b * V_b$$

$$n_a * 1 = 0.098 * 3.7 * 10^{-3} \quad n_a = 3.62 * 10^{-4} \text{ moles ácido láctico}$$

$$m = 0.0326 \text{ gr ácido láctico}$$

$$20 \text{ mL alícuota} \text{ ---- } 0.0326 \text{ gr}$$

$$10 \text{ mL alícuota} \text{ ---- } X$$

$$X = 0.0163 \text{ gr} = 16.31 \text{ mg}$$

$$1 \text{ mg} \text{ ---- } 1^\circ\text{D}$$

$$16.31 \text{ mg} \text{ ---- } X$$

$$X = 16.31^\circ\text{D}$$

Práctica 7: DETERMINACIÓN DE AC. ACETILSALICÍLICO EN ANALGÉSICOS.

Fundamento:

El ácido acetilsalicílico es el agente activo de diversos analgésicos comerciales que, habitualmente, se presentan en forma de comprimidos con un contenido de 500 mg en el caso de los destinados a adultos y de 125 mg, en los de uso infantil

La determinación del ácido acetilsalicílico se basa en la hidrólisis del grupo éster en medio alcalino. Con el fin de conseguir que la reacción sea rápida y completa, se añade un exceso conocido de disolución patrón de base fuerte, en este caso NaOH, se hierve para acelerar la hidrólisis y, después de enfriar, se valora el exceso de base con una disolución patrón de ácido.

Procedimiento:

- Se pesa 1 analgésico en la balanza analítica.

PESO ANALGÉSICO: 0.610 gr

- Trituramos y homogenizamos el analgésico en un mortero de vidrio.
- Pesamos aproximadamente 0.2 gr de muestra.
- Introducimos la muestra pesada en un matraz erlenmeyer de 250 mL.
- Añadimos 40 mL de NaOH con una pipeta y agitamos.
- Colocamos un embudo en la boca del matraz erlenmeyer y lo llevamos a ebullición durante aproximadamente 15 minutos.
- Enfriamos la disolución y añadimos 2 gotas de fenolftaleína.
- Valoramos con la disolución patrón de ácido desde bureta (HCl 0.1M) hasta la desaparición total del color rosáceo.

	<i>Masa 1</i>	<i>Volumen gastado</i>
Muestra 1	<i>0.2008 gr</i>	<i>16.9 mL</i>
Muestra 2	<i>0.2020 gr</i>	<i>16.9 mL</i>
Muestra 3	<i>0.2080 gr</i>	<i>17 mL</i>
Volum. medio gastado	<i>16.93 mL</i>	

Cálculos:

PMaspirina = 180.16

nHCl = $1.84 \cdot 10^{-3}$ moles HCl gastados

moles HCl = moles NaOH en exceso

nNaOH = $3.92 \cdot 10^{-3}$ moles NaOH

ntotalesNaOH – nexcesoNaOH = $3.92 \cdot 10^{-3} - 1.84 \cdot 10^{-3} = 2.08 \cdot 10^{-3}$ moles NaOH que reaccionan

ESTEQUIOMETRÍA: 12

1 mol ác. acetilsalicílico ---- 2 moles NaOH

X ---- $2.08 \cdot 10^{-3}$ moles NaOH

X = $1.04 \cdot 10^{-3}$ moles ác. acetilsalicílico

m = 0.1873 gr aspirina

$0.1873 \cdot 1000 = 189.17$ gr aspirina

Práctica 8: DETERMINACIÓN DEL GRADO DE ACIDEZ DE UN ACEITE.

Fundamento:

La acidez de las grasas y de los aceites depende de la concentración de ácidos grasos libres y se determina por valoración con una disolución patrón de una base fuerte. Generalmente aumenta con el envejecimiento de la grasa.

Procedimiento:

- Diluimos el NaOH 0.01M, 10 mL de NaOH en 100 mL de agua destilada.
- Preparamos 100 mL de una mezcla de etanol 95-96% y éter etílico al 50%. Cogemos 50 mL de etanol y 50 mL de éter etílico.
- Añadimos 3 mL de fenolftaleína.
- Valoramos con el NaOH 0.01M hasta que vire a rosa.
- Después de valorar, añadimos 20 gr de aceite y 3 gotas de fenolftaleína.
- Volvemos a valorar con NaOH 0.01M hasta que vire a rosa claro.

	<i>Volumen 1</i>	<i>Masa aceite</i>	<i>Volumen 2</i>
Muestra 1	<i>3 mL</i>	<i>20.15 gr</i>	<i>2.8 mL</i>
Muestra 2	<i>2.9 mL</i>	<i>20.26 gr</i>	<i>2.6 mL</i>
Muestra 3	<i>2.9 mL</i>	<i>20.06 gr</i>	<i>2.9 mL</i>

Cálculos:

Grado Acidez =

MNaOH = 0.0098M

Grado Acidez (1) = = 0.038%

Grado Acidez (2) = = 0.035%

Grado Acidez (3) = = 0.039%

Grado Acidez = = 0.037%

VOLUMETRÍAS DE PRECIPITACIÓN.

Práctica 9: VALORACIÓN DE HALUROS POR EL MÉTODO DE MOHR.

Fundamento:

Por medio de una sal de plata se puede determinar la concentración de cloruro o bromuro de una disolución, usando cromato potásico como indicador del punto de equivalencia.

La valoración debe hacerse en medio neutro o débilmente alcalino (pH 7.5 a 10) ya que, en medio ácido, disminuye la solubilidad del indicador y, en medio excesivamente alcalino, precipita el hidróxido de plata antes que el cromato de plata.

Preparación de las disoluciones necesarias para la práctica:

- **Preparación de 250 ml una disolución de AgNO₃ 0.05M:**

- **Calculamos los gramos necesarios de AgNO₃:**

PM = 169.87

$$M = \frac{n}{V} \quad 0.05 = \frac{n}{0.25}$$

=>n = 0.0125 moles AgNO₃

$$n = \frac{m}{PM} \quad 0.0125 = \frac{m}{169.87}$$

m = 2.12 gr

2. Realizamos la pesada de nitrato de plata:

PESAMOS: 2.28 gr en vidrio de reloj

3. Introducimos el vidrio de reloj en la estufa durante 1 hora a 110°C y después de seco lo conservaremos en el desecador.

4. Después de seco, realizamos la pesada exacta del nitrato de plata en la balanza analítica.

PESAMOS: 2.1264 gr => que será la masa que utilizaremos.

5. Introducimos la masa anteriormente pesada en un matraz de 250 mL y enrasamos a 250 mL con agua destilada.

Procedimiento:

- Con NaCl:
- Diluimos la muestra de NaCl (10:100 mL) porque tiene mucho cloro.
- Miraríamos el pH de la disolución que debería estar entre 7.5–10 pero no hace falta porque nosotros la diluimos con agua destilada (4:10 mL).
- Pipeteamos 4 mL de muestra y la llevamos a un matraz erlenmeyer.
- Añadimos 10 gotas del indicador K₂CrO₄ al 5% que preparamos disolviendo 5 gr en 100 mL de agua. Tomará color rojo.
- Valoramos con nitrato de plata hasta que vire a color pardo– rojizo.
- Anotamos el volumen gastado de nitrato de plata.
- Repetimos 3 veces cogiendo alícuotas de 4 mL.

	Volumen gastado
Muestra 1	19.7 mL
Muestra 2	19.5 mL
Muestra 3	19.7 mL

NOTA: si cogemos 4 mL de la solución de nitrato de plata 0.05M, el número de moles es igual, solo varía la concentración.

Cálculos:

Muestra 1)

$$M = \frac{n}{V} \quad 0.05 = \frac{n}{19.7 * 10^{-3}}$$

=>n = 9.85*10⁻⁴ moles NaCl

9.85*10⁻⁴ moles ----- 0.004 L

X ----- 1 L

X = 0.2465 moles NaCl

$$n = \frac{m}{PM} \quad 0.2465 = \frac{m}{58.5}$$

m = 14.4 gr NaCl

Muestra 2)

$$M = \frac{n}{V} \quad 0.05 = \frac{n}{19.5 * 10^{-3}}$$

=>n = 9.75*10⁻⁴ moles NaCl

9.75*10⁻⁴ moles ----- 0.004 L

X ----- 1 L

X = 0.2437 moles NaCl

$$n = \frac{m}{PM} \quad 0.2437 = \frac{m}{58.5}$$

m = 14.26 gr NaCl

Muestra 3)

Igual que muestra 1= **14.4 gr**

Masa mediaNaCl ==14.35gr NaCl en 1L

• Con NaCl:

- Pipeteamos 3 mL de muestra y la llevamos a un matraz erlenmeyer. No hace falta que la diluyamos porque está muy concentrada.
- Añadimos 10 gotas del indicador K₂CrO₄ al 5% que preparamos disolviendo 5 gr en 100 mL de agua. Tomará color rojo.
- Valoramos con nitrato de plata hasta que vire a color pardo- rojizo.
- Anotamos el volumen gastado de nitrato de plata.
- Repetimos 3 veces cogiendo alícuotas de 4 mL.

	Volumen gastado
Muestra 1	32.8 mL
Muestra 2	31.9 mL
Muestra 3	32.5 mL

Cálculos:

Muestra 1)

=>n = 1.59*10⁻³ moles NaCl

1.59*10⁻³ moles ----- 0.003 L

X ---- 1 L

X = 0.53 moles NaCl en 1 L

m = 31.005 gr NaCl

Muestra 2)

=>n = 1.55*10⁻³ moles NaCl

1.55*10⁻³ moles ---- 0.003 L

X ---- 1 L

X = 0.51 moles NaCl

m = 30.22 gr NaCl

Muestra 3)

=>n = 1.62*10⁻³ moles NaCl

1.62*10⁻³ moles ---- 0.003 L

X ---- 1 L

X = 0.54 moles NaCl en 1 L

$$n = \frac{m}{PM} \quad 0.54 = \frac{m}{58.5}$$

m = 31.68 gr NaCl

$$\text{Masa media NaCl} = \frac{M1 + M2 + M3}{3} = \frac{31.005 + 30.22 + 31.68}{3}$$

=30.97gr NaCl en 1L

de agua de mar

VOLUMETRÍAS COMPLEXOMÉTRICAS.

Práctica 10: DETERMINACIÓN COMPLEXOMÉTRICA DE LA DUREZA DEL AGUA DEL GRIFO.

Fundamento:

La determinación de la dureza de un agua es un ensayo analítico útil que da una medida de la calidad del agua para fines domésticos e industriales. El ensayo es importante en la industria porque el agua dura, cuando se calienta, precipita con CaCO₃ poco soluble, que luego obstruye los calentadores y cañerías.

En esta práctica determinaremos la dureza total del agua del grifo y la contribución del calcio a la misma dureza cálcica. Llevaremos a cabo dos valoraciones de dos disoluciones idénticas. La primera a pH 10 con NET, con lo que determinaremos el contenido en calcio y en magnesio, es decir, la dureza total. En la otra

muestra se determina a pH 12, y con Calcón como indicador, el calcio.

En ocasiones se asume que la dureza total es sólo calcio y magnesio por lo que se habla de dureza magnésica que se determina por diferencia.

Preparación de las disoluciones necesarias para la práctica:

- **Preparación de 500 mL una disolución de AEDT 0.01M:**

- **Calculamos la masa necesaria de AEDT:**

$$PM = 372.24$$

$$\Rightarrow n = 0.005 \text{ moles AEDT}$$

$$m = 1.86 \text{ gr AEDT}$$

2. Realizamos la pesada de AEDT:

PESAMOS: 2 gr en vidrio de reloj

3. Introducimos el vidrio de reloj en la estufa durante 1 hora a 110°C y después de seco lo conservaremos en el desecador.

4. Después de seco, realizamos la pesada exacta del carbonato de sodio en la balanza analítica.

PESAMOS: 1.8619 gr $\Rightarrow$ que será la masa que utilizaremos.

5. Introducimos la masa anteriormente pesada en un matraz de 500 mL y enrasamos a 500 mL con agua destilada.

Procedimiento:

- Pipeteamos 3 mL de la muestra de agua del grifo.
- Añadimos 5 mL del tampón y unas gotas de NET.
- Valoramos con AEDT 0.01 M hasta cambio de rojo a azul.
- Anotamos el volumen gastado que será V1
- Repetimos 3 veces cogiendo alícuotas de 3 mL

	Volumen gastado
Muestra 1	15.2 mL
Muestra 2	14.3 mL
Muestra 3	14.7 mL
Volumen medio gastado	14.73 mL

Cálculos:

$$\text{moles dureza cálcica} = V * MAEDT = 14.73 \cdot 10^{-3} * 0.01 = \mathbf{1.47 \cdot 10^{-3}}$$

$$1.47 \cdot 10^{-4} \text{ moles} \text{ ---- } 0.003 \text{ L}$$

$$X \text{ ---- } 1 \text{ L}$$

$$X = 0.049 \text{ moles/L}$$

$$\text{moles dureza cálcica} = n * PM = 0.049 * 147 = 7.2 \text{ gr}$$

Práctica 11: AGUA CON ZINC.

- pH 10:

Procedimiento:

- Pipeteamos 3 mL de muestra.
- Añadimos 5 mL de disolución tampón $\text{NH}_3/\text{ClNH}_4$
- Miramos si la muestra tiene pH 10.
- Añadimos 2 gotas de NET.
- Valoramos con AEDT hasta viraje de rojo a azul.

	Volumen gastado
Muestra 1	14.8 mL
Muestra 2	15 mL
Muestra 3	14.6 mL
Volumen medio gastado	14.8 mL

- pH 5.5:

Procedimiento:

- Pipeteamos 3 mL de muestra.
- Añadimos 5 mL de disolución tampón (5 mL HCl + 27.3 acetato sódico + 3 H₂O hasta 1 L).
- Miramos si la muestra tiene pH 5.5.
- Añadimos 1 cucharadita de Xilenol.
- Valoramos con AEDT hasta viraje de fucsia a amarillo.

	Volumen gastado
Muestra 1	14.1 mL
Muestra 2	14.4 mL
Muestra 3	14.5 mL
Volumen medio gastado	14.33 mL

Cálculos:

$$\text{Moles Zn(NO}_3)_2 * 6\text{H}_2\text{O} =$$

- pH 10:

$$\text{Moles Zn(NO}_3)_2 * 6\text{H}_2\text{O} = 14.8 * 10^{-3} * 0.01 = \mathbf{1.48 * 10^{-4} \text{ moles}}$$

$$m \text{ (gr)} = n * PM = 1.48 * 10^{-4} * 297.47 = \mathbf{0.0440 \text{ gr}}$$

$$0.0440 \text{ gr} \text{ ---- } 0.003 \text{ L}$$

$$X \text{ ---- } 1 \text{ L}$$

$$X = 14.67 \text{ gr Zn(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$$

- pH 5.5:

$$\text{Moles Zn(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 14.33 \cdot 10^{-3} \cdot 0.01 = 1.43 \cdot 10^{-4} \text{ moles}$$

$$m \text{ (gr)} = n \cdot \text{PM} = 1.43 \cdot 10^{-4} \cdot 297.47 = 0.0426 \text{ gr}$$

$$0.0426 \text{ gr} \text{ ----- } 0.003 \text{ L}$$

$$X \text{ ----- } 1 \text{ L}$$

$$X = 14.21 \text{ gr Zn(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$$

VOLUMETRÍAS REDOX. PERMANGANIMETRÍAS

Práctica 12: NORMALIZACIÓN DE UNA DISOLUCIÓN DE PERMANGANATO POTÁSICO.

Fundamento:

El permanganato potásico tiene un enorme campo de aplicación como reactivo valorante debido a que es un oxidante fuerte y autoindicador. Normalmente se utiliza en medio ácido.

Debido a que el permanganato potásico no reúne todos los requisitos de un patrón primario, sus disoluciones se preparan en concentración aproximada y se normalizan frente a una sustancia tipo primario reductora, como el oxalato cálcico.

El punto final viene marcado por el primer exceso de permanganato potásico que teñirá de rosa la disolución.

Es importante que la valoración se complete en caliente, a más de 60°C, ya que la reacción tiene un período de inducción de varios segundos. El permanganato potásico debe dejarse caer directamente sobre la disolución que se valora, no dejándolo resbalar por las paredes del erlenmeyer.

Preparación de las disoluciones necesarias para la práctica:

- **Preparación de una disolución de Na₂C₂O₄ 0.02M:**

- **Calculamos los gramos necesarios de Na₂C₂O₄ :**

$$\text{PM} = 105.99$$

$$\text{Para } 15 \text{ mL: } \Rightarrow n = 3 \cdot 10^{-4} \text{ moles}$$

ESTEQUIOMETRIA: 25

$$2 \text{ moles MnO}_4 \text{ ----- } 5 \text{ moles Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$$

$$3 \cdot 10^{-4} \text{ moles MnO}_4 \text{ ----- } X$$

$$X = 7.5 \cdot 10^{-4} \text{ moles Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$$

$$m = 0.1005 \text{ gr para 1 vez}$$

Para 4 veces que vamos a realizar la prueba necesitamos:

$0.1005 \times 4 = 0.402$ gr que necesitamos para secar en la estufa.

2. Realizamos la pesada de Carbonato de Sodio:

PESAMOS: 0.52 gr en vidrio de reloj

3. Introducimos el vidrio de reloj en la estufa durante 1 hora a 110°C y después de seco lo conservaremos en el desecador.

4. Después de seco, realizamos la pesada exacta del carbonato de sodio en la balanza analítica.

PESAMOS: 0.4028 gr => que será la masa que utilizaremos.

5. Introducimos la masa anteriormente pesada en un matraz de 100 mL y enrasamos con agua destilada.

• **Preparación de 500 ml una disolución de KMnO_4 0.02M:**

• **Calculamos la masa necesaria de KMnO_4 :**

$n = 0.01$ moles de KMnO_4

$m = 1.5804$ gr de KMnO_4

Masa a coger de KMnO_4 : **1.58 gr**

2. Medimos los gramos calculados de KMnO_4 en la balanza analítica y en un vidrio de reloj.

3. Llevamos los 1.58gr a un matraz de 500 mL y se enrasa con agua destilada a 500 mL.

Procedimiento:

- Pipeteamos 22 mL de $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$.
- Añadimos 5 mL de H_2SO_4 1:1
- Se calienta hasta condensación, entre $80-90^{\circ}\text{C}$.
- Valoramos con KMnO_4 hasta que el color rosa claro permanente.

	Volumen gastado
Prueba	12.7
Muestra 1	12.9 mL
Muestra 2	12.8 mL
Muestra 3	12.8 mL
Volumen medio gastado	12.83 mL

Cálculos:

100 mL ---- 0.4028 gr

22 mL ---- X

$$X = 0.0886 \text{ gr Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$$

$$n = 6.61 \cdot 10^{-4} \text{ moles de Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$$

$$M_{\text{KMnO}_4} = \frac{2.64 \cdot 10^{-4}}{12.83 \cdot 10^{-3}} =$$

$$0.0206\text{M}$$

Práctica 13: DETERMINACIÓN DE HIERRO POR EL MÉTODO DE ZIMMERMANN-REINHARD.

Fundamento:

Debido al oxígeno atmosférico, las disoluciones de hierro siempre contienen a éste en su estado de oxidación +3. Para poder determinar volumétricamente hierro con KMnO_4 debe pasarse de forma cuantitativa el Fe (III) a Fe (II).

El método de Zimmermann- Reinhard consiste en añadir a la disolución ya reducida, cantidad suficiente del reactivo de Zimmermann- Reinhard. Este reactivo contiene ácido sulfúrico que nos proporciona la acidez necesaria, sulfato de manganeso que disminuye el potencial redox del $\text{MnO}_4^- / \text{Mn}^{+2}$ impidiendo la oxidación del cloruro a cloro, y ácido fosfórico, que forma con el Fe^{3+} un complejo incoloro.

Procedimiento:

- Pipeteamos 15 mL de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ y calentamos a 80°C .
- Añadimos 1 mL de SnCl_2 , agitando el erlenmeyer hasta que vire de amarillo rojizo a verdoso.
- Enfriamos el erlenmeyer al grifo hasta que esté a temperatura ambiente.
- Añadimos con probeta, de golpe y de una sola vez, 10 mL de disolución HgCl_2 . Si la muestra queda de color negro, no es válida para seguir la práctica.
- Obtenemos una disolución blanca de cloruro de mercurio (I).
- Si hay precipitado blanco, se esperan de 2 a 3 minutos y se añaden con la probeta 10 mL de la disolución de Zimmermann- Reinhard valorando con el permanganato hasta que vire a color rosa.
- Anotar el volumen gastado.
- Repetir 3 veces con alícuotas de 15 mL.

	Volumen gastado
Muestra 1	13.1 mL
Muestra 2	13.5 mL
Muestra 3	13.4 mL
Volumen medio gastado	13.33 mL

Cálculos:

$$\text{PM} (\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = 278.02$$

$$\text{MFe} = 2.74 \cdot 10^{-4} \cdot 5 = 1.37 \cdot 10^{-3} \text{ mol/L}$$

$$1.37 \cdot 10^{-3} \text{ moles} \text{ ---- } 0.015 \text{ L}$$

$$X \text{ ---- } 1 \text{ L}$$

X = 0.0915 moles Fe en 1 L

m = 25.45 gr FeSO₄ * 7H₂O en 1 L

Práctica 14: DETERMINACIÓN DE PERÓXIDO DE HIDRÓGENO.

Fundamento:

El peróxido de hidrógeno, conocido vulgarmente como agua oxigenada, puede actuar como oxidante y como reductor. Se trata, por tanto de un anfótero redox que se puede disputar de acuerdo con la reacción:

Si se valora frente a un oxidante como el permanganato, el peróxido de hidrógeno actuará como reductor. La valoración debe llevarse a cabo en medio de ácido sulfúrico diluido y en frío ya que en otras condiciones favorece la reacción de dismutación. El punto final está marcado por la aparición del típico color rosáceo del permanganato en ligero exceso.

Procedimiento:

- Pipetear 1 mL de muestra.
- Añadir 1 mL de ácido sulfúrico diluido (1:5).
- Valorar con KMnO₄ lentamente y con agitación constante hasta la aparición de un color rosáceo que no desaparezca al agitar.
- Anotar el volumen gastado.
- Repetir 3 veces con alícuotas de 1 mL.

	Volumen gastado
Muestra 1	15.9 mL
Muestra 2	16 mL
Muestra 3	16 mL
Volumen medio gastado	15.96 mL

Cálculos:

= 0.822M

nº de volúmenes = * 11.2 = **9.20 nº de volúmenes**

Práctica 15: VALORACIÓN DE DETERGENTE KALIA (H₂O₂).

Procedimiento:

- Diluimos 10 mL de Kalia en 100 mL de agua destilada.
- Pipeteamos 0.5 mL de la muestra diluida.
- Añadimos 2 mL de ácido sulfúrico diluido.
- Valoramos con permanganato potásico.
- Anotamos el volumen gastado.
- Repetimos 3 veces con alícuotas de 0.5 mL.

	Volumen gastado
Muestra 1	16.5 mL
Muestra 2	16.4 mL

Muestra 3	16.4 mL
Volumen medio gastado	16.43 mL

Cálculos:

$$= 1.69229M$$

$$\Rightarrow n = 0.1692 \text{ moles}$$

$$m = 5.7538 \text{ gr H}_2\text{O}_2$$

VOLUMETRÍAS REDOX II. MÉTODOS EN LOS QUE INTERVIENE EL YODO.

Práctica 16: NORMALIZACIÓN DE UNA DISOLUCIÓN DE TIOSULFATO.

Fundamento:

Se denominan *yodimetrías* a aquellas volumetrías en la que el reactivo valorante es una disolución de yodo que actúa como oxidante permitiendo valorar especies reducidas. El yodo es un agente oxidante débil que tendría poca utilidad, ya que es poco soluble en agua, si no fuese por su facilidad para formar complejos con yoduro.

Otra posibilidad son las *yodometrías*. En ellas se hace reaccionar un oxidante cuya concentración deseamos conocer, con un exceso de yoduro generándose una cantidad estequiométrica de triyoduro.

El reactivo valorante es el tiosulfato sódico ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) y, a partir de las estequiometrías de las reacciones volumétricas, podremos conocer la cantidad de ox inicial.

La disolución de tiosulfato solo puede usarse como reactivo valorante frente a yodo por lo que su utilidad está limitada a las *yodometrías*. Se preparan disoluciones de tiosulfato de concentración aproximada que se normalizan frente a yodo.

Preparación de las disoluciones necesarias para la práctica:

- Preparación de 500 ml una disolución de tiosulfato 0.1M:

- Calculamos la masa necesaria de tiosulfato:

$$n = 0.05 \text{ moles de tiosulfato}$$

$$m = 2.852 \text{ gr de tiosulfato}$$

Masa a coger de tiosulfato: 2.8500 gr

2. Medimos los gramos calculados de tiosulfato en la balanza analítica y en un vidrio de reloj.

3. Llevamos los 2.85 gr a un matraz de 500 mL y se enrasa con agua destilada a 500 mL.

Procedimiento:

- En un matraz pipetear:

– 20 mL KIO_3

– 20 mL KI

– 3 mL HCl concentrado.

- Valorar con el tiosulfato hasta que pase de marrón rojizo a color amarillo claro.
- Añadir 1 mL de indicador de almidón que ya se encontraba preparado.
- Continuar valorando hasta la decoloración completa.

	Volumen gastado
Muestra 1	11.6 mL
Muestra 2	11.6 mL
Muestra 3	11.6 mL
Volumen medio gastado	11.6 mL

Cálculos:

= **0.103M**

Práctica 17: DETERMINACIÓN YODOMÉTRICA DEL COBRE.

Fundamento:

El Cu (II) reacciona en medio débilmente ácido con los iones yoduro para dar triyoduro y yoduro de cobre (I) insoluble.

Es importante que el p de la disolución sea el adecuado ya que si es demasiado ácido se producen errores por oxidar el oxígeno del aire al yoduro, y si es demasiado alto la reacción no transcurre de forma cuantitativa.

Procedimiento:

- Pipetear en un erlenmeyer:

– 10 mL de cloruro amónico

– 15 mL de muestra

– 10 mL yoduro potásico

- Después de añadir las disoluciones anteriores, la muestra del erlenmeyer tendrá color marrón.
- Valorar con tiosulfato 0.1M.
- Cuando pierda el color añadimos 1 mL de almidón.
- Seguimos valorando hasta que vire a color blanco.
- Anotar el volumen gastado.
- Repetir 3 veces cogiendo los mismos mL que en el paso 1.

	Volumen gastado
Muestra 1	18.3 mL
Muestra 2	18.8 mL
Muestra 3	18.8 mL
Volumen medio gastado	18.63 mL

Cálculos:

$$= 0.128 \text{ mol/L}$$

Práctica 18: VALORACIÓN DE CLORO ACTIVO EN LEJÍA O EN POLVOS DE BLANQUEO.

Fundamento:

Los polvos de blanqueo y las lejías empleadas en la limpieza de la ropa son compuestos de cloro o hipoclorito que deben su acción al poder decolorante (oxidante) del cloro.

El hipoclorito desprende gas cloro, que debido a su elevado potencial redox, oxida el yoduro a yodo y este se valora con disolución patrón de tiosulfato de sodio.

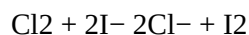
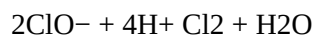
- Con lejía proporcionada por el profesor:

Procedimiento:

- Se introduce en un erlenmeyer:
 - 20 mL de muestra
 - 15 mL de KI de 28 gr/L
 - 10 mL de H₂SO₄
- Valoramos con tiosulfato hasta viraje a incoloro.
- Anotamos el volumen gastado.
- Repetimos 3 veces cogiendo los mismos mL que en el paso 1.

	Volumen gastado
Muestra 1	10.2 mL
Muestra 2	9.8 mL
Muestra 3	10.1 mL
Volumen medio gastado	10.03 mL

Cálculos:



ESTEQUIOMETRÍA: 11

$$\text{MHCIO} = 0.0516 \text{ mol/L}$$

$$\text{m} = 3.84 \text{ gr/L}$$

ESTEQUIOMETRÍA: 12

$$\text{MCl} = 0.026 \text{ mol/L}$$

$$m = 1.83 \text{ gr/L}$$

- Con lejía comercial:

Procedimiento:

- Pipeteamos 3 mL de muestra y le añadimos 40 mL de agua destilada.
- Añadimos a la muestra:
 - 15 mL de KI 28 gr/L
 - 10 mL de H₂SO₄
- Valoramos con tiosulfato hasta que vire a incoloro.
- Anotamos el volumen gastado.
- Repetimos 3 veces añadiendo los mismos mL que en el punto 1.

	Volumen gastado
Muestra 1	20 mL
Muestra 2	19.7 mL
Muestra 3	19.8 mL
Volumen medio gastado	19.83 mL

Cálculos:

ESTEQUIOMETRÍA: 11

$$\text{MHClO} = 0.68 \text{ mol/L}$$

$$m = 50.72 \text{ gr/L}$$

ESTEQUIOMETRÍA: 12

$$\text{MCl} = 0.34 \text{ mol/L}$$

$$m = 24.17 \text{ gr/L}$$

Práctica 19: DETERMINACIÓN DE ÁCIDO ASCÓRBICO.

Fundamento:

El ácido ascórbico, más conocido como vitamina C, se oxida a ácido dehidroascórbico por la acción del bromo, que se obtiene por reacción de una cantidad conocida de bromato de potasio con un exceso no conocido de bromuro de potasio. Por regla general se añade un exceso de oxidante. El bromo generado, equivalente al bromato de potasio inicial, debe ser suficiente para garantizar la oxidación cuantitativa del ácido ascórbico y para que el exceso consuma una cantidad adecuada de valorante. Sin embargo, dada la elevada volatilidad del bromo, en este punto se añade un exceso de yoduro de potasio, con lo que se obtiene la cantidad equivalente de yodo, que seguidamente se valora con tiosulfato.

Procedimiento:

- Pipeteamos 3 mL de muestra.

- Diluimos el tiosulfato 0.01M (1:10)

- Añadimos a la muestra:

- 20 mL de KIO₃

- 20 mL de KI

- 3 mL de HCl concentrado

- Añadimos almidón. Este paso es optativo.

- Valoramos hasta incoloro.

- Anotamos el volumen gastado.

- Repetimos 3 veces con alícuotas de 3 mL y añadiendo los mismos mL que en el punto 3.

	Volumen gastado
Muestra 1	21 mL
Muestra 2	21 mL
Muestra 3	19.5 mL
Volumen medio gastado	20.5 mL

Cálculos:

$n = 2 \cdot 10^{-4}$ moles

$n = 2.05 \cdot 10^{-4}$ moles

$= 1.025 \cdot 10^{-4}$ moles I₂ consumidos

$= 6 \cdot 10^{-4}$ moles en exceso

$4.97 \cdot 10^{-4}$ moles

moles

$m = 0.0875$ gr

0.0875 gr ----- $3 \cdot 10^{-3}$ L

X ----- 1 L

X = 29.18 gr30 gr pesados realmente

DETERMINACIONES GRAVIMÉTRICAS.

Práctica 20: DETERMINACIÓN GRAVIMÉTRICA DE SULFATOS.

Fundamento:

El método se basa en la precipitación de sulfato en forma de sulfato de bario, que es un compuesto muy insoluble. Se agrega disolución diluida de cloruro de bario a una disolución caliente de sulfato, acidificada con ácido clorhídrico.

El precipitado filtrado y lavado se calcina y pesa en forma de sulfato de bario, calculándose finalmente el porcentaje de SO_3 .

Procedimiento:

- Pesamos 2 gr de muestra .

PESAMOS: 2.0104 gr

- Disolvemos estos gramos en 50 mL de agua destilada.
- Añadimos 1 mL de HCl concentrado.
- Finalmente, completamos hasta 150 mL.
- Calentamos hasta ebullición.
- Añadimos el reactivo precipitante $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ desde la bureta.

♦ Cálculos del reactivo que vamos a gastar:

3.46 gr $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Como tiene que estar en exceso pesamos: 5 gr

Necesitamos 3.46 gr $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ para precipitar en exceso el

– Reactivo precipitante:

5 gr de $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ en 50 mL de agua destilada.

– Reactivo que vamos a gastar:

5 gr ----- 50 mL de agua

3.44 gr ----- X

X = 34.4 mL finalmente: 35.4 mL

- Ahora realizamos la digestión del precipitado manteniendo el precipitado durante 2 horas aproximadamente en baño maría a 80°C y dejamos en reposo hasta el día siguiente.
- Preparamos el material para la filtración:

– Vaso de precipitados

– Embudo de gravimetría

– Filtro cuantitativo (sin ceniza)

– Varilla de vidrio

- Vamos vertiendo la muestra poco a poco en el embudo. Cuando ya solo quede el precipitado nos ayudaremos para sustraerlo con agua y con una goma en la varilla de vidrio.
- Vamos añadiendo nitrato de plata al líquido resultante de la filtración hasta que quede incoloro. En este punto la filtración estará lista. (Se realizarán los lavados necesarios).
- Retiramos el papel de filtro, lo doblamos y lo metemos en un crisol perfectamente seco y de peso conocido

y pasamos todo a la mufla a 1100°C donde lo dejaremos 30 minutos.

PESO CRISOL VACÍO: 29.4517 gr

PESO CRISOL CON MUESTRA: 31.1083 gr

PESO MUESTRA SECA: 1.6566 gr prácticos

Cálculos:

n = 0.0154 moles BaCl₂ * 2H₂O

ESTEQUIOMETRÍA: 11

1 mol de BaCl₂ * 2H₂O ----- 1 mol de BaSO₄

0.0154 moles BaCl₂ * 2H₂O ----- X

X = 0.0154 moles BaCl₂ * 2H₂O

m = 3.59 gr BaSO₄ teóricos

46.08%

Práctica 21: DETERMINACIÓN GRAVIMÉTRICA DEL CaCO₃ DE UNA CALIZA.

Fundamento:

El CaCO₃ es atacado por el HCl según:

El Ca (II) se precipita como oxalato según:

El oxalato puede calcinarse entre 450–525°C transformándose en CaCO₃ que no es higroscópico:

O bien a 1100°C transformándose en CaO que si que es higroscópico:

Procedimiento:

- Pesamos 2.0665 gr de muestra.
- Disolvemos en una disolución de HCl diluido (50 mL agua– 50 mL HCl).
- Cuando se disuelva, añadimos unos 50 mL de agua.
- Tapamos el vaso de precipitados con un vidrio de reloj y calentamos 5 minutos.
- Filtramos con un papel de filtro de pliegue.
- Diluimos con agua destilada hasta 150 mL.
- Añadimos 3 gotas de rojo de metilo y tomará un color rojizo.
- Calentamos hasta ebullición.
- Añadimos 5 mL de hidróxido de amonio hasta que cambie a color amarillo.
- Valoramos con oxalato de amonio, gota a gota, hasta que precipite totalmente.

♦ Preparación oxalato de amonio al 4%:

Pesamos la caliza: (PM = 100) = 2.0665 gr

$$n = 2.0665 \cdot 10^{-2} \text{ moles}$$

ESTEQUIOMETRÍA: 11

1 mol oxalato ----- 1 mol caliza

X ----- $2.0665 \cdot 10^{-2}$ moles caliza

$$X = 2.0665 \cdot 10^{-2} \text{ moles}$$

$$m = 2.936 \text{ gr PESAMOS: 3 gr}$$

♦ Reactivo que tenemos que gastar:

3gr ----- 50 mL

2.936 gr ----- X

$$X = 48.9 \text{ mL}$$

- Dejamos reposar.
- Filtramos y lavamos con oxalato de amonio al 2%.
- Recogemos el precipitado con el papel de filtro y lo metemos en un crisol.
- Introducimos en el horno donde se calentará durante 1 hora a 500°C.
- Enfriamos en un desecador y pesamos.

PESO CRISOL VACÍO: 29.4563 gr

PESO CRISOL CON MUESTRA: 31.3717 gr

PESO MUESTRA SECA: 1.9154 gr prácticos

Cálculos:

ESTEQUIOMETRÍA: 1 1

$$m = 1.9154 \text{ gr prácticos}$$

$$m = 2.0665 \text{ gr teóricos}$$

$$92.68\%$$

Solo realizamos estos cálculos porque la muestra era sólo carbonato cálcico.

Práctica 22: DETERMINACIÓN GRAVIMÉTRICA DE HIERRO COMO ÓXIDO FÉRRICO.

Fundamento:

Se trata de precipitar el hierro en forma de óxido hidratado. Como reactivo precipitante se usará el NH_3 diluido 1:1. Como medio de filtración usaremos papel gravimétrico procurando efectuar una separación previa por decantación. Como líquido de lavado se emplea una disolución de NH_4NO_3 y la calcinación se hará a temperaturas comprendidas entre 800–1000°C.

Procedimiento:

- Se toman 50 mL de muestra (Fe) que se encuentra líquida.
- Añadimos 1 mL de HNO₃.
- Calentamos hasta ebullición.
- Añadimos 50 mL de agua caliente.
- Añadimos NH₃ lentamente y agitando desde la bureta hasta que el precipitado coagule y el líquido huela ligeramente a amoníaco.
- Hervimos la disolución durante 1 minuto y se deja reposar.
- Comprobamos la precipitación completa (líquido sobrenadante incoloro).
- Cuando el precipitado se deposite en el fondo, el líquido sobrenadante se filtra a través de papel gravimétrico (previamente colocado en el embudo) dejando la mayor parte del precipitado en el vaso.
- El precipitado del vaso se lava con nitrato de amonio que preparamos disolviendo 8 gr en 200 mL de agua.
- Vamos comprobando con nitrato de plata si el lavado es efectivo ya que no debe aparecer precipitado blanco. Si resulta transparente ya está listo.

PESO CRISOL VACÍO: 29.4553 gr

PESO CRISOL CON MUESTRA: 29.8085 gr

PESO MUESTRA SECA: 0.3532 gr prácticos

Cálculos:

0.247 gr/L

n = 0.0044 moles

ESTEQUIOMETRÍA: 1 1

= 0.0044 moles

m = 1.196 gr FeCl₃ * 6 H₂O

1.196 gr ---- 50 mL

X ---- 1000 mL

X = 23.92 gr/L

Práctica 23: DETERMINACIÓN GRAVIMÉTRICA DEL NÍQUEL.

Fundamento:

El níquel forma un complejo de color escarlata con la dimetilglioxima. Este complejo es soluble en ácidos minerales diluidos en disoluciones que contengan más de un 50% de etanol (en volumen) y en agua caliente pero es insoluble en amoníaco diluido y disoluciones diluidas de ácido acético– acetato de sodio.

La presencia de grandes concentraciones de amoníaco o de cationes que, como el cobalto, el cinc o el cobre, forman compuestos solubles con la dimetilglioxima retarda la precipitación del complejo de níquel aunque esta dificultad puede solventarse mediante la adición de mayor cantidad de reactivo. No es conveniente la adición de un gran exceso de reactivo ya que la dimetilglioxima es poco soluble en agua y podría precipitar.

Por otra parte, una elevada concentración de etanol aumentaría la solubilidad del dimetilglioximato de níquel.

Procedimiento:

- Pesamos una cantidad de la sal que contenga entre 0.03–0.04 gr de níquel.

$$n = 5.11 \cdot 10^{-4} \text{ moles}$$

ESTEQUIOMETRÍA: 11

$$n = 5.11 \cdot 10^{-4} \text{ moles nitrato hexahidratado}$$

$$m = 0.1486 \text{ gr nitrato hexahidratado}$$

$$\text{PESAMOS} = 0.1523 \text{ gr}$$

- Disolvemos en un vaso de precipitados.
- Añadimos 5 mL de HCl y completamos con agua hasta 100 mL.
- Calentamos hasta 60–80°C.
- Preparamos dimetilglioxima: pesamos 0.20 gr y añadimos 20 mL de alcohol etílico.
- Añadimos 20 mL de dimetilglioxima a la muestra.
- Añadimos 7 mL de amoníaco diluido para neutralizar la muestra y tomará un color rojizo.
- Agitamos para homogeneizar e introducimos en el baño de agua caliente durante 30 minutos.
- Dejamos enfriar a temperatura ambiente.
- Filtramos a través de un crisol de placa filtrante previamente pesado.
- Antes de filtrar añadimos unas gotas de dimetilglioxima a las primeras gotas de filtrado y comprobamos que no precipita el complejo de níquel.
- Se lava el precipitado con agua fría hasta que las aguas del lavado no den reacción de cloruros (color blanco).
- Se seca a 100–200°C hasta peso constante.

$$\text{PESO VIDRIO DE RELOJ: } 21.0295 \text{ gr}$$

$$\text{PESO PAPEL DE FILTRO: } 0.2240 \text{ gr}$$

$$\text{PESO VIDRIO DE RELOJ} + \text{PAPEL FILTRO} + \text{MUESTRA: } 21.3918 \text{ gr}$$

$$\text{PESO MUESTRA SECA: } 0.1383 \text{ gr}$$

Cálculos:

$$90.80\%$$

FILTRACIÓN, RECRISTALIZACIÓN, EXTRACCIÓN, DESTILACIÓN Y REFLUJO.

Práctica 24: SEPARACIÓN DE ÁCIDO SALICÍLICO Y NAFTALENO.

Fundamento:

La práctica consiste en aislar el ácido salicílico y el naftaleno de una mezcla de ambos al 50%. El procedimiento consiste en una extracción en medio básico de una disolución que contiene la mezcla, seguida del aislamiento y purificación de cada compuesto a partir de las disoluciones obtenidas.

La práctica se basa en el hecho de que los ácidos orgánicos son solubles en medio básico acuoso en forma de sus correspondientes sales. Por lo tanto, cuando una disolución que contiene ácido salicílico y naftaleno en un disolvente orgánico es extraída con NaOH acuoso, el ácido salicílico pasará a la fase acuosa y el naftaleno permanecerá en la fase orgánica. Las dos fases son inmiscibles y podrán ser fácilmente separadas. Posteriormente, el ácido salicílico sólido es aislado de la fase acuosa, aprovechando el hecho de que es poco soluble en medio acuoso neutro o ácido. Para ello se precipita de la disolución básica por neutralización con HCl. Finalmente, se purificará por recristalización en etanol acuoso.

El naftaleno es aislado de la fase orgánica por eliminación del disolvente. Este tiene un bajo punto de ebullición y es eliminado fácilmente por destilación.

Procedimiento:

- En un vaso colocar 1 gr de ácido salicílico y 1 gr de naftaleno.
- Añadir 50 mL de CH_2Cl_2 .
- Agitar hasta conseguir una disolución transparente.
- Pasar la disolución al embudo de decantación donde es extraída con 25 mL de NaOH 2M.
- La fase acuosa se guarda y la orgánica es extraída en el embudo de decantación con otros 25 mL de NaOH 2M.
- Se juntan las dos fases acuosas en un erlenmeyer y se añade HCl 12M hasta pH neutro o ligeramente ácido.
- El ácido salicílico precipita en forma de sólido blanco que se separa por filtración a presión reducida manteniéndola hasta su secado.
- La fase orgánica (que contiene naftaleno) se pasa a un matraz redondo y se elimina en el rotavapor.
- El matraz se calienta en un baño de agua. El CH_2Cl_2 hierve a 40°C y es recogido por condensación en el extremo del montaje de destilación.
- Cuando se ha eliminado todo el disolvente, el residuo que queda en el matraz de destilación es naftaleno puro.
- Para analizar la adecuada realización del proceso de separación, se analiza la pureza de ambos productos separados mediante su punto de fusión.

Rotavapor

Resultados:

PESO VIDRIO DE RELOJ VACÍO: 25.8239 gr

PESO FILTRO: 0.2308 gr

PESO VIDRIO + FILTRO + MUESTRA: 26.6327 gr

PESO MATRAZ VACÍO: 51.8997 gr

PESO MATRAZ + MUESTRA: 53.5902 gr

PESO MUESTRA FILTRADO: 0.578 gr **ácido salicílico**

PESO MUESTRA MATRAZ: 1.6905 gr **naftaleno**

Práctica 25: EXTRACCIÓN DE LA CAFEÍNA DEL CAFÉ.

Fundamento:

La cafeína se encuentra en el café sin tostar, se encuentra acompañada de taninos, glucosa, lípidos, proteínas y celulosa lo que ocasiona un problema a la hora de su aislamiento. Durante el proceso de tostado, las semillas se hinchan y cambia de color, tomando un aspecto marrón oscuro. También en este proceso el café adquiere su olor y sabor característicos. El aroma es debido a un aceite volátil llamado cafeol que contiene furfural con trazas de varios centenares de otros compuestos como el ácido clorogénico.

La separación de la cafeína se basa en su distinta solubilidad respecto a otros componentes del café. Los polímeros son insolubles en agua al igual que los triglicéridos. En cambio, la cafeína, los taninos y la glucosa son muy solubles en agua. El primer paso será la filtración del extracto caliente del café. Los taninos y el ácido clorogénico se eliminan formando sus sales de plomo, insolubles en agua y separables por filtración. La glucosa se separa de la cafeína extrayendo ésta en cloroformo, disolvente en el que la glucosa no es soluble.

Procedimiento:

- Pesar 35 gr de café molido en un matraz esférico y añadir 125 mL de agua destilada.
- Calentar la mezcla a reflujo durante 45 minutos en una placa calefactora.
- Montar aparato de filtración al vacío con placa filtrante conteniendo Celite.
- Una vez sedimentado pero todavía caliente, se filtra a vacío sobre la Celite.
- Pasar el filtrado a un vaso de precipitados de 250 mL y añadir 20–25 mL de acetato de plomo al 10% en agua.
- Calentar hasta casi ebullición en un baño de agua y agitar durante 10 minutos.
- Filtrar al vacío en caliente con una placa filtrante.
- Dejar enfriar el filtrado y llevarlo al embudo de decantación.
- Se extrae con 25 mL de cloroformo sin agitar muy fuerte.
- Agitar invirtiendo suavemente el embudo.
- Se separa la fase orgánica que es la que guardamos.
- Añadir 25 mL de cloroformo a la fase acuosa y se agita de nuevo, separándose la fase orgánica que se junta con la anterior.
- Se lava en un embudo de decantación limpio con 10 mL de hidróxido de sodio al 5–10% en agua y con agua destilada.
- Pasar la solución de cloroformo a un erlenmeyer seco.
- Secar con sulfato de sodio anhidro.
- Agitar y filtrar.
- Pasar el cloroformo a un matraz previamente tarado y destilar en el rotavapor. El residuo que queda es la cafeína
- Pesar el matraz para hallar el rendimiento.

Resultados:

PESO MATRAZ VACÍO: 51.8940 gr

PESO MATRAZ + MUESTRA: 51.9768 gr

PESO MUESTRA MATRAZ: 0.0828 gr

Práctica 26: EXTRACCIÓN DE LA CAFEÍNA DEL REDBULL.

Fundamento:

La cafeína también se encuentra en bebidas refrescantes como el RedBull de la que también es posible llevar a cabo su extracción puesto que el resto de componentes son solubles en agua. La cafeína en estos refrescos se encuentra en una proporción de unos 0.1 mg/mL, unas seis veces menor que en el café.

Procedimiento:

- Vertemos 200 mL de RedBull en un vaso de 250 mL.
- Agitamos la muestra con una varilla para eliminar la mayor cantidad de CO₂.
- Vertemos en un embudo de decantación.
- Añadimos aproximadamente 15 mL de diclorometano.
- Agitamos suavemente y abrimos la válvula para eliminar el gas.
- Esperamos a que se separe la fase acuosa de la fase orgánica. Una vez separada, abrimos la llave y la vertemos en un vaso.
- Repetimos el paso 6 dos veces más echando cada vez 15 mL de diclorometano.
- Juntamos las fases orgánicas resultantes de las 3 pruebas.
- Si tiene agua, añadimos un poco de sulfato de sodio anhidro para secar el agua que pudiera quedar en la muestra.
- Filtramos con un filtro de pliegue y lo resultante es lo que se va a destilar.
- Taramos el balón del destilador antes de añadir la muestra.
- Añadimos la muestra al balón y lo colocamos en el rotavapor.
- Cuando aparezca un residuo blanco pegado a las paredes del balón, apagamos el rotavapor. El residuo es cafeína pura.
- Metemos el balón en la estufa a secar 24 horas y después lo pesamos.

Resultados:

PESO MATRAZ VACÍO: 73.9631 gr

PESO MATRAZ + MUESTRA: 73.9762 gr

PESO MUESTRA MATRAZ: 0.0131 gr

Calculamos el factor de desplazamiento:

Disolvemos con 1 mL de hexano + 1 mL de acetato de etilo

B

P = puro

A M = muestra

A = 2.5 cm

B = 4.8 cm

P M

$$RF = \frac{A}{B} = \frac{2.5}{4.8} =$$

0.52 cm

Práctica 27: AISLAMIENTO DEL ACEITE DE CANELA.

Fundamento:

El componente principal del aceite de la canela es el cinamaldehído, el cual tiene un punto de ebullición de 252°C.

Procedimiento:

- Preparar un aparato de destilación por arrastre de vapor con un matraz de tres bocas de 500 mL.
- Introducir en el matraz 15 gr de canela molida y 100 mL de agua caliente.
- Hacer pasar el vapor a través del matraz a velocidad lenta pero continua.
- Destilar hasta que se hayan recogido aproximadamente 100 mL.
- Trasvasar el líquido destilado a un embudo de decantación y extraer con 2 porciones de 10 mL de diclorometano.
- Juntar las fases orgánicas y secar con sulfato de sodio anhidro.
- Filtrar en un embudo con papel de filtro.
- Pasar lo filtrado a un matraz previamente tarado y evaporar el disolvente en el rotavapor. El residuo que queda es el aceite de canela.
- Pesar el matraz para calcular el rendimiento a partir de la cantidad inicial de canela.

Resultados:

PESO MATRAZ VACÍO: 70.4519 gr

PESO MATRAZ + MUESTRA: 70.5020 gr

PESO MUESTRA MATRAZ: 0.0501 gr

0.334%

Práctica 28: EXTRACTO SOXHLET: ALQUITRÁN DEL TABACO.

Fundamento:

Las grasas son extremadamente insolubles en agua pero se solubilizan fácilmente en algunos disolventes orgánicos como el éter etílico, éter de petróleo o el sulfuro de carbono. Basándose en esta propiedad se han puesto a punto métodos para la determinación de la cantidad de la misma presente en diversos productos. Se aísla la grasa por extracción con un disolvente volátil, se evapora dicho disolvente y se determina el residuo por pesada. El aparato más utilizado para llevar a cabo la determinación es el extractor Soxhlet que consta de un matraz en el que se hace hervir el disolvente y en el que se recoge posteriormente junto con la grasa, una cámara donde se coloca la muestra y se realiza la extracción, con un mecanismo tipo sifón que hace que se vacíe cuando el líquido alcanza un nivel determinado y un refrigerante donde se condensa el disolvente que ha de caer sobre la muestra.

Procedimiento:

- Cogemos 5 pitillos y los deshacemos sobre un papel. Después liamos el contenido en el papel.
- Introducimos 350 mL de hexano en un balón.
- Montamos:

- Destilamos sobre 1 hora y 15 minutos.
- Apagamos la manta calefactora, cerramos el agua y dejamos enfriar el balón fuera de la manta.
- Llevamos el balón con hexanol y alquitrán al rotavapor.
- Cuando llegue a 50 mL aproximadamente lo pasamos a un balón más pequeño de 100 mL.
- Acabamos el ciclo del rotavapor y llevamos el balón a la estufa a secar.

Resultados:

PESO MATRAZ VACÍO: 72.8164 gr

PESO MATRAZ + MUESTRA: 72.9481 gr

PESO MUESTRA MATRAZ: 0.1317 gr

Práctica 29: SÍNTESIS ORGÁNICA DEL ANARANJADO DE METILO.

Fundamento:

El objetivo del anaranjado de metilo es ilustrar en el laboratorio las reacciones de copulación de las sales de diazonio, obtener colorantes azoicos del ácido sulfanílico y aplicar las propiedades químicas de los compuestos obtenidos para la tinción de diferentes fibras.

Procedimiento:

- En un vaso de 125 mL echamos:
 - 1 gr de ácido sulfanílico.
 - 0.6 mL de N, N- dimetilanilina.
 - 0.5 mL de HCl concentrado.
- Agitamos y añadimos 5 mL de agua y enfiamos la mezcla en un baño con hielo hasta temperatura de 5°C.
- A esta temperatura añadimos con AGITACIÓN 0.3 gr de nitrito de sodio.
- Retiramos el vaso del hielo y seguimos agitando hasta que llegue a temperatura ambiente y tome un color rojo oscuro.
- Añadimos gota a gota y agitando una solución de sosa al 10% hasta obtener un pH = 10.
- Calentamos la mezcla con agitación constante.
- Retiramos el recipiente en el momento que se inicia la ebullición.
- Enfiamos en el hielo e inducimos a la cristalización.
- Filtramos al vacío y lavamos con agua helada.
- Secamos el producto en el desecador o estufa.
- Pesamos en la balanza.
- Calculamos el rendimiento.

Resultados:

PESO VIDRIO DE RELOJ VACÍO: 25.8239 gr

PESO FILTRO: 0.2308 gr

PESO VIDRIO DE RELOJ + MUESTRA: 26.3725 gr

PESO MUESTRA: 0.3178 gr

105.9%

VALORACIONES POTENCIOMÉTRICAS ÁCIDO- BASE.

Preparación de las disoluciones necesarias para la práctica:

- Preparación de 500 ml una disolución de NaOH 0.1M:

- Calculamos el volumen necesario de NaOH:

$$M = \frac{n}{V} \quad 0.1 = \frac{n}{0.5}$$

n = 0.05 moles de NaOH

$$n = \frac{m}{PM} \quad 0.05 = \frac{m}{40}$$

m = 2 gr de NaOH

Masa a coger de NaOH: 2 gr

PESAMOS: 2.0090 gr

2. Medimos los gramos calculados de NaOH en la balanza analítica y en un vidrio de reloj.

3. Llevamos los gramos pesados a un matraz de 500 mL y se enrasa con agua destilada a 500 mL.

- Preparación de una disolución de ftalato ácido de potasio:

- Calculamos los gramos necesarios de ftalato ácido de potasio :

PM (puro) = 204.23

Queremos gastar 15 mL de NaOH 0.1M:

$$M = \frac{n}{V} \quad 0.1 = \frac{n}{15 * 10^{-3}}$$

n = $1.5 * 10^{-3}$ moles

ESTEQUIOMETRÍA: 11

HA- + OH-

A2- + H2O

$$n = \frac{m}{PM} \quad 1.5 * 10^{-3} = \frac{m}{204.23}$$

m = 0.30 gr para 1 vez

Para 4 veces que vamos a realizar la prueba necesitamos:

$0.30 \times 4 = 1.23$ gr que necesitamos para secar en la estufa

2. Realizamos la pesada de ftalato ácido de potasio:

PESAMOS: 2.60 gr en vidrio de reloj

3. Introducimos el vidrio de reloj en la estufa durante 1 hora a 110°C y después de seco lo conservaremos en el desecador.

4. Después de seco, realizamos la pesada exacta del carbonato de sodio en la balanza analítica.

PESAMOS: 1.2308 gr $\Rightarrow$ que será la masa que utilizaremos para la valoración clásica.

PESAMOS: 1.2301 gr $\Rightarrow$ que será la masa que utilizaremos para la valoración potenciométrica.

5. Introducimos las masas anteriormente pesadas en dos matraces y enrasamos en 100ml de agua destilada respectivamente.

• Preparación de 250 ml una disolución de HCl 0.1M:

• Calculamos el volumen necesario de HCl comercial:

$$d = 1.19 \text{ gr/ml} = 1190 \text{ gr/l}$$

Pureza 37%

$$1190 \text{ gr/l} \text{ ----- } 100\% \quad 1 \text{ mol} \text{ ----- } 36.5 \text{ gr}$$

$$x \text{ ----- } 37\% \quad x \text{ ----- } 440.3 \text{ gr}$$

$$x = 440.3 \text{ gr} \quad x = 12.06 \text{ moles}$$

$$n = 0.0025 \text{ moles HCl}$$

$$V = 0.002 \text{ l} = 2\text{mL}$$

Volumen a coger de HCl: 2ml

• Medimos los ml calculados de HCl con una pipeta.

• Llevamos los 2ml a un matraz de 250ml y se enrasa con agua destilada a 250ml.

• Preparación de una disolución de Carbonato de Sodio (Na_2CO_3) 0.1M :

• Calculamos los gramos necesarios de Na_2CO_3 :

$$PM = 105.99$$

$$V = 15\text{ml}$$

$$\Rightarrow n = 1.5 \times 10^{-4} \text{ moles}$$

$$\text{Necesitamos: } 1.5 \times 10^{-3} / 2 = 7.5 \times 10^{-4} \text{ moles}$$

m = 0.079 gr para 1 vez

Para 4 veces que vamos a realizar la prueba necesitamos:

0.0079*4= 0.3197 gr que necesitamos para secar en la estufa.

2. Realizamos la pesada de Carbonato de Sodio:

PESAMOS: 2 gr en vidrio de reloj

3. Introducimos el vidrio de reloj en la estufa durante 1 hora a 110°C y después de seco lo conservaremos en el desecador.

4. Después de seco, realizamos la pesada exacta del carbonato de sodio en la balanza analítica.

PESAMOS: 0.801 gr => que será la masa que utilizaremos para la valoración clásica => 250 mL

PESAMOS: 0.3179 gr => que será la masa que utilizaremos para la valoración potenciométrica => 100 mL

5. Introducimos las masas anteriormente pesadas en dos vasos de precipitados y disolvemos en 250 mL de agua destilada en uno y en 100 mL de agua en otro.

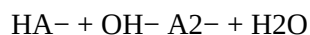
- Con NaOH y KHA:

Procedimiento:

- VALORACIÓN CLÁSICA NaOH:
- Introducimos 22 mL de KHA en un matraz.
- Añadimos 2 gotas de fenolftaleína y queda de incoloro.
- Valoramos con NaOH desde bureta hasta viraje a fucsia.

	Volumen gastado
Muestra 1	13.6 mL
Muestra 2	13.7 mL
Muestra 3	13.9 mL
Volumen medio gastado	13.73 mL

Cálculos:



100 mL----- 1.23 gr

22 mL----- X

X = 0.27 gr de KHA

n = 0.00133 moles de KHA

MNaOH = 0.096

• VALORACIÓN POTENCIOMÉTRICA NaOH:

Procedimiento:

- Cogemos alícuotas de 15 mL de KHA y enrasamos con agua destilada en el vaso de precipitados hasta tapar los electrodos.
- Introducimos una mosca en el vaso de la mezcla.
- Calibramos el aparato según las instrucciones antes de medir la muestra. Éste debe estar 15 minutos encendido antes de la medición.
- Introducimos el pH- metro en el vaso y para medir presionamos ENTER.
- Valoramos con NaOH.

Debemos hacer una prueba para saber en que punto da el salto de pH. Hasta 1 mL antes del punto se baja el NaOH de 1 mL en 1 mL y después de 0.2 mL en 0.2 mL hasta 1 mL después del salto.

PRUEBA		VEZ 2ª		VEZ 3ª	
Volumen (mL)	pH	Volumen (mL)	pH	Volumen (mL)	pH
0		0	3,96	0	4,03
1	4.41	1	4,3	1	4,35
2	4.66	2	4,59	2	4,64
3	4.90	3	4,79	3	4,86
4	5.07	4	4,99	4	5
5	5.25	5	5,15	5	5,19
6	5.46	6	5,35	6	5,38
7	5.69	7	5,56	7	5,61
8	6.12	8	5,86	8	5,94
9	9.45 Salto	8,2	5,96	8,2	6,01
10	11	8,4	6,02	8,4	6,17
10.2	11.01	8,6	6,13	8,6	6,31
10.4	11.05	8,8	6,29	8,8	6,51
10.6	11.16	9	6,61	9	7,1
10.8	11.20	9,2	7,19	9,2	9,01
11	11.24	9,4	9,58	9,4	10,09
11.2	11.28	9,6	10,05	9,6	10,36
11.4	11.29	9,8	10,39	9,8	10,51
11.6	11.30	10	10,46	10	10,59
11.8	11.31	10,2	10,58	10,2	10,69
12	11.34	10,4	10,6	10,4	10,79
12.2	11.35	10,6	10,72	10,6	10,83
12.4	11.38	10,8	10,77	10,8	10,9
12.6	11.41	11	10,83	11	10,94
12.8	11.43	12	11,06	12	11,14
13	11.53	13	11,2	13	11,28
14	11.62	14	11,31	14	11,38
15	11.69	15	11,39	15	11,47
16	11.70	16	11,46	16	11,54

Tabla derivada NaOH 2ª VEZ

vol.medio	dpH/dV	Vol.2 medio	dpH2/dV2
0,5	0,34	1,5	-0,05
2	0,29	3,75	-0,09
3,5	0,2	6	0
5	0,2	8,25	-0,04
6,5	0,16	10,5	0,04
8	0,2	12,75	0,01
9,5	0,21	15	0,09
11	0,3	17,05	-0,23
12,1	0,07	18,3	0,02
12,4	0,09	18,75	0,02
12,7	0,11	19,2	0,05
13	0,16	19,65	0,16
13,3	0,32	20,1	0,26
13,6	0,58	20,55	1,81
13,9	2,39	21	-1,92
14,2	0,47	21,45	-0,13
14,5	0,34	21,9	-0,27
14,8	0,07	22,35	0,05
15,1	0,12	22,8	-0,1
15,4	0,02	23,25	0,1
15,7	0,12	23,7	-0,07
16	0,05	24,15	0,01
16,3	0,06	24,8	0,17
17	0,23	26,25	-0,09
18,5	0,14	28,5	-0,03
20	0,11	30,75	-0,03
21,5	0,08	33	-0,01
23	0,07		

Tabla derivada NaOH 3ª VEZ

vol.medio	dpH/dV	vol.2 medio	dpH2/dV2
0,5	0,32	1,5	-0,03
2	0,29	3,75	-0,07
3,5	0,22	6	-0,08
5	0,14	8,25	0,05
6,5	0,19	10,5	-8,8818E-16
8	0,19	12,75	0,04
9,5	0,23	15	0,1
11	0,33	17,05	-0,26
12,1	0,07	18,3	0,09

12,4	0,16	18,75	-0,02
12,7	0,14	19,2	0,06
13	0,2	19,65	0,39
13,3	0,59	20,1	1,32
13,6	1,91	20,55	-0,83
13,9	1,08	21	-0,81
14,2	0,27	21,45	-0,12
14,5	0,15	21,9	-0,07
14,8	0,08	22,35	0,02
15,1	0,1	22,8	0
15,4	0,1	23,25	-0,06
15,7	0,04	23,7	0,03
16	0,07	24,15	-0,03
16,3	0,04	24,8	0,16
17	0,2	26,25	-0,06
18,5	0,14	28,5	-0,04
20	0,1	30,75	-0,01
21,5	0,09	33	-0,02
23	0,07		

Cálculos:

Volumen medio = = 9.1 mL

MNaOH = 0.0993M

- Con HCl y Na₂CO₃:

- VALORACIÓN CLÁSICA HCl :

Procedimiento:

- Cogemos alícuotas de 22 mL de Na₂CO₃.
- Añadimos 2 gotas de anaranjado de metilo y tomará un color anaranjado.
- Valoramos desde la bureta con HCl 0.1M hasta que vire a color rojo.
- Repetimos 3 veces cogiendo alícuotas de 22 mL.

	Volumen gastado
Muestra 1	15.1 mL
Muestra 2	15.2 mL
Muestra 3	15 mL
Volumen medio gastado	15.1 mL

Cálculos:

MHCl = 0.10013M

- VALORACIÓN POTENCIOMÉTRICA HCl :

- Cogemos 1 alícuota de 15 mL de Na_2CO_3 y lo echamos en un vaso de precipitados.
- Echamos agua destilada hasta tapan el electrodo del pH- metro.
- Introducimos una mosca y se coloca el vaso en el agitador.
- Valoramos con HCl desde la bureta.

Debemos hacer una prueba para saber en que punto da el salto de pH. Hasta 1 mL antes del punto se baja el HCl de 1 mL en 1 mL y después de 0.2 mL en 0.2 mL hasta 1 mL después del salto.

PRUEBA		VEZ 2ª		VEZ 3ª	
Volumen (mL)	pH	Volumen (mL)	pH	Volumen (mL)	pH
0	10,54	0	10,88	0	10,69
1	10,19	1	10,35	1	10,23
2	9,82	2	10	2	9,85
3	9,45	3	9,6	3	9,45
4	8,34	3,2	9,57	3,2	9,4
5	6,53	3,4	9,44	3,4	9,29
6	6,04	3,6	9,28	3,6	9,16
7	5,65	3,8	9,04	3,8	8,91
8	5,14	4	8,63	4	8,62
9	3,44	4,2	8,45	4,2	7,98
10	3,09	4,4	7,6	4,4	7,35
11	2,9	4,6	7,2	4,6	7,14
12	2,79	4,8	6,98	4,8	6,88
13	2,69	5	6,75	5	6,69
14	2,61	5,2	6,67	5,2	6,62
		5,4	6,54	5,4	6,51
		5,6	6,44	5,6	6,41
		5,8	6,37	5,8	6,34
		6	6,27	6	6,25
		7	5,86	7	5,86
		8	5,41	8	5,34
		8,2	5,26	8,2	5,27
		8,4	5,08	8,4	5,07
		8,6	4,95	8,6	4,86
		8,8	4,17	8,8	4,59
		9	3,67	9	3,83
		9,2	3,48	9,2	3,58
		9,4	3,39	9,4	3,42
		9,6	3,28	9,6	3,29
		9,8	3,15	9,8	3,23
		10	3,12	10	3,12
		11	2,9	11	2,89
		12	2,76	12	2,75
		13	2,65	13	2,65

		14	2,58	14	2,55
		15	2,51	15	2,49
		16	2,45	16	2,42

Tabla derivada HCl 2ª VEZ

Vol. medio	dpH/dV	vol.2 medio	dpH2/dV2
0,5	-0,53	1,5	0,18
2	-0,35	3,75	-0,05
3,5	-0,4	5,8	0,37
4,6	-0,03	7,05	-0,1
4,9	-0,13	7,5	-0,03
5,2	-0,16	7,95	-0,08
5,5	-0,24	8,4	-0,17
5,8	-0,41	8,85	0,23
6,1	-0,18	9,3	-0,67
6,4	-0,85	9,75	0,45
6,7	-0,4	10,2	0,18
7	-0,22	10,65	-0,01
7,3	-0,23	11,1	0,15
7,6	-0,08	11,55	-0,05
7,9	-0,13	12	0,03
8,2	-0,1	12,45	0,03
8,5	-0,07	12,9	-0,03
8,8	-0,1	13,55	-0,31
9,5	-0,41	15	-0,04
11	-0,45	17,05	0,3
12,1	-0,15	18,3	-0,03
12,4	-0,18	18,75	0,05
12,7	-0,13	19,2	-0,65
13	-0,78	19,65	0,28
13,3	-0,5	20,1	0,31
13,6	-0,19	20,55	0,1
13,9	-0,09	21	-0,02
14,2	-0,11	21,45	-0,02
14,5	-0,13	21,9	0,1
14,8	-0,03	22,55	-0,19
15,5	-0,22	24	0,08
17	-0,14	26,25	0,03
18,5	-0,11	28,5	0,04
20	-0,07	30,75	-4,4409E-16
21,5	-0,07	33	0,01
23	-0,06		

Tabla derivada HCl 3ª VEZ

vol.medio	dpH/dV	vol.2 medio	dpH2/dV2
0,5	-0,46	1,5	0,08
2	-0,38	3,75	-0,02
3,5	-0,4	5,8	0,35
4,6	-0,05	7,05	-0,06
4,9	-0,11	7,5	-0,02
5,2	-0,13	7,95	-0,12
5,5	-0,25	8,4	-0,04
5,8	-0,29	8,85	-0,35
6,1	-0,64	9,3	0,01
6,4	-0,63	9,75	0,42
6,7	-0,21	10,2	-0,05
7	-0,26	10,65	0,07
7,3	-0,19	11,1	0,12
7,6	-0,07	11,55	-0,04
7,9	-0,11	12	0,01
8,2	-0,1	12,45	0,03
8,5	-0,07	12,9	-0,02
8,8	-0,09	13,55	-0,3
9,5	-0,39	15	-0,13
11	-0,52	17,05	0,45
12,1	-0,07	18,3	-0,13
12,4	-0,2	18,75	-0,01
12,7	-0,21	19,2	-0,06
13	-0,27	19,65	-0,49
13,3	-0,76	20,1	0,51
13,6	-0,25	20,55	0,09
13,9	-0,16	21	0,03
14,2	-0,13	21,45	0,07
14,5	-0,06	21,9	-0,05
14,8	-0,11	22,55	-0,12
15,5	-0,23	24	0,09
17	-0,14	26,25	0,04
18,5	-0,1	28,5	0
20	-0,1	30,75	0,04
21,5	-0,06	33	-0,01
23	-0,07		

Cálculos:

VOLUMEN MEDIO = = 8.7 mL

MHCl = 0.103M

VALORACIONES POTENCIOMÉTRICAS REDOX.

Práctica: DETERMINACIÓN DE Fe EN UN PREPARADO FARMACÉUTICO MEDIANTE VALORACIÓN POTENCIOMÉTRICA CON KMnO4.

Preparación de las disoluciones necesarias para la práctica:

- Preparación de una disolución de Na2C2O4 0.02M:

- Calculamos los gramos necesarios de Na2C2O4 :

PM = 105.99

Para 15 mL: $\Rightarrow n = 3 \cdot 10^{-4}$ moles

ESTEQUIOMETRIA: 25

2 moles MnO4 ----- 5 moles Na2C2O4

$3 \cdot 10^{-4}$ moles MnO4 ----- X

$X = 7.5 \cdot 10^{-4}$ moles Na2C2O4

$$n = \frac{m}{PM} \quad 7.5 \cdot 10^{-4} = \frac{m}{134}$$

m = 0.1005 gr para 1 vez

Para 4 veces que vamos a realizar la prueba necesitamos:

0.1005*4= 0.402 gr que necesitamos para secar en la estufa.

2. Realizamos la pesada de Carbonato de Sodio:

PESAMOS: 0.52 gr en vidrio de reloj

3. Introducimos el vidrio de reloj en la estufa durante 1 hora a 110°C y después de seco lo conservaremos en el desecador.

4. Después de seco, realizamos la pesada exacta del carbonato de sodio en la balanza analítica.

PESAMOS: 0.4020 gr $\Rightarrow$ que será la masa que utilizaremos.

5. Introducimos la masa anteriormente pesada en un matraz de 100 mL y enrasamos con agua destilada.

- Preparación de 250 ml una disolución de KMnO4 0.02M:

- Calculamos la masa necesaria de KMnO4:

n = 0.005 moles de KMnO4

m = 0.7902 gr de KMnO₄

Masa a coger de KMnO₄: **0.7904gr**

2. Medimos los gramos calculados de KMnO₄ en la balanza analítica y en un vidrio de reloj.

- **Llevamos los 0.7904 gr a un matraz de 250 mL y se enrasa con agua destilada a 250 mL.**
- **VALORACIÓN CLÁSICA KMnO₄ :**

Procedimiento:

- Pipeteamos 22 mL de Na₂C₂O₄ y lo introducimos en un erlenmeyer.
- Añadimos 5 mL de H₂SO₄ 1:1
- Se calienta hasta condensación, entre 80–90°C.
- Valoramos con KMnO₄ hasta que el color rosa claro permanente.

	Volumen gastado
Muestra 1	13 mL
Muestra 2	13.1 mL
Muestra 3	13.2 mL
Volumen medio gastado	13.1 mL

Cálculos:

100 mL ---- 0.4020 gr

22 mL ---- X

X = 0.08844 gr Na₂C₂O₄

n = 6.6*10⁻⁴ moles de Na₂C₂O₄

= 0.0201M

- **VALORACIÓN POTENCIOMÉTRICA KMnO₄ :**

Procedimiento:

- El pH- metro REDOX no hay que calibrarlo.
- Añadimos a la muestra 10 mL de H₂SO₄ 1:4 (10 mL H₂SO₄– 40 mL de agua) en un baño con agua fría para que el vaso no estalle por el calor y 4 mL de H₃PO₄ al 85%.
- Hacemos una prueba con 5 mL de muestra.
- Añadimos agua hasta tapar el electrodo.
- Introducimos una mosca en el vaso.
- Valoramos con KMnO₄ desde la bureta de 1 mL en 1 mL hasta que cambie.

5 mL muestra----- 3 mL gasta

x ----- 10 mL gastar

x = 17 mL de muestra que tenemos que coger.

PRUEBA		VEZ 2ª		VEZ 3ª	
Volumen (mL)	REDOX (mV)	Volumen (mL)	REDOX (mV)	Volumen (mL)	REDOX (mV)
0	423	0	475	0	472
1	425	1	470	1	466
2	449	2	467	2	463
3	1058	3	466	3	463
		4	468	4	464
		5	467	5	468
		6	472	6	473
		7	480	7	480
		8	496	8	494
		9	532	9	530
		9,2	576	9,2	571
		9,4	1055	9,4	981
		9,6	1084	9,6	1079
		9,8	1093	9,8	1090
		10	1100	10	1099
		10,2	1105	10,2	1105
		10,4	1108	10,4	1110
		10,6	1111	10,6	1112
		10,8	1113	10,8	1114
		11	1115	11	1118
		12	1120	12	1124
		13	1124	13	1127
		14	1126	14	1130
		15	1128	15	1132
		16	1130	16	1135
		17	1132	17	1137
		18	1133	18	1140
		19	1135	19	1142
		20	1136	20	1143

Derivada 2ª VEZ

vol.medio	dmV/dV
0,5	-5
2	-3
3,5	-1
5	2
6,5	-1
8	5
9,5	8
11	16

12,5	36
13,6	44
13,9	479
14,2	29
14,5	9
14,8	7
15,1	5
15,4	3
15,7	3
16	2
16,3	2
17	5
18,5	4
20	2
21,5	2
23	2
24,5	2
26	1
27,5	2
29	1

DERIVADA 3ª VEZ

vol.medio	dmV/dV
0,5	-6
2	-3
3,5	0
5	1
6,5	4
8	5
9,5	7
11	14
12,5	36
13,6	41
13,9	410
14,2	98
14,5	11
14,8	9
15,1	6
15,4	5
15,7	2
16	2
16,3	4

17	6
18,5	3
20	3
21,5	2
23	3
24,5	2
26	3
27,5	2

Cálculos:

$$\text{VOLUMEN MEDIO} = \frac{9.2 + 9.4}{2}$$

$$= 9.3 \text{ mL}$$

$$V_{KMnO_4} * M_{KMnO_4} = \frac{n_{Fe}}{5}$$

$$9.3 * 10^{-3} * 0.0201 = \frac{n_{Fe}}{5}$$

$$n_{Fe} = 9.3465 * 10^{-4} \text{ moles Fe}$$

$$9.3465 * 10^{-4} \text{ moles} * \frac{391.8 \text{ gr comp}}{1 \text{ mol}} =$$

$$0.3662 \text{ gr comp.}$$

$$\frac{0.3662 \text{ gr } (NH_4)_2 Fe(SO_4)_2 * 6H_2O}{0.017 \text{ L}}$$

$$X \text{ ----- } 1 \text{ L}$$

$$X = 21.54 \text{ gr/L}$$

VALORACIONES CONDUCTIMÉTRICAS.

Preparación de las disoluciones necesarias para la práctica:

- Preparación de 250 ml una disolución de NaOH 0.1M:

- Calculamos el volumen necesario de NaOH:

$$M = \frac{n}{V} \quad 0.1 = \frac{n}{0.25}$$

$$n = 0.025 \text{ moles de NaOH}$$

$$n = \frac{m}{PM} \quad 0.025 = \frac{m}{40}$$

m = 1 gr de NaOH

Masa a coger de NaOH: **1 gr**

2. Medimos los gramos calculados de NaOH en la balanza analítica y en un vidrio de reloj.

3. Llevamos los gramos a un matraz de 250 mL y se enrasa con agua destilada a 250 mL.

• **Preparación de una disolución de ftalato ácido de potasio:**

• **Calculamos los gramos necesarios de ftalato ácido de potasio :**

PM (puro) = 204.23

Queremos gastar 15 mL de NaOH 0.1M:

$$M = \frac{n}{V} \quad 0.1 = \frac{n}{15 * 10^{-3}}$$

n = 1.5*10⁻³ moles

ESTEQUIOMETRÍA: 11

HA⁻ + OH⁻

A2⁻ + H2O

$$n = \frac{m}{PM} \quad 1.5 * 10^{-3} = \frac{m}{204.23}$$

m = 0.30 gr para 1 vez

Para 4 veces que vamos a realizar la prueba necesitamos:

0.30*4= 1.23 gr que necesitamos para secar en la estufa

2. Realizamos la pesada de ftalato ácido de potasio:

PESAMOS: 1.60 gr en vidrio de reloj

3. Introducimos el vidrio de reloj en la estufa durante 1 hora a 110°C y después de seco lo conservaremos en el desecador.

4. Después de seco, realizamos la pesada exacta del carbonato de sodio en la balanza analítica.

PESAMOS: 1.2300 gr => que será la masa que utilizaremos.

5. Introducimos la masa anteriormente pesada en un matraz y enrasamos en 100ml de agua destilada.

• Con ftalato ácido de potasio:

Procedimiento:

- Encendemos el aparato y esperamos 15 minutos antes de calibrarlo. Se calibra siguiendo las instrucciones.
- Cogemos una alícuota de 22 mL de oxalato y la introducimos en un vaso de precipitados.

- Echamos agua destilada hasta que tape el electrodo del conductivímetro.
- Vamos añadiendo NaOH desde la bureta de 0.5 mL en 0.5 mL.

VEZ 1ª		VEZ 2ª		VEZ 3ª	
Volumen (mL)		Volumen (mL)		Volumen (mL)	
0	902	0		0	878
0,5	918	0,5	943	0,5	877
1	942	1	1018	1	912
1,5	973	1,5	1051	1,5	934
2	999	2	1074	2	961
2,5	1033	2,5	1109	2,5	990
3	1060	3	1147	3	1021
3,5	1091	3,5	1168	3,5	1047
4	1121	4	1203	4	1078
4,5	1156	4,5	1237	4,5	1108
5	1184	5	1268	5	1134
5,5	1212	5,5	1303	5,5	1165
6	1246	6	1337	6	1194
6,5	1274	6,5	1368	6,5	1225
7	1306	7	1398	7	1255
7,5	1335	7,5	1429	7,5	1280
8	1364	8	1458	8	1307
8,5	1395	8,5	1488	8,5	1337
9	1425	9	1524	9	1363
9,5	1459	9,5	1551	9,5	1392
10	1478	10	1584	10	1417
10,5	1507	10,5	1614	10,5	1447
11	1536	11	1617	11	1471
11,5	1567	11,5	1652	11,5	1496
12	1595	12	1665	12	1522
12,5	1626	12,5	1699	12,5	1560
13	1690	13	1763	13	1622
13,5	1751	13,5	1845	13,5	1687
14	1823	14	1911	14	1754
14,5	1890	14,5	1981	14,5	1822
15	1957	15	2006	15	1890
15,5	2001	15,5	2011	15,5	1952
16		16	2017	16	2001
16,5		16,5	2023	16,5	2008
17		17	2032	17	2015
		17,5	2038	17,5	2021
		18	2044	18	2027
		18,5	2052	18,5	2034

		19	2057	19	2040
		19,5	2064	19,5	2045
		20	2070	20	2050

Cálculos:

RECTAS:

• Vez 1ª:

$$y = 59.538x + 885.08$$

$$y = 128x + 28$$

$$59.538x + 885.08 = 128x + 28$$

$$-68.462x = -857.08$$

$$x = 12.52 \Rightarrow \mathbf{V1 = 12.52 \text{ mL}}$$

• Vez 2ª:

$$y = 62.07x + 953.98$$

$$y = 142.4x - 82.6$$

$$62.07x + 953.98 = 142.4x - 82.6$$

$$-80.33x = -1036.58$$

$$x = 12.9 \Rightarrow \mathbf{V2 = 12.9 \text{ mL}}$$

• Vez 3ª:

$$y = 56.548x + 852.08$$

$$y = 131.93x - 91.714$$

$$56.548x + 852.08 = 131.93x - 91.714$$

$$-75.382x = -943.794$$

$$x = 12.52 \Rightarrow \mathbf{V3 = 12.52 \text{ mL}}$$

$$\mathbf{VOLUMEN MEDIO = \frac{12.52 + 12.9 + 12.52}{3}}$$

$$\mathbf{= 12.65 \text{ mL}}$$

$$M_{KHA} * V_{KHA} = M_{NaOH} * V_{NaOH}$$

$$\frac{1.2300 \text{ gr}}{204.23 \text{ gr/mol}} \cdot 0.022 = M_{\text{NaOH}} \cdot 12.65 \cdot 10^{-3}$$

$$0.1 \text{ L}$$

MNaOH = 0.104M

- Con ácido acético:

Procedimiento:

- Encendemos el aparato y esperamos 15 minutos antes de calibrarlo. Se calibra siguiendo las instrucciones.
- Cogemos una alícuota de 15 mL de ácido acético y la introducimos en un vaso de precipitados.
- Echamos agua destilada hasta que tape el electrodo del conductivímetro.
- Vamos añadiendo NaOH desde la bureta de 0.5 mL en 0.5 mL.

VEZ 1ª		VEZ 2ª		VEZ 3ª	
Volumen (mL)	$\mu\text{S/cm}$	Volumen (mL)	$\mu\text{S/cm}$	Volumen (mL)	$\mu\text{S/cm}$
0		0		0	
0,5	122,6	0,5	115,1	0,5	139,3
1	120	1	122,6	1	139,9
1,5	130,1	1,5	138	1,5	158,2
2	143,3	2	151,9	2	175,5
2,5	160,1	2,5	168,8	2,5	198,1
3	181,4	3	189,6	3	228
3,5	204	3,5	212	3,5	253
4	227	4	234	4	275
4,5	248	4,5	253	4,5	305
5	275	5	270	5	339
5,5	294	5,5	292	5,5	365
6	315	6	313	6	387
6,5	343	6,5	338	6,5	417
7	365	7	357	7	441
7,5	389	7,5	380	7,5	476
8	411	8	400	8	505
8,5	433	8,5	423	8,5	531
9	458	9	442	9	557
9,5	476	9,5	463	9,5	581
10	501	10	483	10	608
10,5	520	10,5	504	10,5	632
11	544	11	523	11	661
11,5	566	11,5	564	11,5	688
12	587	12	586	12	714
12,5	605	12,5	622	12,5	745
13	630	13	665	13	798

13,5	674	13,5	724	13,5	882
14	735	14	785	14	958
14,5	790	14,5	838	14,5	1035
15	863	15	863	15	1112
15,5	924	15,5	924	15,5	1197
16	973	16	945	16	1267
16,5	1041	16,5	1009	16,5	1350
17	1108	17	1061	17	1429
17,5	1167	17,5	1128	17,5	1501
18	1219	18	1183	18	1580
18,5	1272	18,5	1253	18,5	1648
19	1338	19	1294	19	1719
19,5	1407	19,5	1361	19,5	1798
20	1458	20	1410	20	1865

Cálculos:

RECTAS:

• Vez 1ª:

$$y = 43.358x + 62.915$$

$$y = 117.73x - 899.25$$

$$43.358x + 62.915 = 117.73x - 899.25$$

$$-74.372x = -962.165$$

$$x = 12.93 \Rightarrow \mathbf{V1 = 12.93 \text{ mL}}$$

• Vez 2ª:

$$y = 42.079x + 68.285$$

$$y = 104.6x - 695.74$$

$$42.079x + 68.285 = 104.6x - 695.74$$

$$-62.521x = -764.025$$

$$x = 12.22 \Rightarrow \mathbf{V2 = 12.22 \text{ mL}}$$

• Vez 3ª:

$$y = 52.982x + 76.378$$

$$y = 152.83x - 1179.1$$

$$52.982x + 76.378 = 152.83x - 1179.1$$

$$-99.848x = -1255.478$$

$$x = 12.57 \Rightarrow V3 = 12.57 \text{ mL}$$

VOLUMEN MEDIO = 12.57 mL

MNaOH = 0.087M

- Con HCl- HAc (muestra):

Procedimiento:

- Encendemos el aparato y esperamos 15 minutos antes de calibrarlo. Se calibra siguiendo las instrucciones.
- Cogemos una alícuota de 15 mL de muestra y la introducimos en un vaso de precipitados.
- Echamos agua destilada hasta que tape el electrodo del conductivímetro.
- Vamos añadiendo NaOH desde la bureta de 0.5 mL en 0.5 mL.

VEZ 1ª		VEZ 2ª	
Volumen (mL)	$\mu S / cm$	Volumen (mL)	$\mu S / cm$
0		0	
0,5	2023	0,5	2019
1	2009	1	2008
1,5	1995	1,5	1956
2	1872	2	1824
2,5	1756	2,5	1718
3	1644	3	1641
3,5	1540	3,5	1525
4	1422	4	1428
4,5	1316	4,5	1306
5	1209	5	1215
5,5	1105	5,5	1111
6	1002	6	1028
6,5	908	6,5	914
7	816	7	842
7,5	755	7,5	758
8	725	8	715
8,5	719	8,5	705
9	730	9	711
9,5	744	9,5	723
10	764	10	741
10,5	782	10,5	760
11	804	11	783
11,5	827	11,5	804
12	849	12	828

12,5	873	12,5	850
13	894	13	867
13,5	915	13,5	892
14	938	14	917
14,5	965	14,5	939
15	982	15	957
15,5	1027	15,5	983
16	1073	16	1030
16,5	1136	16,5	1092
17	1213	17	1155
17,5	1282	17,5	1229
18	1350	18	1287
18,5	1424	18,5	1367
19	1487	19	1425
19,5	1558	19,5	1491
20	1621	20	1550

Cálculos:

RECTAS:

- Vez 1ª:

$$y1 = -202.89x + 2254.1$$

$$y2 = 40.114x + 372.75$$

$$y3 = 135.72x - 1092$$

$$y1 = y2$$

$$-202.89x + 2254.1 = 40.114x + 372.75$$

$$-243.004x = -1881.35$$

$$x = 7.74 \Rightarrow V1 = 7.74 \text{ mL}$$

$$y2 = y3$$

$$40.114x + 372.75 = 135.72x - 1092$$

$$-95.606x = -1464.75$$

$$x = 15.32 \Rightarrow V2 = 15.32 \text{ mL}$$

V1 = volumen NaOH del HCl

V2 = volumen total

V2 - V1 = volumen del NaOH del HAc

MHCl * VHCl = MNaOH * VNaOH

$$\text{MHCl} * 0.015 = 0.104 * 7.74 * 10^{-3}$$

MHCl = 0.054M

MHAc * VHAc = MNaOH * VNaOH

$$\text{MHAc} * 0.015 = 0.104 * 7.58 * 10^{-3}$$

MHAc = 0.052M

• Vez 1ª:

$$y1 = -198.8x + 2221.6$$

$$y2 = 41.086x + 337.03$$

$$y3 = 129.56x - 1038.9$$

$$y1 = y2$$

$$-198.8x + 2221.6 = 41.086x + 337.03$$

$$-239.886x = -1884.57$$

$$x = 7.86 \Rightarrow \mathbf{V1 = 7.86 \text{ mL}}$$

$$y2 = y3$$

$$41.086x + 337.03 = 129.56x - 1038.9$$

$$-88.474x = -1375.93$$

$$x = 15.55 \Rightarrow \mathbf{V2 = 15.55 \text{ mL}}$$

V1 = volumen NaOH del HCl

V2 = volumen total

V2 - V1 = volumen del NaOH del HAc

MHCl * VHCl = MNaOH * VNaOH

$$\text{MHCl} * 0.015 = 0.104 * 7.86 * 10^{-3}$$

MHCl = 0.054M

MHAc * VHAc = MNaOH * VNaOH

$$\text{MHAc} * 0.015 = 0.104 * 7.69 * 10^{-3}$$

$$\text{MHAc} = 0.053\text{M}$$

MEDIAS TOTALES:

$$\text{MHCl} = 0.054\text{M}$$

$$\text{MHAc} = 0.525\text{M}$$

ESPECTROSCOPÍA ULTRAVIOLETA.

Con permanganato potásico:

Preparación de las disoluciones necesarias para la práctica:

• Preparación de una disolución de $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 0.02M:

• Calculamos los gramos necesarios de $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$:

$$\text{PM} = 105.99$$

$$\text{Para } 15 \text{ mL} \Rightarrow n = 3 * 10^{-4} \text{ moles}$$

ESTEQUIOMETRIA: 25

$$2 \text{ moles MnO}_4 \text{ ---- } 5 \text{ moles Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$$

$$3 * 10^{-4} \text{ moles MnO}_4 \text{ ---- } X$$

$$X = 7.5 * 10^{-4} \text{ moles Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$$

$$m = 0.1005 \text{ gr para 1 vez}$$

Para 4 veces que vamos a realizar la prueba necesitamos:

$$0.1005 * 4 = 0.402 \text{ gr que necesitamos para secar en la estufa.}$$

2. Realizamos la pesada de Carbonato de Sodio:

PESAMOS: 0.52 gr en vidrio de reloj

3. Introducimos el vidrio de reloj en la estufa durante 1 hora a 110°C y después de seco lo conservaremos en el desecador.

4. Después de seco, realizamos la pesada exacta del carbonato de sodio en la balanza analítica.

PESAMOS: 0.4020 gr => que será la masa que utilizaremos.

5. Introducimos la masa anteriormente pesada en un matraz de 100 mL y enrasamos con agua destilada.

- Preparación de 250 ml una disolución de KMnO_4 0.02M:

- Calculamos la masa necesaria de KMnO_4 :

$n = 0.005$ moles de KMnO_4

$m = 0.7902$ gr de KMnO_4

Masa a coger de KMnO_4 : **0.7904gr**

- Medimos los gramos calculados de KMnO_4 en la balanza analítica y en un vidrio de reloj.
- Llevamos los 0.7904 gr a un matraz de 250 mL y se enrasa con agua destilada a 250 mL.

VALORACIÓN CLÁSICA KMnO_4 :

Procedimiento:

- Pipeteamos 22 mL de $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ y lo introducimos en un erlenmeyer.
- Añadimos 5 mL de H_2SO_4 1:1
- Se calienta hasta condensación, entre 80–90°C.
- Valoramos con KMnO_4 hasta que el color rosa claro permanente.

	Volumen gastado
Muestra 1	13 mL
Muestra 2	13.1 mL
Muestra 3	13.2 mL
Volumen medio gastado	13.1 mL

Cálculos:

100 mL ----- 0.4020 gr

22 mL ----- X

X = 0.08844 gr $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

$n = 6.6 \cdot 10^{-4}$ moles de $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

= 0.0201M

- Preparación de una dilución $2 \cdot 10^{-4}\text{M}$ de KMnO_4 0.02M:

1 mL en 100 mL

Procedimiento:

- Hacemos una medición de barrido en el Spectronic:
- Encendemos el aparato y dejamos que se caliente durante 15 minutos.
- Ponemos a 0 en transmitancia.
- Introducimos el blanco (agua destilada)
- Ponemos a 100 en transmitancia.

- Introducimos la dilución y apuntamos el valor de la absorbancia.
- Mediremos desde 400 a 480 de 20 en 20.
- Mediremos de 490 a 520 de 10 en 10.
- Mediremos de 525 a 540 de 5 en 5.
- y, por último, de 550 a 560 de 10 en 10.

Nm	Absorb.	Nm	Absorb.	Nm	Absorb.	Nm	Absorb.
400	0.025	490	0.239	525	0.442	550	0.367
420	0.05	500	0.309	530	0.450	560	0.288
440	0.020	510	0.380	535	0.442		
460	0.068	520	0.430	540	0.432		
480	0.169						

- Preparamos 5 patrones a partir de la dilución de $2 \cdot 10^{-4}$:

$M = 2.01 \cdot 10^{-4} \text{ M}$ (dilución en 100 mL)

$$2.01 \cdot 10^{-4} \text{ M} \cdot V = 25 \text{ mL} \cdot []$$

Patrones	Volumen teórico	Volumen práctico	[] recalculada
10^{-4}	12.44 mL	12.4 mL	$9.96 \cdot 10^{-5}$
$2 \cdot 10^{-5}$	2.49 mL	2.5 mL	$2.01 \cdot 10^{-5}$
$4 \cdot 10^{-5}$	4.97 mL	5 mL	$4.02 \cdot 10^{-5}$
$6 \cdot 10^{-5}$	7.46 mL	7.5 mL	$6.03 \cdot 10^{-5}$
$8 \cdot 10^{-5}$	9.95 mL	10 mL	$8.04 \cdot 10^{-5}$

- Medición de los patrones en el Helios:
- Abrimos el programa del ordenador del espectrofotómetro.
- Metemos el blanco y pinchamos con el ratón en baseline.
- Esperamos a que termine la medición.
- Sacamos la cubeta del blanco y metemos la de la muestra y pulsamos measure samples y así con cada patrón.
- Si la curva se sale del gráfico hay que corregir la escala hasta que quede dentro.

Resultado longitud de onda del patrón: 526 nm

Patrones	Absorbancia
$9.96 \cdot 10^{-5}$	0.197
$2.01 \cdot 10^{-5}$	0.247
$4.02 \cdot 10^{-5}$	0.050
$6.03 \cdot 10^{-5}$	0.102
$8.04 \cdot 10^{-5}$	0.152

Recta de calibrado: $y = 2482, 636x$

$R^2 = 0.9995$

- Medición de la muestra en el Helios:

- Abrimos el método con los datos guardados de los patrones medidos anteriormente.
- Pinchamos con el ratón en measure samples.
- Si pide el blanco se introduce la cubeta con agua destilada.
- Se hacen 3 diluciones cuyos valores entren dentro de los datos anteriores.

	FACTOR DILUCIÓN	ABSORBANCIA
MUESTRA 1	2.5/25 mL	0.249 NO VALE
MUESTRA 2	1/25 mL	0.115
MUESTRA 3	0.5/25 mL	0.056
MUESTRA 4	1.5/25 mL	0.169

- Cálculos Helios:

$$y = 2482.636x$$

$$\text{Muestra 1: } 1.5/25: x = x = 6.8072 \cdot 10^{-5}$$

$$\text{Muestra 2: } 1/25: x = x = 4.6321 \cdot 10^{-5}$$

$$\text{Muestra 3: } 0.5/25: x = x = 2.2556 \cdot 10^{-5}$$

$$\text{Muestra 1: } 6.8072 \cdot 10^{-5} \cdot (25/1.5) = 1.13 \cdot 10^{-3} \cdot 158.04 = \mathbf{0.178M}$$

$$\text{Muestra 2: } 4.6321 \cdot 10^{-5} \cdot (25/1) = 1.16 \cdot 10^{-3} \cdot 158.04 = \mathbf{0.183M}$$

$$\text{Muestra 3: } 2.2556 \cdot 10^{-5} \cdot (25/0.5) = 1.13 \cdot 10^{-3} \cdot 158.04 = \mathbf{0.178M}$$

$$\text{MEDIA} = = \mathbf{0.18M}$$

- Medición de los patrones en el Spectronic:

- Encendemos el aparato 15 minutos antes de medir.
- Marcar la longitud de onda, en este caso 530 nm.
- Poner a 0 en transmitancia.
- Meter el blanco y poner a 100 en transmitancia.
- Introducimos el patrón y cambiamos a absorbancia.
- Repetimos desde el paso 3 para cada patrón.
- Hay que alternar blanco-patrón-blanco

Patrones	Absorbancia
$2.01 \cdot 10^{-5}$	0.037
$4.02 \cdot 10^{-5}$	0.091
$6.03 \cdot 10^{-5}$	0.130
$8.04 \cdot 10^{-5}$	0.178
$9.96 \cdot 10^{-5}$	0.206

- Medición de la muestra en el Spectronic:

- Se mide igual que los patrones.

	FACTOR DILUCIÓN	ABSORBANCIA
MUESTRA 1	1/25 mL	0.102
MUESTRA 2	0.5/25 mL	0.048
MUESTRA 3	1.5/25 mL	0.161

• **Cálculos Spectronic:**

$$y = 2135x + 4 \cdot 10^{-5}$$

Muestra 1: $7.53 \cdot 10^{-5} \cdot (25/1.5) = 1.25 \cdot 10^{-3} \cdot 158.04 = \mathbf{0.197M}$

Muestra 2: $4.76 \cdot 10^{-5} \cdot (25/1) = 1.19 \cdot 10^{-3} \cdot 158.04 = \mathbf{0.188M}$

Muestra 3: $2.21 \cdot 10^{-5} \cdot (25/0.5) = 1.11 \cdot 10^{-3} \cdot 158.04 = \mathbf{0.175M}$

MEDIA = = 0.187M

Con fósforo:

Disoluciones necesarias para la práctica:

- **Disolución de molibdato.**
- **Disolución reductora.**
- **Disolución de 56.5 ppm de P.**
- Preparamos 5 patrones a partir de la dilución de 56.5 ppm:

$$56.5 \cdot 1 = 25 \cdot []$$

Patrones (ppm)	Volumen teórico	[] recalculada
1	1 mL	2.26 ppm
2	2 mL	4.52 ppm
3	3 mL	6.78 ppm
4	4 mL	9.04 ppm
5	5 mL	11.3 ppm

- Añadimos sin dejar de agitar 2.5 mL de disolución de molibdato y 1.5 mL de solución reductora.
- Enrasamos con agua y se agita la mezcla para homogeneizarla bien y la dejamos reposar 6 minutos.
- Medimos absorbancias a 660 nm. El blanco será la mezcla anterior pero sin analito.

• **Medición de los patrones en el Helios:**

- Abrimos el programa del ordenador del espectrofotómetro.
- Metemos el blanco y pinchamos con el ratón en baseline.
- Esperamos a que termine la medición.
- Sacamos la cubeta del blanco y metemos la de la muestra y pulsamos measure samples y así con cada patrón.
- Si la curva se sale del gráfico hay que corregir la escala hasta que quede dentro.

Resultado longitud de onda del patrón: 660 nm

Patrones (ppm)	Absorbancia
2.26	0.067
4.52	0.061
6.78	0.169
9.04	0.210
11.3	0.265

Recta de calibrado: $y = 0.02375325x$

R² = 0.9932

- Medición de la muestra en el Helios:

- Abrimos el método con los datos guardados de los patrones medidos anteriormente.
- Pinchamos con el ratón en measure samples.
- Si pide el blanco se introduce la cubeta con agua destilada.
- Se hacen 3 diluciones cuyos valores entren dentro de los datos anteriores.

	FACTOR DILUCIÓN	ABSORBANCIA
MUESTRA 1	1/25 mL	0.341 NO VALE
MUESTRA 2	0.4/25 mL	0.095
MUESTRA 3	0.5/25 mL	0.135
MUESTRA 4	0.6/25 mL	0.195

- **Cálculos Helios:**

$$y = 0.02375325x$$

$$\text{Muestra 1: } 0.4/25: x = x = 3.999$$

$$\text{Muestra 2: } 0.5/25: x = x = 5.68$$

$$\text{Muestra 3: } 0.6/25: x = x = 8.21$$

$$\text{Muestra 1: } 3.999 \cdot (25/0.4) = \mathbf{249.94 \text{ ppm}}$$

$$\text{Muestra 2: } 5.68 \cdot (25/0.5) = \mathbf{284 \text{ ppm}}$$

$$\text{Muestra 3: } 8.25 \cdot (25/0.6) = \mathbf{343.75}$$

$$\text{MEDIA} = = \mathbf{292.56 \text{ ppm}}$$

- Medición de los patrones en el Spectronic:

- Encendemos el aparato 15 minutos antes de medir.
- Marcar la longitud de onda, en este caso 660 nm.
- Poner a 0 en transmitancia.
- Meter el blanco y poner a 100 en transmitancia.

- Introducimos el patrón y cambiamos a absorbancia.
- Repetimos desde el paso 3 para cada patrón.
- Hay que alternar blanco–patrón–blanco

<i>Patrones(ppm)</i>	<i>Absorbancia</i>
2.26	0.072
4.52	0.149
6.78	0.205
9.04	0.281
11.3	0.369

- Medición de la muestra en el Spectronic:
- Se mide igual que los patrones.

	FACTOR DILUCIÓN	ABSORBANCIA
MUESTRA 1	1/25 mL	0.342
MUESTRA 2	0.4/25 mL	0.131
MUESTRA 3	0.5/25 mL	0.186
MUESTRA 4	0.6/25 mL	0.253

• **Cálculos Spectronic:**

$$y = 0.0321x - 0.0026$$

Muestra 1: $4.162 \cdot (25/0.4) = 260.125 \text{ ppm}$

Muestra 2: $5.875 \cdot (25/0.5) = 293.75 \text{ ppm}$

Muestra 3: $7.963 \cdot (25/0.6) = 331.8 \text{ ppm}$

MEDIA = = 295.225ppm

FOTOMETRÍA DE LLAMA.

Determinación de Na:

- Preparamos una disolución de 1000ppm de NaCl:

$$1 \text{ gr} \text{-----} 1000 \text{ mL}$$

$$X \text{ -----} 100 \text{ mL}$$

x = 0.1 gr NaCl

- Preparamos 5 patrones a partir de la disolución de 1000ppm:

– 100 ppm:

$$100 \text{ mL} \text{-----} 1000 \text{ ppm}$$

X ----- 100 ppm

x = 10 mL

– 80 ppm:

100 mL----- 1000ppm

X ----- 80 ppm

x = 8 mL

– 60 ppm:

100 mL----- 1000ppm

X ----- 60 ppm

x = 6 mL

– 40 ppm:

100 mL----- 1000ppm

X ----- 40 ppm

x = 4 mL

– 20 ppm:

100 mL----- 1000ppm

X ----- 20 ppm

x = 2 mL

- Medimos los 5 patrones en el espectrofotómetro:

<i>Patrones(ppm)</i>	<i>Absorbancia</i>
100	0.39
80	0.32
60	0.26
40	0.18
20	0.10

- Medimos la muestra:

	FACTOR DILUCIÓN	ABSORBANCIA
MUESTRA 1	1/100 mL	0.02
MUESTRA 2	10/100 mL	0.27

MUESTRA 3	8/100 mL	0.23
MUESTRA 4	5/100 mL	0.14

- Cálculos:

$$y = 0.0036x + 0.034$$

Muestra 1: $65.55 \cdot (100/10) = 655.55 \text{ ppm}$

Muestra 2: $29.44 \cdot (100/5) = 688.88 \text{ ppm}$

Muestra 3: $64.44 \cdot (100/8) = 680.55 \text{ ppm}$

MEDIA = = 641.66ppm NaCl= 0.641 gr/L NaCl

Determinación de K:

- Preparamos una disolución de 1000ppm de KCl:

1 gr----- 1000 mL

X ----- 100 mL

x = 0.1 gr KCl

- Preparamos 5 patrones a partir de la disolución de 1000ppm:

– 100 ppm:

100 mL----- 1000ppm

X ----- 100 ppm

x = 10 mL

– 80 ppm:

100 mL----- 1000ppm

X ----- 80 ppm

x = 8 mL

– 60 ppm:

100 mL----- 1000ppm

X ----- 60 ppm

x = 6 mL

– 40 ppm:

100 mL----- 1000ppm

X ----- 40 ppm

x = 4 mL

– 20 ppm:

100 mL----- 1000ppm

X ----- 20 ppm

x = 2 mL

- Medimos los 5 patrones en el espectrofotómetro:

<i>Patrones(ppm)</i>	<i>Absorbancia</i>
100	1.14
80	1.08
60	0.84
40	0.54
20	0.28

- Medimos la muestra:

	FACTOR DILUCIÓN	ABSORBANCIA
MUESTRA 1	10/100 mL	0.76
MUESTRA 2	8/100 mL	0.57/0.58
MUESTRA 3	5/100 mL	0.33

- Cálculos:

$$y = 0.0135x + 0.01$$

Muestra 1: $55.56 \cdot (100/10) = 555.56 \text{ ppm}$

Muestra 2: $41.48 \cdot (100/8) = 518.5 \text{ ppm}$

Muestra 3: $23.70 \cdot (100/5) = 474.07 \text{ ppm}$

MEDIA = = 516.04 ppm NaCl = 0.52 gr/L KCl

ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA.

Determinación de cobre:

Encendemos el aparato de absorción atómica 15 minutos antes de realizar las medidas.

- Preparamos una disolución de 1000ppm de $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$:

3.8047gr/L

3.8047----- 1000 mL

X ----- 100 mL

X = 0.38047 gr PESAMOS: 0.3805 gr

- Preparamos 5 patrones a partir de la disolución de 1000ppm:

– 1 ppm:

0.25 mL

– 1.5 ppm:

$$\frac{1000 \text{ ppm}}{100 \text{ mL}} * \frac{1.5 \text{ ppm}}{1000 \text{ ppm}} * \frac{100 \text{ mL}}{4} = \frac{1.5}{4} =$$

0.375 mL

– 2.5 ppm:

$$\frac{1000 \text{ ppm}}{100 \text{ mL}} * \frac{2.5 \text{ ppm}}{1000 \text{ ppm}} * \frac{100 \text{ mL}}{4} = \frac{2.5}{4} =$$

0.625 mL

– 3 ppm:

$$\frac{1000 \text{ ppm}}{100 \text{ mL}} * \frac{3 \text{ ppm}}{1000 \text{ ppm}} * \frac{100 \text{ mL}}{4} = \frac{3}{4} =$$

0.75 mL

– 3.75 ppm:

$$\frac{1000 \text{ ppm}}{100 \text{ mL}} * \frac{3.75 \text{ ppm}}{1000 \text{ ppm}} * \frac{100 \text{ mL}}{4} = \frac{3.75}{4} =$$

0.9375 mL

– 5 ppm:

$$\frac{1000 \text{ ppm}}{100 \text{ mL}} * \frac{5 \text{ ppm}}{1000 \text{ ppm}} * \frac{100 \text{ mL}}{4} = \frac{5}{4} =$$

1.25 mL

- Medimos los 5 patrones en el espectrofotómetro:

Patrones(ppm)	Absorbancia
1	1.772
1.52	2.143

2.52	2.295
3	2.337
3.76	No medimos
5	2.356 MAL

Repetimos cogiendo otros volúmenes:

[] ppm	Volum.	Absorb.
1	25microL	0.027
2	50microL	0.048
3	75microL	0.076
4	100microL	0.097
5	125microL	0.118

Ecuación: $y = 0.0234x + 0.0024$

R²= 0.9939

- Medimos la muestra:

	FACTOR DILUCIÓN	ABSORBANCIA
MUESTRA 1	120microL/25 mL	0.065
MUESTRA 2	125microL/25 mL	0.068
MUESTRA 3	130microL/25 mL	0.070

- Cálculos:

$$y = 0.0135x + 0.01$$

Muestra 1: $2.6752 \cdot (25/0.120) = 557.32 \text{ ppm}$

Muestra 2: $2.8034 \cdot (25/0.125) = 560.68 \text{ ppm}$

Muestra 3: $2.8888 \cdot (25/0.130) = 555.54 \text{ ppm}$

MEDIA = = 557.84 ppm Cu

Determinación de Fe(II):

Encendemos el aparato de absorción atómica 15 minutos antes de realizar las medidas.

- Preparamos una disolución de 1000ppm de $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O}$:

7.0213gr/L

7.0213 gr----- 1000 mL

X ----- 100 mL

X = 0.70213 gr PESAMOS: 0.7021 gr

- Preparamos 5 patrones a partir de la disolución de 1000ppm:

– 0.5 ppm:

0.125 mL

– 1 ppm:

0.25 mL

– 2.5 ppm:

0.625 mL

– 3.75 ppm:

0.9375 mL

– 5 ppm:

1.25 mL

- Medimos los 5 patrones en el espectrofotómetro:

<i>Patrones(ppm)</i>	<i>Absorbancia</i>
1	0.001
2	0.003
3	0.004
4	0.006
5	0.008

Repetimos cogiendo otros volúmenes:

<i>[] ppm</i>	<i>Volum.</i>	<i>Absorb.</i>
5	125microL	0.001
10	250microL	0.012
15	375microL	0.017
20	500microL	0.028
25	625microL	0.031

- Medimos la muestra:

	FACTOR DILUCIÓN	ABSORBANCIA
MUESTRA 1	100microL/25 mL	0.016
MUESTRA 2	110microL/25 mL	0.020
MUESTRA 3	120microL/25 mL	0.024

- Cálculos:

$$y = 0.0013x - 0.0014$$

Muestra 1: $13.38 \cdot (25/0.100) = 3346.15 \text{ ppm}$

Muestra 2: $16.46 \cdot (25/0.110) = 3741.21 \text{ ppm}$

Muestra 3: $19.54 \cdot (25/0.120) = 4070.45 \text{ ppm}$

$$\text{MEDIA} = \frac{3346.15 + 3741.21 + 4070.45}{3}$$

$$= 3719.27 \text{ ppm}$$

1000 ppm----- 1gr/L

3719.27----- X

$$X = 3.71927 \text{ gr/L Fe}$$

$$3.71927 \text{ gr/L Cu}^{+2} \cdot \frac{1 \text{ mol Fe}}{55.88 \text{ gr Fe}} \cdot \frac{1 \text{ mol nitrato Fe}}{1 \text{ mol Fe}} \cdot \frac{392.14 \text{ gr}}{1 \text{ mol nitrato Fe}} =$$

26.11 gr/L nitrato Fe

4