

ANALISIS CUANTITATIVO

PRACTICA 1:

DETERMINACIÓN GRAVIMÉTRICA DEL CONTENIDO EN PLOMO MEDIANTE PRECIPITACIÓN DE CROMATO DE PLOMO.

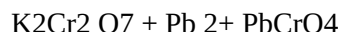
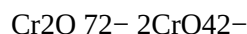
–Materiales y reactivos:

- Crisoles para filtrar.
- Vasos de precipitado de 250ml. Embudo. Varilla.
- Papel sin cenizas.
- Soluciones 0,1M de dicromato de potasio.

–Fundamento:

El Pb^{2+} , como numerosos cationes, precipita con cromato. La reacción es poco selectiva, pero la selectividad puede aumentar si el precipitado de cromato se trata con NaOH y se reprecipita el cromato acidulando con acético la solución alcalina.

Así se distingue el cromato de plomo de los de bario, estonio, mercurio y bismuto, principalmente, que originan cromatos amarillos o amarillos rojizos, insolubles en NaOH.



–Procedimiento:

Introducimos 25ml de muestra en un vaso de precipitado de 250ml. Añadimos agua hasta 50ml

aproximadamente. Calentamos la solución hasta casi ebullición y añadimos 10ml de solución de dicromato de potasio 0,1M mientras agitamos.

Tapamos el vaso con un vidrio de reloj y dejamos hasta que hierva. La solución sobrenadante es de color amarillo-naranja, por lo tanto quiere decir que hemos adicionado suficiente cantidad de dicromato de potasio.

Enfriamos, filtramos y lo introducimos en el crisol en la mufla.

–Resultados:

DATOS EXPERIMENTALES	MUESTRA
TAMAÑO DE LA MUESTRA(ml)	25ml
MASA CRISOL VACÍO	20,968 g
MASA CRISOL MÁS PRECIPITADO	21,292 g
MASA $PbCrO_4$	0,324 g

¿Pb ²⁺ EN LA MUESTRA PROBLEMA?	0,208 g
---	---------

$$0,324 \text{ g PbCrO}_4 \times 1 \text{ mol PbCrO}_4 \times 1 \text{ mol Pb}^{2+} \times 207,2 \text{ g Pb}^{2+} = 0,208 \text{ g Pb}^{2+}$$

$$323,2 \text{ g PbCrO}_4 \quad 1 \text{ mol PbCrO}_4 \quad 1 \text{ mol Pb}^{2+}$$

PRÁCTICA 2:

DETERMINACIÓN DE VITAMINA C EN TABLETAS COMERCIALES.

–Materiales y reactivos:

–Pipeta de 10ml, matraz aforado de 250ml, bureta de 50ml.

–Yodato de potasio y yoduro de potasio sólidos.

–Soluciones preparadas: HCl 1M, ácido ascórbico.

–Tabletas de vitamina C.

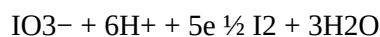
–Yodato de potasio como valorante.

–Indicador almidón.

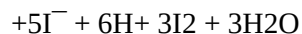
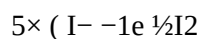
–Fundamento:

Se trata de una volumetría redox en la que el punto final se realiza mediante el indicador almidón que forma un complejo azul intenso.

Reacción global: $\text{IO}_3^- + 8\text{I}^- + 6\text{H}^+ + 3\text{I}_3^- + 3\text{H}_2\text{O}$



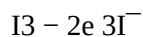
+



ACIDO ASCÓRBICO.



+



La relación es 1mol de IO_3^- por cada 3 moles de $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$.

-Resultados:

-Masa de KIO_3 : 535 mg

-Volumen total: 250 ml

-Molaridad: 0,01M

$$0,01\text{mol} \times 214 \text{ g} \times 250\text{ml} = 0,535 \text{ g} = 535 \text{ mg}$$

$$1000\text{ml} \text{ } 1\text{mol}$$

-Titulación de control:

volumen de KIO_3 : 22,5 ml

-Procedimiento para el ensayo de tabletas:

Pesamos la tableta completa y cogemos una parte de ella y la pesamos también. La colocamos en un erlenmeyer y añadimos 50ml de agua, 5ml de HCl 1M, 1 g de KI y % gotas de indicador almidón. Valoramos con la solución de yodato potásico.

-Promedios:

Contenido de vitamina C: 1,22 g

% vitamina C: 26,4

-Cálculos:

Primera pastilla:

$$0,085 \text{ L} \times 0.01 = 0,00085 \text{ moles } \text{KIO}_3$$

$$0,00085 \text{ moles } \text{KIO}_3 \times 3 = 0,00255 \text{ moles de ácido}$$

$$0,00255 \text{ moles de ácido} \times 176 \text{ g} = 0,45 \text{ g ácido}$$

1 mol

1,8 g pastilla 0,45 g ácido

$$X = 1,15 \text{ g ácido}$$

$$4,608 \text{ g pastilla } X \text{ g ácido}$$

1,15 g ácido 4,608 g pastilla

X= 24,9%

X g ácido 100 g pastilla

Segunda pastilla:

$0,0423 \text{ ml} \times 0,01 = 0,000423 \text{ moles KIO}_3$

$0,000423 \text{ moles KIO}_3 \times 3 = 0,001269 \text{ moles ácido}$

$0,001264 \times 176 \text{ g} = 0,223 \text{ g ácido}$

1 mol

0,8 pastilla 0,223 g ácido

X = 1,28 g ácido

4,608 g pastilla X g ácido

1,28 g ácido 4,608 g pastilla

X= 27,8 %

X g ácido 100 g pastilla

Resultados:

TABLETA NÚMERO	MASA DE TABLETA (mg)	VOLUMEN DE KIO ₃ (ml)	CONTENIDO EN VITAMINA C	% VITAMINA C EN LA TABLETA
1	1,8	85	1,15 g	24,9
2	0,8	42,3	1,28 g	27,8

PRACTICA 3:

COMPLEXOMETRIAS: VALORACIÓN DE ZnSO₄ CON EDTA.

–Materiales y reactivos:

–matraz aforado de 100 ml. –Disolución tampón pH = 10

–Erlenmeyer de 250 ml. –Disolución de Erio T indicador.

–Bureta de 25 ml. –Disolución de EDTA 0,01M:

–Pipeta de 25 ml.

–pHmetro.

Pesamos 0,93 g de EDTA y lo disolvemos hasta 250 ml de agua destilada.

1 ml EDTA = 0,6537 mg Zn

Fundamento:

Consiste en la formación estequiométrica de complejos metálicos con agentes quelantes (EDTA). El punto de equivalencia se hace patente por el cambio de color de un indicador metálico que actúa en función de la concentración del metal de manera análoga a como lo hace un indicador

ácido –base respecto al pH.

Utilizamos como indicador el Negro de Eriocromo T que es un ácido InH_3 que se disocia gradualmente según el pH del medio.

$\text{H}_2\text{NaI} / \text{HNa}_2\text{In} / \text{Na}_3\text{In}$

Rojo vino 6,3 azul 1,5 naranja

El pH óptimo para el uso de este indicador es 10. Al añadir EDTA en la disolución del complejo formado entre el Zn y negro de Eriocromo T (color Rojo) el color cambia de rojo a azul ya que el complejo entre el EDTA y el Zn es más estable.

A su vez el EDTA en función del pH se disocia de acuerdo con los valores de pK:

$\text{H}_4\text{Y} / \text{H}_3\text{Y}^- / \text{H}_2\text{Y}^{2-} / \text{HY}^{3-} / \text{Y}^{4-}$

2,0 2,7 6,2 10,3

Procedimiento:

Tomamos 25 ml de la muestra y los pasamos a un erlenmeyer de 250 ml. Añadimos 1 ml de disolución tampón, unas gotas de Erio T y valoramos con la disolución de EDTA hasta viraje de rojo a azul.

Calculos:

1 ml EDTA 0,6538 mg Zn

X= 12,2 mg Zn

18,7 ml EDTA X mg Zn

12,2 mg Zn

0,025 L = 488 mg / L

1ml EDTA 0,6538 mg Zn

X= 11,24 mg Zn

17,2 ml EDTA X mg Zn

11,24 mg Zn = 449,6 mg / L

0,025 L

Resultados:

	MUESTRA 1	MUESTRA 2
VOLUMEN EDTA	18,7 ml	17,2 ml
CONTENIDO DE Zn (mg / L)	488	449,6
mg / L Zn PROMEDIO	469	

PRACTICA 4:

DETERMINACIÓN DE HIERRO EN UN MINERAL MEDIANTE VALORACIÓN CON DICROMATO DE POTASIO.

Materiales y reactivos:

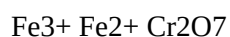
- Dicromato de potasio sólido, calidad de estándar primario.
- Acido clorhidrico concentrado.
- Cloruro mercurico 0,2M.
- Acido sulfúrico 3M
- Acido fosfórico concentrado.
- Indicador: difenilaminosulfonato sódico.

Fundamento:

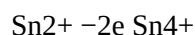
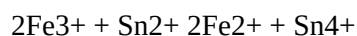
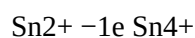
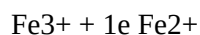
El experimento se basa en la determinación del contenido en hierro en la hematita, la cual es mayoritariamente Fe_2O_3 , mediante una valoración con dicromato potásico después de haber reducido el hierro a Fe^{2+} . El dicromato es preparado como estándar primario y el punto final será nítido y exacto.

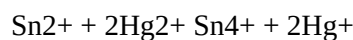
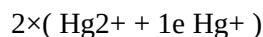
Consiste en la reducción del Fe^{3+} a Fe^{2+} y posteriormente lo valoramos con dicromato potásico.

Conversión de férrico en ferroso:

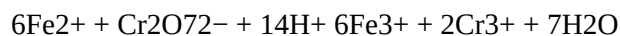
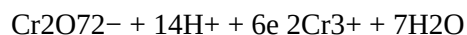
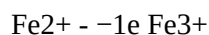


Conversión de férrico en ferroso:





Reacción:



Añadimos ácido sulfúrico para aportar el medio ácido, los protones.

Añadimos ácido fosfórico para que tengamos más nítido el punto de viraje

El indicador se oxida para dar un dimero. Este compuesto tiene el defecto de si bien el muy nítido, la reacción es muy rápida. Para relentizar esta rapidez añadimos el ácido fosfórico.

Procedimiento:

Pesamos 0,2 gr (0,199gr) de mineral triturado. Lo disolvemos en un erlenmeyer añadiendo 10ml de HCl concentrado. Calentamos ,hasta que se disuelva el mineral, para acelerar el proceso de dilución del mineral. Añadimos 10ml más de HCl para que no se seque.

Se forman complejos clorurados del Fe^{3+} , $\text{Cl}_6\text{Fe}^{3-}$. El Fe^{3+} lo transformamos a Fe^{2+} . Adicionamos un exceso de cloruro estanoso (Reductor muy potente).

El color amarillo indica la presencia de Fe^{3+} . Éste pasa a transparente y entonces adicionamos una gota más de exceso de cloruro estanoso. Entonces aparece un color verde pálido. Esto indica que el Fe^{3+} se a reducido a Fe^{2+} .

Eliminamos el posible exceso de Cl_2Sn adicionando cloruro mercúrico (Cl_2Hg) 10ml y agitamos rápidamente. Valoramos con dicromato.

Calculos:

gr mineral: 0,199

Volumen: 14,9

1,2 gr $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 = 4,08 \cdot 10^{-3}$ moles $4,08 \cdot 10^{-3}$ moles = 0,02M

294,2 gr 0,25 L

$0,0142 \text{ L} \times 0,02 \text{ mol} = 2,8 \cdot 10^{-4} \text{ mol Cr}_2\text{O}_7^{2-}$

L

Como la estequiometria es 1: 6

$2,8 \cdot 10^{-4} \times 6 = 1,68 \cdot 10^{-3} \text{ mol Fe}$

$$1,68 \cdot 10^{-3} \text{ mol Fe} \times 55,85 \text{ gr} = 0,094 \text{ de Fe gr de Fe}$$

mol

$$0,094 \text{ gr Fe} \times 100 = 47,2 \% \text{ Fe}$$

0,199 gr muestra

$$1,68 \cdot 10^{-3} \text{ mol Fe} \cdot 1 \text{ mol Fe}_2\text{O}_3 (16 \cdot 3 + 55,8 \cdot 2) \text{ gr Fe}_2\text{O}_3 = 0,134 \text{ gr Fe}_2\text{O}_3$$

2 moles Fe 1mol Fe₂O₃

$$0,134 \text{ gr Fe}_2\text{O}_3 \times 100 = 67,33 \% \text{ Fe}_2\text{O}_3$$

0,199 gr Fe₂O₃

Resultados:

Molaridad de la disolución: 0,02M

	MUESTRA 1
PESO MUESTRA	0,119 gr
VOLUMEN TITULANTE	14,2 ml
PESO Fe EN LA MUESTRA	0,094 gr
Fe ₂ O ₃ EN LA MUESTRA(%)	67,33 %

PRÁCTICA 5:

DETERMINACIÓN DEL PRODUCTO DE SOLUBILIDAD DEL YODATO DE COBRE.

Materiales y reactivos necesarios:

- Solución estándar de yodato de potasio, alrededor de 0,01M.
- Soluciones saturadas de yodato de cobre.
- Tiosulfato de sodio y yoduro de potasio sólidos.
- disoluciones: EDTA 0,1m, ácido acético 1M.
- Bureta, pipetas de 10 ml y de 5ml.
- Disolución de Na₂S₂O₃ · 5H₂O 0,02M

Procedimiento:

Valoramos la disolución por titulación de una disolución de yodato de potasio estandarizada. Transferimos 5

ml de la disolución de KIO_3 a un matraz y añadimos 25 ml de agua y 10 ml de ácido acético 1M. Añadimos 1 gramo de KI sólido, agitamos y valoramos el I_3^- liberado con la solución de tiosulfato hasta que el color amarillo desaparece. Añadimos unos ml de indicador de almidón al 0,2% para apreciar más fácilmente el viraje del color gracias al complejo azul almidón-triyoduro.

Las soluciones de cobre-yodato se analizan de forma similar.

Cogemos una muestra de 10 ml y añadimos 25 ml de agua, 10 ml de ácido acético 1M y 10 ml de EDTA 0,1M. Añadimos 1 gramo de KI sólido, agitamos y valoramos con la solución de tiosulfato estándar hasta que desaparece el color amarillo. El punto final tiene una apariencia diferente del de la valoración de tiosulfato debido a la presencia del complejo azul Cu-EDTA . Conforme llegamos al punto final la solución pasa por matices verdes (mezcla del ion triyoduro amarillo y del complejo cúprico azul). El punto final preciso es más difícil de identificar pero es azul claro sin tinte verdoso.

Resultados

Estandarización del tiosulfato de sodio

Molaridad de solución estándar de KIO_3 :

Volumen de tiosulfato usado en la titulación:

- $1 \cdot 0,01 \text{ M} \cdot 0,005 \text{ L} = 5 \cdot 10^{-5} \text{ moles IO}_3^-$ Promedio: 15,35 ml 1 mol IO_3^- 6 moles de $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$
- $15,2 \text{ ml } 5 \cdot 10^{-5} \cdot 6 = 0,0019 \text{ M} = 0,02 \text{ M S}_2\text{O}_3^{2-}$

0,01535 L

Molaridad calculada de tiosulfato: 0,02M

Resultados para las soluciones de yodato de cobre:

COMPOSICIÓN INICIAL SOLUCIÓN	VS S_2O_3 ml	SOLUBILIDAD M	FUERZA IÓNICA	Kps M
HClO_4	20,1	$3,35 \cdot 10^{-3}$	0,01	$8 \cdot 10^{-8}$
$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$	14,0	$2,3 \cdot 10^{-3}$	0,0249	$1,94 \cdot 10^{-8}$
NaClO_4	25,35	$4,225 \cdot 10^{-3}$	0,043	$7,32 \cdot 10^{-8}$

Cálculos:

19,9 ml

Valoración I: promedio: 20,1 ml

20,3 ml

$20,1 \cdot 10^{-3} \text{ L S}_2\text{O}_3^{2-} \times 0,02 \text{ moles S}_2\text{O}_3^{2-} \times 1 \text{ mol IO}_3^- = 6,7 \cdot 10^{-5} \text{ moles IO}_3^-$

1 L 6 moles $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$

$6,7 \cdot 10^{-5} \text{ moles IO}_3^- = 6,7 \cdot 10^{-3} \text{ M de IO}_3^-$

10⁻² L disolución

$$s = \frac{1}{2} [\text{IO}_3^-] = 3,35 \cdot 10^{-3} \text{ M}$$

$$I = 3s = 0,01$$

$$K_{ps} = 4s^3 f_1^2 \cdot f_2$$

$$A = 0,51$$

$$\text{Log } f = z_2 - A I^{\frac{1}{2}} + 0,15 I \text{ para } f_1 \text{ (coeficiente del } \text{IO}_3^- \text{) } z = -1$$

$$1 + I^{\frac{1}{2}} \text{ para } f_2 \text{ (coeficiente del } \text{Cu}^{2+} \text{) } z = 2$$

$$f_1 = 0,9 \quad f_2 = 0,66 \quad K_{ps} = 8 \cdot 10^{-8}$$

13,8 ml

Valoración II: promedio: 14,0 ml

14,2 ml

$$14 \cdot 10^{-3} \text{ L } \text{S}_2\text{O}_3^{2-} \times 0,02 \text{ moles } \text{S}_2\text{O}_3^{2-} \times 1 \text{ mol } \text{IO}_3^- = 4,6 \cdot 10^{-5} \text{ moles } \text{IO}_3^-$$

1 L 6 moles $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$

$$4,6 \cdot 10^{-5} \text{ moles } \text{IO}_3^- = 4,6 \cdot 10^{-3} \text{ M } \text{IO}_3^-$$

10⁻² L

$$s = \frac{1}{2} [\text{IO}_3^-] = 2,3 \cdot 10^{-3} \text{ M}$$

$$I = 3[\text{Cu}(\text{NO}_3)_2] + 3s = 3 \cdot 0,006 + 3 \cdot 2,3 \cdot 10^{-3} = 0,0249$$

$$f_1 = 0,86 \quad f_2 = 0,54 \quad K_{ps} = 1,94 \cdot 10^{-8}$$

25,0 ml

Valoración III: promedio: 25,35 ml

25,7 ml

$$25,35 \cdot 10^{-3} \text{ l } \text{S}_2\text{O}_3^{2-} \times 0,02 \text{ moles } \text{S}_2\text{O}_3^{2-} \times 1 \text{ mol } \text{IO}_3^- = 8,45 \cdot 10^{-5} \text{ moles } \text{IO}_3^-$$

1L 6 moles $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$

$$8,45 \cdot 10^{-5} \text{ moles } \text{IO}_3^- = 8,45 \cdot 10^{-3} \text{ M } \text{IO}_3^-$$

10⁻² L

$$s = \frac{1}{2} [\text{IO}_3^-] = 4,225 \cdot 10^{-3}$$

$$I = [\text{NaClO}_4] + 3s = 0,03 + 3 \cdot 4,225 \cdot 10^{-3} = 0,043$$

$$f_1 = 0,83 \quad f_2 = 0,47 \quad K_{ps} = 7,32 \cdot 10^{-8}$$

PRÁCTICA 6:

DETERMINACIÓN DE YODURO POTÁSICO EN UNA SAL DE MESA COMERCIAL.

Materiales y reactivos necesarios:

- Solución estándar de tiosulfato de sodio, aproximadamente 0,004M.
- Sal yodurada comercial.
- Agua de bromo, saturada.
- Soluciones de ácido fórmico y formiato de sodio, cada una 0,5M
- yoduro de potasio.
- Indicador de almidón.

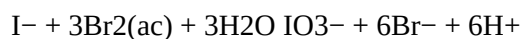
Procedimiento:

Pesamos 20,002g y añadimos 75ml de agua. Añadimos 1 ml de agua de bromo saturada y dejamos reposar (20 ml). La disolución se pone amarilla debido al exceso de bromo. Añadimos 1 ml de ácido fórmico y formiato de sodio, agitamos y dejamos 1 minuto en reposo. Desaparece el color amarillo. Añadimos 1g de yoduro de potasio, y agitamos hasta disolución. Se observa un color azul debido al I_3^-

Valoramos con tiosulfato de sodio 0,004M, hasta que se observe un color amarillo pálido. Añadimos unos pocos mililitros de la solución indicadora de almidón. Seguimos la titulación hasta que desaparece el color azul el cual cambia a incoloro por la formación del complejo I_3^- —Almidón

Fundamento:

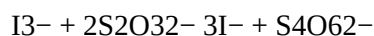
Se usa sal yodurada ya que la sensibilidad del método no es muy alta.



Se produce la reducción del bromo (0) a bromo (-1).



Se añade el ácido fórmico para eliminar el exceso de bromo.



Calculos:

$$1 \text{ litro} \times 2,7 \text{ ml} \times 0,004 \text{ moles tiosulfato} = 1,08 \cdot 10^{-5} \text{ moles de } \text{S}_2\text{O}_3^{2-}$$

1000 ml 1 litro

$1,08 \cdot 10^{-5} \text{ moles } \text{S}_2\text{O}_3^{2-} \times 1 \text{ mol } \text{IO}_3^- \times 1 \text{ mol } \text{I}^- = 0,2 \cdot 10^{-6} \text{ moles KI}$

6 moles $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ 9 moles IO_3^-

$0,2 \cdot 10^{-6} \text{ moles KI} \times (39,1 + 126,9) \text{ g} = 0,0332 \cdot 10^{-3} \text{ gr KI}$

1 mol KI

Resultados:

Molaridad del tiosulfato de sodio: 0,004 M

Método por titulación:

Masa de muestra de sal de mesa: 20,002

Volumen del punto final: 2,7 ml

Masa calculada de KI en la muestra: $0,0332 \cdot 10^{-3} \text{ g}$ $0,0332 \cdot 10^{-3} \times 100 = 0,0015 \%$

20 g sal

% KI en la sal de mesa: 0,0015

ANALISIS DE CATIONES

SEPARACIÓN Y ANALISIS DEL PRIMER GRUPO : V(V), Cr(VI), Mo(VI)

-Procedimiento:

Tomamos 5 ml de disolución problema (color amarillo) en un vaso de precipitado de 50 ml y hacemos un tratamiento con Na_2CO_3 :

Añadimos disolución 0,5 M de Na_2CO_3 hasta alcalinidad (El papel indicador se pone de color verde) .
Añadimos 3 ml más de Na_2CO_3 y hervimos 10 minutos añadiendo agua destilada para mantener el volumen constante. A continuación hacemos los ensayos:

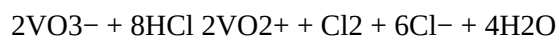
Ensayo de V(V):

Tomamos 5 gotas de disolución (amarillo anaranjado) en un tubo de ensayo. Agregamos 5 gotas de HCl concentrado y se hierve hasta la mitad del volumen aproximadamente (verde azulado). Enfriamos y agregamos 1 gota de disolución de FeCl_3 , 0,1 g de Na_2HPO_4 sólido, 2 gotas de dimetilglioxima y disolución de NH_3 2N hasta que el medio es básico. La disolución es de color rojo que indica la presencia de V(V).

Cuestiones:

- ¿Para qué se agrega HCl concentrado y se hierve hasta reducir el volumen a la mitad, aproximadamente?

Para que reduzca el V (V) a catión vanadilo , VO_2^+ , azul, por ebullición



2. ¿Para que se agrega Na_2HPO_4 ?

Para complejar el exceso de Fe^{3+}

3. Indicar la naturaleza del compuesto rojo que sirve para identificar V(V).

El V (IV) formado reduce el Fe^{3+} a Fe^{2+}



Y este Fe^{2+} se identifica por el color rojo oscuro que origina con la dimetilglioxima en medio amoniacal.

Ensayo de Cr(VI)

En un tubo de ensayo tomamos 5 gotas de disolución y agregamos H_2SO_4 2N hasta medio ácido. Enfriamos la disolución, y añadimos 0,5 ml de éter etílico y un par de gotas de H_2O_2 al 3%. Agitamos. Obtenemos un color azul que indica Cr(VI).

Cuestiones:

- ¿Por qué es preciso enfriar la disolución?

Porque la elevación de temperatura originada al ponerse en contacto el líquido (alcalino) con el ácido, puede perturbar la reacción. Por eso es conveniente acidular y enfriar antes de añadir H_2O_2 .

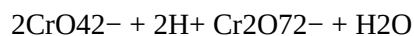
- Indicar la naturaleza del compuesto azul.

El color azul es debido a la formación de CrO_5 .



- ¿Qué color presenta una disolución de cromato y como afecta el pH del medio?

CrO_4^{2-} amarillo, a valores de pH próximos a 6 el cromato acepta protones transformándose en HCrO_4^- y $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ de color rojo-naranja.



Ensayo de Mo(VI)

Tomamos 5 gotas de disolución y agregamos HCl 2N hasta acidez. Añadimos 6 gotas de disolución de KSCN 0,5N y 2 gotas de disolución de SnCl_2 0,5N. Se pone rojo vino que indica Mo(VI).

Cuestiones:

- ¿Para qué se agrega SnCl_2 ?

Al agregar el SnCl_2 el color rojo del Fe^{3+} desaparece. Si una vez añadida la disolución permanece roja, este

color es debido a la presencia de Mo(VI).

- Indicar la naturaleza del compuesto rojo.

Según BABKO, de los posibles tiocianatos de Mo(V) el único que presenta color es el Mo(SCN)5

SEPARACION Y ANALISIS DEL SEGUNDO GRUPO: Sn(II,IV), Sb(III,V)

Procedimiento:

Tomamos 5 ml de la muestra y hacemos el tratamiento con Na₂CO₃ (descrito anteriormente). Lavamos con agua caliente (0,5 ml) y adicionamos 3 gotas de NH₄NO₃. Adicionamos 1,5 ml de HCl 1:1 y 5 gotas de H₂O₂ 3% . Calentamos suavemente (La disolución es de color verde y al enfriarse se pone transparente). Centrifugamos y separamos . Nos quedamos con el precipitado y desechamos el sobrenadante . Añadimos 3 ml de agua caliente y centrifugamos . Separamos y desechamos la disolución . Repetimos el tratamiento del precipitado y lo secamos al baño maría. Procedemos a los ensayos.

Cuestiones:

- Aparte del carácter ácido, el ácido nítrico concentrado es oxidante, ¿sobre qué iones de los presentes se manifiesta este carácter?

Ag (I) y Cu(II)

Ensayo de Sn(IV)

Tomamos una porción de la disolución y le añadimos unas limaduras de hierro (se pone amarillo verdoso). Calentamos ligeramente (se pone verde turbio) y dejamos unos minutos. Aparecen unos copos negros que nos indican la presencia de Sb.

Separamos los sólidos y añadimos dos gotas de disolución de HgCl₂ 0,5N. Nos aparece un precipitado gris que nos indica Sn(IV).

Cuestiones:

- ¿Podría agregarse cinc en vez de hierro? ¿Por qué?

No. Para la identificación del Sn(IV) se recurre a la reducción de éste a Sn²⁺ mediante hierro o aluminio en polvo, y no cinc ya que lo reduciría a estaño elemental

- Escribir las reacciones que tienen lugar.



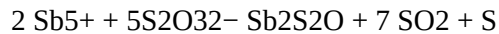
Pueden salir unos copos debido al antimonio.

Ensayo de Sb(V)

Cogemos una porción de la disolución y la neutralizamos con NaOH 2M. Añadimos igual volumen de EDTA al 5% y 0,5 g de Na₂S₂O₃ sólido y hervimos 1 minuto. El precipitado anaranjado nos indica Sb(V).

Cuestiones:

- Escribir las reacciones que tienen lugar.



rojo anaranjado

SEPARACION Y ANALISIS DEL TERCER GRUPO: Ag(I), Pb(II).**Procedimiento:**

Tomamos 5 ml de la muestra y le echamos 1 ml de HNO_3 hasta color rojo del papel indicador (medio ácido). Adicionamos HCl 2N gota a gota hasta que no apreciamos precipitación. Centrifugamos para poder apreciar si nos queda precipitado. Agitamos y calentamos suavemente. Enfriamos y tomamos el precipitado. Lavamos con 0,5 ml de agua fría acidulada con 1 gota de HCl 2 N. Enfriamos y separamos el residuo de la disolución al que le agregamos 1 ml de agua hirviendo. Agitamos y centrifugamos en caliente. Con el precipitado resultante procedemos al ensayo de Ag(I) y con la disolución al de Pb(II) .

Cuestiones:

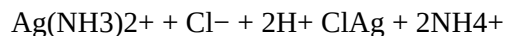
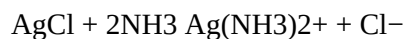
1. Cuando se trata de separar AgCl y PbCl_2 de la disolución se recomienda centrifugar en frío. ¿Por qué? Porque el PbCl_2 es soluble en caliente, y centrifugando en frío conseguimos que precipite también. Por esta misma razón centrifugamos en caliente en el último paso para separar el AgCl del PbCl_2 .

Ensayo de Ag(I)

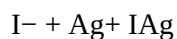
Tratamos el precipitado de AgCl con 0,5 ml de NH_3 2M y agitamos. Observamos la disolución del mismo. Agregamos HCl 2N a una parte de la disolución amoniacal hasta acidez. Aparece un precipitado blanco que nos indica Ag(I) . Adicionamos 5 gotas de disolución de KI 0,5M a otra porción de la disolución amoniacal y nos aparece un precipitado blanco amarillento que nos asegura la presencia de Ag(I) .

Cuestiones:

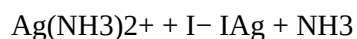
- ¿Que reacciones tienen lugar entre la Ag(I) , el amoníaco, el ion cloruro y el ion yoduro?



Incoloro



Blanco amarillento



acuoso

- AgCl y AgI ¿son solubles en NH_3 ? ¿Por qué?

Sí. Porque forma complejos aminados más estables que los correspondientes precipitados básicos.

Ensayo de Pb(II)

El PbCl_2 es soluble en caliente, por lo que enfriamos la disolución y observamos la formación de unos cristales blancos que nos indica la presencia de Pb(II)

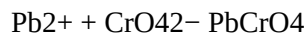
Para confirmarlo agregamos a otra parte de la disolución, en medio neutro, unas gotas de disolución K_2CrO_4 y nos aparece un precipitado amarillo.

Cuestiones:

- Escribir las reacciones de precipitación que tienen lugar en los diferentes ensayos descritos.



amarillo



amarillo

SEPARACION Y ANALISIS DEL CUARTO GRUPO: Sr(II), Ba(II)

Procedimiento:

Adicionamos a la muestra 1ml de HNO_3 , y HCl 2N gota a gota hasta que no se aprecie precipitación. Agitamos y calentamos suavemente. Dejamos que se enfríe y separamos. Agregamos a la disolución 10 gotas de $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$. Calentamos a ebullición y dejamos durante 5 minutos al baño maría. Centrifugamos, separamos y nos quedamos con el precipitado (con la disolución haremos la separación y análisis del 5º y 6º grupo).

Lavamos con 1 ml de agua fría agitando durante 1 ó 2 minutos. Centrifugamos, separamos y nos quedamos con el residuo insoluble. A continuación procedemos a los ensayos de Sr(II) y de Ba(II) .

Análisis de cationes :

Adicionamos al precipitado 10 gotas de $\text{Na}_2\text{-EDTA}$ al 5%, 1 gota de indicador mixto (disolución violeta), y unas gotas de NaOH 0.05N hasta que la disolución se pone de color verde que nos indica que está a $\text{pH}=5.6$.

Calentamos al baño maría durante unos minutos y se pone de color violeta (ya que se disuelve SrSO_4), por lo que adicionamos unas gotas de NaOH hasta color verde. Dejamos enfriar y centrifugamos.

Determinación de Ba(II):

Tomamos el precipitado (de color blanco) y le adicionamos 4 gotas de NH_4OH concentrado y 10 gotas de $\text{Na}_2\text{-EDTA}$. Calentamos a baño maría. La disolución es de color celeste y le añadimos H_2SO_4 2N hasta color violeta del indicador. Calentamos y aparece un precipitado de color blanco de BaSO_4 que nos indica la presencia de Ba(II)

Determinación de Sr(II):

Tomamos la disolución (de color verde) y le añadimos H_2SO_4 2N hasta que la disolución se pone de color violeta. Aparece un precipitado blanco de SrSO_4 que indica Sr(II).

Cuestiones:

- ¿Cómo podrían separarse Sr(II), Ba(II) y Pb(II)?

Añadir a la disolución problema 10 gotas de disolución saturada de sulfato amónico. Calentar a ebullición a fuego directo y luego poner al baño María alrededor de 5 minutos. El Ba(II) precipita enseguida, el Sr(II) y el Pb(II) tardan en precipitar, el Ca(II) solo lo hará si su concentración es elevada. Centrifugar y separar el líquido del precipitado.

El precipitado del sulfato anterior, que debe tener reacción neutra eliminando cualquier acidez por reiterados lavados con agua, se trata con un mililitro de $\text{Na}_2\text{-EDTA}$ al 5%. Calentar suavemente y centrifugar.

El líquido claro, que tendrá un $\text{pH}=4,5$ correspondiente al $\text{Na}_2\text{-EDTA}$, habrá disuelto el sulfato de plomo en forma de PbY_2^- . Separar el líquido del precipitado, identificar el Pb(II) a partir del líquido. Tratar el residuo de sulfatos con 10 gotas de $\text{Na}_2\text{-EDTA}$ al 5%, 1 gota de indicador mixto (mezcla de volúmenes iguales de disoluciones en etanol de rojo de metilo al 0,2% y azul de metileno al 0,1%) y gotas de NaOH 0,05 N justo hasta el color verde del indicador ($\text{pH}=5,6$). A este pH se disuelve solo el SrSO_4 para formar SrY_2^- . Calentar unos minutos al baño María. Si hay un cambio a color violeta al calentar (disminución del pH), señal de que se está disolviendo el SrSO_4 , se añaden más gotas de NaOH 0,05N hasta recuperación del color verde. Centrifugar. El residuo es BaSO_4 . En la disolución se realizan los ensayos de Sr(II) para su identificación.

Al residuo obtenido le añadimos 4 gotas de amoníaco concentrado y 10 gotas de $\text{Na}_2\text{-EDTA}$ al 5%. Calentar al baño María hasta disolución del precipitado. Efectuar los ensayos de identificación del Ba(II)

SEPARACION Y ANALISIS DEL 5° Y 6° GRUPOS.

Procedimiento:

Añadimos a la muestra (color verde) 1 ml de HNO_3 , 1 g de NH_4Cl sólido, y disolución de NH_3 concentrada, gota a gota, hasta que huele a amoníaco de forma persistente. Calentamos al baño María durante 1 minuto, centrifugamos y separamos:

A) Precipitado: Separación y análisis del quinto grupo.

B) Disolución: Ensayos del sexto grupo.

A) Disolvemos el precipitado (que es de color marrón) con 2 ml de HCl 2M y reprecipitamos. La disolución que obtenemos la unimos a la del grupo 6, y el precipitado lo lavamos con H_2O caliente y lo disolvemos con 3 ml de HCl 2M. Con esta disolución procedemos a los ensayos del grupo 5°.

-Ensayos del 5° grupo: Fe(III), Cr(III):

Ensayo de Fe(III):

Ponemos una gota de disolución en papel de filtro y le echamos 1 gota de disolución KSCN 0.5M. Nos aparece una mancha de color rojo que nos indica Fe(III).

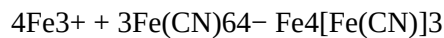
Cuestiones:

- Escribir la fórmula del compuesto rojo que se forma.

Se forman complejos tiocianato, desde $\text{Fe}(\text{SCN})_2^{2+}$ hasta $\text{Fe}(\text{SCN})_6^{3-}$

- El $\text{Fe}(\text{III})$ también se puede identificar con ferrocianuro de potasio. Describir en qué consiste este ensayo y nombrar el compuesto que se forma de acuerdo con la nomenclatura IUPAC.

El ferrocianuro de potasio forma con el Fe^{3+} un precipitado azul intenso (azul de Prusia o azul de Berlín) de ferrocianuro férrico:



El precipitado no se disuelve en los ácidos diluidos, y con los alcalis fuertes se descompone en ferrocianuro e hidróxido férrico. Se disuelve en ácido oxálico con intenso color azul.

La reacción no es muy sensible y nada selectiva, dado que la mayoría de los cationes precipitan con ferrocianuro. Sin embargo, por la intensidad del color azul, que se aprecia bien sobre las tonalidades generalmente claras de los demás ferrocianuros que pueden precipitar, constituye un ensayo útil para la identificación de hierro.

Procedimiento:

En la placa de gotas se mezcla una del problema y otra del reactivo. Si el hierro es ferroso, se oxida previamente con un cristal de persulfato potásico. Precipitado azul, indica hierro.

- ¿Qué color presenta el $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$?

A pH próximo a 2 se produce el precipitado de $\text{Fe}(\text{OH})_3$ que le da un color pardo rojizo.

- ¿Qué color presenta el ion $\text{Fe}(\text{III})$ en disolución?

Amarillo producido por el $\text{Fe}(\text{OH})_2^{2+}$ y por $\text{Fe}(\text{OH})_2^{2+}$

- Si el problema hubiese contenido inicialmente $\text{Fe}(\text{II})$ ¿en qué forma se encontraría en este grupo? ¿Por qué?

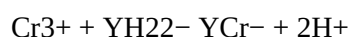
Como $\text{Fe}(\text{OH})_2$ precipitado alrededor de $\text{pH}=8$. Este $\text{Fe}(\text{OH})_2$ se oxida rápidamente con el oxígeno ambiental produciendo $\text{Fe}(\text{OH})_3$ y otros compuestos de $\text{Fe}(\text{III})$.

Ensayo de $\text{Cr}(\text{III})$:

A 2 ml de disolución agregamos 0.5 ml de EDTA al 5% y 0.2 g de NaF sólido. Calentamos suavemente al baño maría y aparece un color violeta que nos indica $\text{Cr}(\text{III})$

Cuestiones:

- Escribir la fórmula del compuesto violeta.



violeta

- ¿Para qué se agrega NaF?

Para el enmascaramiento del posible Fe^{3+} y disminución de la acidez

- ¿Qué color presenta el ion Cr(III) en disolución?

Se encuentra formando autocomplejos simples y mixtos con los aniones existentes en la disolución; la diversidad de estos complejos determina el color de las disoluciones de cromo que presentan tonalidades verde, violeta y, a veces, gris

- ¿Qué color presenta el $\text{Cr}_2\text{O}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$?

Verde

-Ensayos del 6° grupo: Cu(II), Ni(II), Co(II).

Ensayo de Cu(II):

Tomamos 0.5 ml de la disolución amoniacal y la neutralizamos con HCl diluido. Agregamos 5 gotas de disolución KCN 1M, 0.5 ml de tetrabase y agitamos. Nos aparece un precipitado azul que nos indica Cu(II).

Cuestiones:

- Escribir la fórmula del complejo amoniacal de Cu(II).

$\text{Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+}$ azul intenso

- Escribir la fórmula del tetrabase.
- ¿Qué ocurre y para qué se agrega KCN?

El cianuro potásico decolora las soluciones azules amoniacales del complejo tetraamincuprico por transformación en el complejo cianurado, más estable; por ser el medio alcalino no se forma $(\text{CN})_2$ sino (CN^-)



Ensayo de Ni(II):

Ponemos 1 gota de la disolución de los complejos amoniacales en papel de filtro y agregamos 1 gota de dimetilglioxima. Aparece una mancha roja que indica Ni(II).

Cuestiones:

- Escribir la fórmula del compuesto formado.

Ensayo de Co(II):

A 5 gotas de la disolución amoniacal le agregamos 10 gotas de EDTA al 5% y 2 gotas de H_2O_2 al 3%. Calentamos al baño maría unos minutos. El color azul de la disolución que pasa a violeta nos indica Co(II).

Cuestiones:

- Escribir la fórmula del compuesto formado.

$\text{CoY}(\text{OH})_2^-$ que pasa a CoY^-

Azul violeta

- Otra forma de identificar Co(II) es la reacción de Ilinski ¿En qué consiste?

Acidulamos con acético 4 gotas de la disolución y se hierve. Añadir, poco a poco y agitando, esta mezcla sobre un volumen doble de otra preparada en el acto disolviendo unos cristales de KSCN en etanol o en acetona. Color azul o azul verdoso intenso.

ANÁLISIS CUALITATIVO.

IDENTIFICACIÓN DE ANIONES

S^{2-} : Disolución alcalina

Fundamento: Precipitación del sulfuro de plata negro que compleja suficientemente al ión Ag^+ .

Reactivo: Nitrato de plata al 25%.

Procedimiento: A 5 gotas de problema le agregamos 5 gotas de nitrato de plata y agitamos

Efectivamente se produce un precipitado negro que corresponde al sulfuro de plata.

$\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$: Disolución ligeramente ácida, neutra o alcalina.

Fundamento: En presencia de Ag^+ los tiosulfatos dan en caliente, un precipitado de sulfuro de plata negro.

Reactivos: Nitrato de plata al 25%.

Procedimiento: A 10 gotas de problema le agregamos 5 gotas de nitrato de plata. Calentamos durante 30 segundos al baño María y centrifugamos.

SO_4^{2-} : Disolución ácida, neutra o alcalina

Fundamento: Precipitación del sulfato de bario en medio ácido.

Reactivos: HCl 4N; $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ en disolución al 10%.

Procedimiento: A 10 gotas de problema le agregamos 10 gotas de HCl . Calentamos 1 minuto al baño María. Añadimos a la disolución clara 5 gotas de cloruro bórico y esperamos 1 minuto.

Se produce un precipitado blanco que es debido al sulfato de bario.

SCN^- : Disolución ácida, neutra o alcalina.

Fundamento: Formación, en medio ácido fuerte, el complejo $\text{Fe}(\text{SCN})_2^+$.

Reactivos: Disolución de cloruro férrico ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) de 25g/l; HCl 2N

Procedimiento: A 5 gotas de problema, acidificadas con HCl, le agregamos 5 gotas de sal férrica.

Observamos una mancha color rojo sangre.

ClO₃⁻: Disolución ácida, neutra o alcalina.

Fundamento: Reducción del clorato y precipitación del cloruro de plata.

Reactivos: Nitrato de plata al 25%; Nitrito potásico sólido; HNO₃ 4N.

Procedimiento: A 10 gotas de disolución problema neutra la agregamos 5 gotas de nitrato de plata. Centrifugamos, Agregamos unos cristales de nitrito potásico y observamos la precipitación del cloruro de plata que es de color blanco.

F⁻: Disolución ácida, neutra o alcalina.

Fundamento: Las sales de Zr⁴⁺ dan, con alizarina S. Una coloración roja. La presencia de F⁻ hace desaparecer esta coloración por formación de un complejo estable de Zr⁴⁺.

Reactivos: Nitrato de circonio (0,05 g en 50 ml de HCl 12N); alizarina S (0,05 g en 50 ml de agua). Mezclar ambas disoluciones en el momento del ensayo.

Procedimiento: A 5 gotas de la mezcla de reactivos (naranja) le añadimos 5 gotas de disolución a analizar (en acidez de HCl 4N). Se observa la decoloración del reactivo. El color final es amarillo que es producido por la alizarina S en medio ácido).

C₂O₄²⁻: Disolución ácida, neutra o alcalina.

Fundamento: Se usan las dos siguientes propiedades que son una prueba específica de oxalatos:

- El C₂O₄Ca es poco soluble en medio acético
- El H₂C₂O₄ reduce el permanganato en medio sulfúrico diluido en caliente.

Reactivos: Solución de CaCl₂ · 2H₂O al 10%; Solución de KMnO₄ al 0,02%; H₂SO₄ 9N; Tampón acético (56 g acetato sódico + 25 ml de ácido acético por cada 100 ml de disolución).

Procedimiento: A 5 gotas de disolución le añadimos 2 gotas del tampón y 1 gota de cloruro cálcico (precipitado blanco). Calentamos al baño María durante 1 minuto. Centrifugamos. Lavamos tres veces el precipitado con 3 gotas de agua. Tratamos el precipitado con 1 gota de ácido sulfúrico y 1 gota de permanganato (disolución rosa y precipitado blanco). Calentamos (se disuelve el precipitado y la disolución se pone blanca y turbia). Se produce la decoloración del permanganato.

Fe(CN)₆⁴⁻ (ferrocianuro): Disolución ácida neutra o alcalina. (color amarillo)

Fundamento: Formación del azul de Prusia o ferrocianuro férrico en medio ácido.

Reactivo: disolución de cloruro férrico (Cl₃Fe · 6H₂O) 25 g/l (color naranja).

Procedimiento: A 5 gotas de disolución problema en medio ácido añadimos 5 gotas del reactivo. Precipitado azul.

Fe(CN)₆³⁻ (ferrocianuro) : Disolución ácida, neutra o alcalina

Fundamento: Formación del ferrocianuro ferroso o azul de Turnbull

Reactivo: disolución de sulfato ferroso ($\text{SO}_4\text{Fe} \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) al 5% en ácido sulfúrico 1N.

Procedimiento: A 5 gotas de disolución problema en medio ácido añadimos 5 gotas del reactivo. Se produce un precipitado azul.

I-: disolución ácida, neutra o alcalina.

Fundamento: oxidación selectiva del yoduro a yodo por la acción del nitrito en medio acético. El yodo se extrae a continuación en tetracloruro de carbono.

Reactivo: Ácido acético; nitrito potásico sólido; Tetracloruro de carbono.

Procedimiento: A 6 gotas de disolución problema en medio neutro le añadimos 4 gotas de ácido acético y, a continuación, un poco de nitrito sólido. Se produce una disolución amarilla-verde y un precipitado negro. Agitamos con 6 gotas de tetracloruro de carbono. Se produce la coloración en la capa orgánica que es de color rosa.

ANÁLISIS INSTRUMENTAL.

PRACTICA 1:

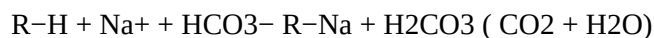
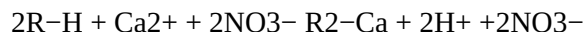
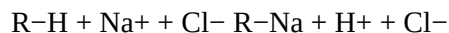
DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN IÓNICA TOTAL DEL AGUA CORRIENTE MEDIANTE CROMATOGRAFÍA DE CAMBIO IÓNICO.

Fundamento

Los iones presentes en el agua son : Na^+ , K^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Cl^- , SO_4^{2-} , HCO_3^- y NO_3^- , deiendo ser iguales el número de meq/l de cationes y aniones para satisfacer la necesaria electroneutralidad de la disolución.

El ión HCO_3^- es un anión procedente de un ácido débil y por tanto, una base que puede ser valorada con ácido clorhídrico contrastado.

Por otra parte, al pasar un volumen medido de agua por una resina cambiadora e cationes en ciclo de hidrógeno, tienen lugar reacciones de intercambio como las siguientes:



De forma que las sales presentes se convierten en los correspondientes ácidos que pueden ser valorados con una disolución contrastada de NaOH, excepto el ácido carbónico, que es un ácido muy débil y además se elimina en forma de CO_2 . Naturalmente, el número total de meq/l de aniones, será la suma de los obtenidos en la valoración con HCl y en la valoración con NaOH.

Reactivos

– HCl 2N Naranja de metilo

– HCl 0,02N Fenolftaleína

– NaOH 0,02N

Procedimiento

- Valoración del ión HCO_3^- con HCl

Medimos con una pipeta 100ml de agua y los introducimos en un erlenmeyer de 250ml.

Añadimos 2 o 3 gotas de naranja de metilo y valoramos con HCl 0,002 N. Valoramos hasta viraje de amarillo a naranja.

- Valoración de los restantes aniones previo intercambio iónico.

Preparamos una columna de intercambio iónico conteniendo un lecho de resina catiónica de unos 5 cm de altura. Ponemos la resina catiónica en ciclo hidrógeno y pasamos por ella 20ml de HCl 2N a una velocidad de flujo de 1 gita por segundo y lavamos la resina con agua destilada hasta que las aguas de lavado, den reacción neutra y no consuman más de 1 o 2 gotas de NaOH 0,02N para hacer virar la fenolftaleína. Pasamos a continuación por la resina 50 ml de agua en dos porciones de 25ml a una velocidad de 1 gota por segundo y recogemos la muestra en un matraz erlenmeyer de 250ml. Lavamos la resina con 20ml de agua destilada, recogemos las aguas de lavado en el erlenmeyer. Calentamos la disolución problema para expulsar el CO_2 , añadimos 2 ó 3 gotas de fenolftaleína y valoramos con una disolución de NaOH 0,02N hasta que aparece el primer tinte rosado que permanece unos minutos.

Resultados:

	MUESTRA 1	MUESTRA 2
VHCl GASTADO (ml)	18,2	18,5
VNaOH GASTADO (ml)	3,1	2,9

Calculos:

Muestra 1

–HCl

$$0,02 \text{ eq HCl} \times 18,2 \text{ ml} = 0,000364 \text{ eq}$$

1000 ml

$$0,000364 \text{ eq} = 3,64 \cdot 10^{-6} \text{ eq /ml}$$

100 ml disolución

$$3,64 \cdot 10^{-6} \text{ eq / ml} \times 1000 \text{ ml} \times 1000 \text{ meq} = 3,64 \text{ meq/l}$$

1 L 1 eq

-NaOH

$$0,02 \text{ eq} \times 3,1 \text{ ml} = 0,062 \cdot 10^{-3}$$

1000 ml

$$0,062 \cdot 10^{-3} \text{ eq} = 0,62 \cdot 10^{-6} \text{ eq/ml} = 0,62 \text{ meq/l}$$

100 ml

$$\text{meq/l totales de aniones} = 4,26 \text{ meq/l}$$

Muestra 2:

HCl

$$0,02 \text{ eq} \times 18,5 \text{ ml} = 0,00037 \text{ eq}$$

1000 ml

$$0,37 \cdot 10^{-3} = 3,7 \cdot 10^{-6} \text{ eq/ml} = 3,7 \text{ meq/l}$$

100 ml

NaOH

$$0,02 \text{ eq} \times 2,9 \text{ ml} = 0,058 \cdot 10^{-3} \text{ eq}$$

1000 ml

$$0,058 \cdot 10^{-3} \text{ eq} = 0,58 \cdot 10^{-6} \text{ eq/ml} = 0,58 \text{ meq/l}$$

100 ml

$$\text{meq/l totales de aniones} = 4,28 \text{ meq/l}$$

PRÁCTICA 2:

VALORACIÓN CONDUCTIMÉTRICA DE UNA MEZCLA DE ÁCIDO CLORHÍDRICO ÁCIDO Y ACÉTICO.

Fundamento

La valoración conductimétrica es la más adecuada para la determinación de una mezcla de ácidos clorhídrico y acético ya que las volumetrías clásicas y las potenciométricas no resuelven satisfactoriamente el problema. Debemos medir la conductividad de la disolución conforme añadimos el agente valorante (en nuestro caso NaOH 0,5 N). Con los datos experimentales, se realizará una gráfica volumen adicionado-conductividad de la que se obtienen los puntos finales de la valoración para cada uno de los ácidos.

Material y reactivos

- NaOH 0.5N
- vasos de precipitado de 250 ml
- Conductímetro
- Bureta
- Agitador

Procedimiento

En un vaso de precipitado de 250 ml introducimos 25 ml de la disolución problema y diluimos con agua destilada hasta unos 200 ml. Medimos la conductividad de esta disolución. Vamos añadiendo volúmenes de 0,5 ml de disolución de NaOH 0,5N y medimos la conductividad en cada adición.

ml de NaOH (0,5M)	μS/cm	ml de NaOH	μS/cm
0	2,87 mS/cm	6	1501
0,5	2,51 mS/cm	6,5	1605
1	2,16 mS/cm	7	1675
1,5	1739	7,5	1779
2	1365	8	1959
2,5	1089	8,5	2,16 mS/cm
3	977	9	2,40 mS/cm
3,5	1049	9,5	2,79 mS/cm
4	1113	10	3,12 mS/cm
4,5	1203	10,5	3,38 mS/cm
5	1312	11	3,7 mS/cm
5,5	1388		

Punto de equivalencia de HCl 3ml

$$25 \text{ ml} \cdot \text{NHCl} = 3 \text{ ml} \cdot 0,5 \text{ NHCl} = 0,06 \text{ N}$$

$$25 \text{ ml} \cdot \text{NACH} = 4,5 \text{ ml} \cdot 0,5 \text{ NACH} = 0,09 \text{ N}$$

PRÁCTICA 3:

DETERMINACIÓN ESPECTROFOTOMÉTRICA DE HIERRO TOTAL

(Fe²⁺ + Fe³⁺) EN VINOS.

Fundamento

La determinación se basa en medir la absorbancia del complejo rojo formado por el ión Fe(II) y

1,10-fenantrolina y relacionarla con la concentración de analito en la muestra.

Material y aparatos

–Matraces aforados de 50 ml

–Pipetas

–Espectrofotómetro

Reactivos

–Disolución de Fe^{2+} de 200 ppm, preparada por pesada de $(\text{SO}_4)_2\text{Fe}(\text{NH}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

–Disolución $2 \cdot 10^{-3}\text{M}$ de 1,10–fenantrolina.

–Disolución al 20% de clorhidrato de hidroxilamina.

–Disolución 0,1M de acetato sódico.

Procedimiento

Introducimos 10 ml de vino en un matraz aforado de 50 ml, añadimos 2 ml de clorhidrato de hidroxilamina (para reducir todo el Fe^{3+} a Fe^{2+} que es el que forma el complejo coloreado con la fenantrolina), 10 ml de acetato sódico (para pner el pH adecuado), 5 ml de 1, 10–fenantrolina (en exceso para que todo el Fe^{2+} forme complejo) y enrasamos con agua destilada. Construimos una curva de calibrado procediendo de la forma antes descrita, pero añadiendo además cantidades de 1,2,3 y 4 ml de disolución patrón de Fe^{2+} de 20 ppm.Enrasamos con agua destilada. Esperamos unos 10 minutos y medimos la absorbancia de todas las disoluciones a 510 nm

Datos experimentales

ml $\text{Fe}(\text{II})$	Ppm $\text{Fe}(\text{II})$	$A \times 10^3$
1	0,4	0,429
2	0,8	0,546
3	1,2	0,565
4	1,6	0,650
muestra	0	0,347

Calculos:

$$A = 0,183x + 0,353 \quad r = 0,99$$

Para $A = 0$

$$C_{\text{Fe}^{2+}} = 0,183 = 0,518 \quad 0,515 \times 50 \text{ ml} = 2,59 \text{ mgL}^{-1}$$

$$0,353 \quad 10 \text{ ml}$$

PRÁCTICA 4:

DETERMINACIÓN FLUORIMÉTRICA DE QUININA EN AGUA DE TÓNICA COMERCIAL.

Fundamento:

La fluorescencia consiste en la absorción de radiación electromagnética por parte de las moléculas, que pasan a estado excitado, para posteriormente emitir parte de esa energía también en forma de radiación electromagnética. La intensidad de radiación emitida es proporcional a la concentración de fluorógeno en la muestra.

Un compuesto fluorógeno es el sulfato de quinina. Este compuesto se encuentra en el agua de tónica y en esta práctica se propone su determinación. Presenta una eficacia cuántica de fluorescencia bastante elevada, utilizándose por ello como patrón de fluorescencia. Asimismo se utiliza como indicador fluorescente ácido-base: intervalo de viraje 9,5 – 10 (fluorescente – no fluorescente). Es extremadamente sensible a la presencia de iones haluros, de forma que en HCl 0,1N no es fluorescente.

La máxima intensidad de fluorescencia la presenta en H₂SO₄ 0,1N. Máximos de excitación: 250 y 350 nm (longitud de onda de emisión = 450 nm). Máximos de emisión :450 nm (longitud de onda de excitación = 350)

Material e instrumentación.

- Vasos de precipitado de 500 ml.
- Matrices aforados de 50, 100, y 1000 ml.
- Pipetas de 1,2,5 y 10 ml
- Espectrofluorímetro.

Disoluciones necesarias.

- Disolución de ácido sulfúrico 0,1M.
- Disolución de sulfato de quinina en H₂SO₄ 0,1M de 1mg/l

Procedimiento operatorio.

– Preparación de la curva de calibrado.

En un matraz de 50ml preparamos una disolución que contenga 80 µg/l de sulfato de quinina en ácido sulfúrico 0,1M.

Introducimos una elícuota de la disolución anterior en la cubeta de cuarzo de 1cm de paso de luz y registamos el espectro de excitación, tomando como longitud de onda de emisión 450 nm. Utilizando la longitud de onda de excitación máxima, registamos el espectro de emisión.

Partiendo de la disolución de 1000 µg/l, preparamos 4 disoluciones que contienen 20, 40, 60 y 80 µg/l de sulfato de quinina en ácido sulfúrico 0,1N. Medimos la intensidad de fluorescencia emitida, en las condiciones óptimas antes establecidas y representamos la intensidad de fluorescencia frente a la concentración de analito (sulfato de quinina).

Nº	ml DE PATRÓN 1000 µg/L	ml de H ₂ SO ₄ 1M	ml DE AGUA	CONCENTRACIÓN FINAL	INTENSIDAD DE FLUORESCENCIA
1	1	5	44	20	0,49
2	2	5	43	40	0,90
3	3	5	42	60	1,23
4	4	5	41	80	1,85

$$A = 0,022[]_{\text{final}} + 0,015$$

$A = 0,49$ [] inicial = 0,022 ppm (mg/l)

$A = 0,90$ [] inicial = 0,04 ppm

Si

$A = 1,23$ [] inicial = 0,055 ppm

$A = 1,85$ [] inicial = 0,083 ppm

–Determinación del contenido de sulfato de quinina en el agua de tónica,

- Tratamiento de la muestra.

En un vaso de precipitado de 500 ml introducimos 100 ml de agua de tónica y se calienta lentamente para expulsar el CO₂. Dejamos enfriar e introducimos la muestra en un matraz aforado. Tomamos 3 ml de esta disolución, añadimos 5 ml de H₂SO₄ 1M y enrasamos con agua destilada hasta un volumen de 50 ml. De estos 50 ml cogemos 5 ml y lo llevamos hasta 50 ml, es decir, diluimos 10 veces.

- Medida de la fluorescencia

Introducimos una porción de la muestra en la cubeta y medimos la intensidad de fluorescencia a la longitud de onda de emisión de 450 nm con una longitud de onda de excitación de 350 nm

PRÁCTICA 5:

DETERMINACIÓN DE COBRE EN VEGETALES POR CÁMARA DE GRAFITO

Procedimiento:

2gr de una hoja triturada los ponemos en un crisol. Los tenemos en la mufla 4h a 550°C (acenizamos la muestra). Las cenizas las disolvemos utilizando 10 ml de HCl 2N. Lo pasamos por un papel de filtro para eliminar los residuos sólidos que no se hayan disueltos. Pasamos a un matraz de 50ml y enrasamos con agua destilada. Utilizamos la mejor de las técnicas que existen para la determinación de metales la cual es la espectrofotometría de adsorción atómica.

Existen variedades:

–La tradicional utiliza para atomizar la muestra una llama.

–Otra variedad es la cámara de grafito o atomización electrotermica que es más sensible que la primera y más sofisticada.

–hay otras variedades en las cuales la atomización se lleva a cabo en medio de un plasma de alta energía.

La técnica de adsorción atómica consiste en:

Una lámpara que emite una radiación electromagnética de una determinada longitud de onda. Para el cobre sería 324,8 nm que corresponde a la energía que hace falta para excitar un electrón en el cobre. La lámpara tiene que ser específica para el elemento que queramos determinar. Algunos sirven para varios elementos. Esta máquina sirve para : Cr, Co, Cu, Fe, Mn, Ni.

En el centro hay un sistema que es el que atomiza la muestra, la disgrega en átomos y mantiene en una zona los átomos que queremos determinar.

En la cámara de grafito la atomización se lleva a cabo en un tubo pequeño en el que se introduce la muestra por un pequeño orificio y podemos controlar la temperatura exterior con una fuente de calor potente. Se pueden alcanzar temperaturas de 3000°C. Cuando una corriente eléctrica llega al tubo de grafito se calienta ya que es una resistencia.

Pasos

- Colocar la lámpara adecuada y alinearla con el sistema.
- Abrir el agua y el gas.
- Encender el horno.
- Usamos ácido nítrico 1% para limpiar.
- Introducimos disoluciones de 5,10,20 ppb.
- Hacemos blanco a la disolución de nítrico.

Vial 1 25 ppb

Vial muestra

5 y 20 de agua con HNO₃

10 y 15 de agua con HNO₃

20 y 5 de agua con HNO₃

De la muestra diluimos 5 veces.

La temperatura va a aumentar de la siguiente forma:

Tª ambiente 2s 90° (20s) 15s 130°C (10s) 20s 1200°C (30s)

Se elimina aseguramos que Tª de calcinación. Es la

suavemente el agua no hay agua máxima para calentar la muestra

pero no perder el Cu

0s 2300°C (83s) 1s 2500°C (3s)

Tª de atomización. Volatilizar todo y

Se libera el Cu. Se realiza la medida arrastrarlo con el Argón.

De la absorbancia

Resultados

$$4,5 \text{ ppb m} = 0,005$$

$$9,1 \text{ ppb r} = 1$$

$$19,9 \text{ ppb b} = 0$$

$$5 \cdot (32,9) \mu\text{g/l} \cdot 50 \cdot 10^{-3} = 8,225 \mu\text{g}$$

$$8,225 \mu\text{g} = 4,11 \mu\text{g Cu}$$

$$2 \text{ gr vegetal gr vegetal}$$

$$1$$

$$15$$