

• DETERMINACION DE CLORUROS EN UNA MUESTRA ACUOSA MEDIANTE LOS METODOS DE PRECIPITACION MOHR Y VOLHARD

• OBJETIVOS

- Aplicar los principios teóricos de las volumetrías de precipitación mediante los métodos de Mohr y Volhard.
- Determinar la concentración de cloruros en una muestra acuosa mediante los métodos de Mohr y Volhard.
- Aplicar los conceptos estadísticos T Student y prueba F para la comparación de los datos obtenidos por los métodos Mohr y Volhard.

• ASPECTOS TEÓRICOS

9.2.1 CLORUROS (Cl⁻): El ion cloruro (Cl⁻), es uno de los aniones inorgánicos principales en el agua natural y residual.

Los contenidos de cloruros de las aguas son variables y se deben principalmente a la naturaleza de los terrenos atravesados. Habitualmente, el contenido de ion de cloruro de las aguas naturales es inferior a 50 mg/L.

En el agua potable, el sabor salado producido por el Cl⁻ es variable y depende de la composición química del agua.

• VOLUMETRIAS DE PRECIPITACIÓN: En las volumetrías de

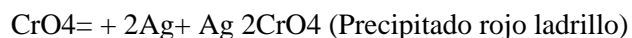
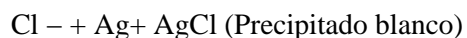
precipitación se mide el volumen de solución tipo, necesario para precipitar completamente un catión o anión del compuesto que se analiza.

Los métodos del Mohr y Volhard son ejemplos de volumetrías de precipitación.

• Método de Mohr: El método se utiliza para determinar iones cloruro y

bromuro de metales alcalinos, magnesio y amonio.

La valoración se hace con solución patrón de AgNO₃. El indicador es el ion cromato CrO₄⁼, que comunica a la solución en el punto inicial una coloración amarilla y forma en el punto final un precipitado rojo ladrillo de cromato de plata, Ag₂CrO₄. Las reacciones que ocurren en la determinación de iones cloruro son:



La solución debe tener un pH neutro o cercano a la neutralidad. Un pH de 8.3 es adecuado para la determinación.

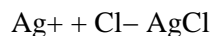
La solución patrón de AgNO₃ se puede preparar por el método directo dado que el nitrato de plata es un reactivo tipo primario; con el objeto de compensar los errores en la precipitación del punto final se prefiere el método indirecto y la solución se valora con NaCl químicamente puro. Cuando la solución tipo se prepara por el método indirecto no es necesario el ensayo en blanco, porque el exceso empleado en la valoración de la sustancia problema se compensa con el empleado en la valoración del AgNO₃.

- **Método de Volhard.** Este método de titulación se usa para la determinación de

plata y compuestos de plata, aniones que se precipitan con plata como Cl^- , Br^- , I^- , SCN^- y AsO_4^{3-} .

Para el caso de determinación de un anión, se acidula con HNO_3 , se agrega un exceso de solución tipo de AgNO_3 para precipitar el anión y se valora por retroceso el exceso de Ag^+ , con solución patrón de tiocianato de potasio; el indicador es el Fe^{3+} , que proporciona color rojo a la solución.

Las reacciones que ocurren en la determinación de iones cloruro son:



• ASPECTOS TEÓRICOS PARA CONSULTAR

- Qué son aguas naturales?
- Qué son aguas residuales?
- Qué son aguas potables?
- Con que fin se utilizan los métodos t Student y prueba F?

• MATERIALES, REACTIVOS Y EQUIPOS

- **MATERIALES:** 1 pipeta de 1mL, 1 pipeta aforada de 10 mL, una pipeta

aforada de 15mL, una bureta de 25 mL, 2 erlenmeyer de 250 mL, 1 probeta de 50 mL, 1 agitador de vidrio, 1 frasco lavador, papel indicador universal.

- **REACTIVOS:** NaCl 0.010 F, K_2CrO_4 4 al 5 % (p/v), solución de AgNO_3

aproximadamente 0.01 F, H_2SO_4 0.02 N, una muestra de solución acuosa con iones Cl^- , HNO_3 concentrado, solución de tiocianato de potasio aproximadamente 0.010 F, nitrato férrico al 60% (p/v), fenolftaleína al 0.1% (p/v) en etanol, nitrobenzono.

- **EQUIPOS:** Balanza analítica

• PROCEDIMIENTO

9.5.1 Determinación de cloruros por el método de Mohr:

9.5.1.1 Valoración de la solución de AgNO_3 , aproximadamente 0.01 F. Vierta 10 mL de la solución de NaCl 0.0100F en un erlenmeyer de 250mL; agregue 15 mL de agua y 1 mL de solución de cromato de potasio, titule la solución de AgNO_3 , hasta coloración rojo ladrillo. Determine el volumen de AgNO_3 , como el promedio de dos valoraciones que no difieran en más de 0.2 mL ; calcule la formalidad de solución de nitrato de plata.

9.5.1.2 Determinación de cloruros en una muestra: Mida 10mL de la muestra en un

erlenmeyer de 250ml; adicione 3 gotas de fenolftaleína. Si la solución se torna color rosado, titule con H_2SO_4 0.02N hasta que desaparezca la coloración.

Adicione 15 mL de agua destilada y 1 mL de indicador K_2CrO_4 4 , titule con solución patrón de nitrato de

plata hasta que aparezca color rojo ladrillo que permanezca por lo menos 30 segundos. Determine el volumen de AgNO_3 como el promedio de dos valoraciones que no difieran en más de 0.2mL. Calcule la concentración de cloruros de la muestra

• DETERMINACIÓN DE CLORUROS POR EL MÉTODO DE VOLHARD

9.5.2.1 Valoración de la solución de KSCN aproximadamente 0.010F. Vierta 10mL de la solución tipo de nitrato de plata en un erlenmeyer de 250 mL; agregue 15mL de agua destilada, 1 mL de HNO_3 concentrado y 2 mL de nitrato férrico y titule con la solución de tiocianato hasta que aparezca color rojo. Halle la formalidad de la solución a partir del promedio de dos valoraciones que no difieran en más de 0.2 mL.

9.5.2.2 Determinación de cloruros en una muestra. Mida 5mL de la muestra en un erlenmeyer de 250mL y acidule con HNO_3 ; agregue 10 mL de la solución tipo de AgNO_3 y 1 mL de nitrobenzeno; agite vigorosamente hasta que el precipitado coagule. Agregue 2 mL de nitrato férrico y valore por retroceso con la solución tipo de tiocianato hasta que aparezca color rojo semejante al obtenido en la titulación de la solución tipo. Informe el volumen consumido como el promedio de dos valoraciones que no difieran en más de 0.2mL. Determine la concentración de cloruros en la muestra.

• PREGUNTAS Y CALCULOS

- Complete la siguiente tabla y calcule la formalidad de la solución de nitrato de plata

AgNO_3 . Adicione los cálculos respectivos.

TABLA DE DATOS

INFORMACION REQUERIDA	ENSAYO 1	ENSAYO 2
Volumen de NaCl (mL)		
Volumen de AgNO_3 consumido(mL)		
Concentración de la solución de NaCl (F)		
Formalidad del AgNO_3 promedio		

- ¿Por qué la solución que se analiza mediante el método de Mohr debe tener pH neutro o cercano a la neutralidad?
- Complete la siguiente tabla y calcule la concentración de cloruros de la muestra en g/L, mediante el método de Mohr. Adicione los cálculos respectivos.

TABLA DE DATOS

INFORMACIÓN REQUERIDA	ENSAYO 1	ENSAYO 2
Volumen de AgNO_3 adicionado (mL)		
Formalidad del Ag NO3 (promedio)		
Cloruros (g/L)		
Volumen de muestras (mL)		

- Exprese la concentración de cloruros en mg/L de NaCl
- Complete la siguiente tabla y calcule la formalidad de la solución de KSCN. Adicione los cálculos respectivos.

TABLA DE DATOS

INFORMACIÓN REQUERIDA	ENSAYO1	ENSAYO 2
Volumen de AgNO ₃ (mL)		
Volumen de KSCN consumido (mL)		
Formalidad del AgNO ₃ (promedio)		
Formalidad del KSCN (promedio)		

- ¿Por qué la solución que se analiza mediante el método de Volhard debe tener pH ácido?
- Complete la siguiente tabla y calcule la concentración de cloruros de la muestra mediante el método de Volhard

TABLA DE DATOS

INFORMACIÓN REQUERIDA	ENSAYO1	ENSAYO 2
Volumen de AgNO ₃ adicionado (mL)		
Volumen de KSCN consumido (mL)		
Formalidad del AgNO ₃ (promedio)		
Formalidad del KSCN (promedio)		
Cloruros (g/L) (promedio)		

- Exprese la concentración de cloruros en mg/L de NaCl
- Aplique el t de student y la prueba F a los resultados Cl⁻ (g/L) en la muestra, obtenidos por cada uno de los grupos mediante los métodos de Mohr y Volhard. Tome como resultados aceptados, los obtenidos mediante el método de Mohr. Haga los comentarios respectivos.
- Explique brevemente por qué en el método de Volhard el precipitado formado debe eliminarse antes de eliminar por retroceso el exceso de ion plata en la determinación de iones cloruro.
- Qué función cumple el nitrobenzoceno que se agrega a la solución que contiene cloruros en la determinación mediante el método de Volhard.
- Una muestra de feldespato que pesa 2g produce una mezcla de NaCl y KCl que pesa 0.2558g. Si se agregan 35ml de AgNO₃ 0.1F a los cloruros disueltos y el exceso de Ag⁺ requiere 0.92ml de solución de KSCN 0.02F para la titulación, ¿cuál es el porcentaje de potasio en la solución?

• BIBLIOGRAFIA CONSULTADA

APHA, AWWA, WPCF. Métodos normalizados para el análisis de aguas potables y residuales. Ed. Díaz de Santos, S.A. Madrid. 1992. Pág 4–76–4–78

API. Recommended Practice for Analysis of Oil–Field Testing Water–Based Drilling Fluids. 1 Ed. Washington. 1990. Pág 16.

API. Recommended Practice Standard Procedure for Field Testing Water–Based Drilling Fluids . 1 Ed. Washington. 1990. Pág 26

CRISTIAN, D. Química Analítica. 2 Ed. Limusa. Mexico. 1981 Pág 287–290.

SKOOG, D y WEST, D. HOLLER F. Química Analítica. 6 Ed. Mc Graw Hill. México. 1995. Pág 227–234

• **BIBLIOGRAFIA PARA CONSULTAR**

SKOOG, D y WEST, D, HOLLER F. Química Analítica. 6 Ed. Mc Graw–Hill. México. 1995

CRISTIAN, D. Química Analítica. 2 Ed. Limusa. México 1981.