

APLICACION DE LOS

METODOS

DE ANALISIS QUIMICO

CLASICO

ANALISIS FISICO QUIMICO DE AGUAS

• MEDIDAS IN SITU

1.1) TURBIDEZ:

A) Introducción teórica:

La transparencia del agua es importante para la elaboración de productos destinados a consumo humano y para numerosos usos industriales.

La turbidez del agua es producida por materias en suspensión, como arcilla, cieno o materias orgánicas e inorgánicas finamente divididas, compuestos orgánicos solubles coloreados, plancton y otros microorganismos.

La turbidez es una expresión de la propiedad óptica que origina que la luz se disperse y absorba en vez de transmitirse en línea recta a través de la muestra.

Pero la correlación de la turbidez con la concentración en peso de la materia en suspensión es difícil de establecer, ya que en la dispersión luminosa también intervienen el tamaño, la forma y el índice de refracción de las partículas.

Históricamente el método para determinar la turbidez era el turbidímetro de Jackson, sin embargo, el valor más bajo de turbidez que puede medirse directamente con este instrumento es de 25 unidades. Como la turbidez del agua tratada suele situarse en un intervalo de 0 a 1 unidades, también se desarrollan métodos indirectos. Por desgracia, ningún aparato puede duplicar los resultados obtenidos para todas las muestras con el turbidímetro de Jackson.

Muchos de los turbidímetros comerciales disponibles para medida de turbidez baja proporcionan datos comparativamente válidos sobre la intensidad de la luz dispersada en una dirección dada, predominantemente en ángulo recto a la luz incidente. Estos nefelómetros se ven escasamente afectados por las pequeñas variaciones de los parámetros de diseño, y por tanto, resultan especialmente útiles como instrumento estándar, como los dispositivos de anterodispersión, son más sensibles para las partículas grandes y útiles para monitorización del proceso.

Para la calibración del nefelómetro se exige una suspensión de referencia estándar que tenga propiedades reproducibles de dispersión luminosa, pero dado que no existe relación directa entre la intensidad de la dispersión de luz a un ángulo de 90° y la turbidez, tampoco existe un fundamento válido para calibración de nefelómetros. Para evitar interpretaciones erróneas los resultados de las medidas nefelométricas se miden en unidades nefelométricas de turbidez (UNT).

B) Procedimiento experimental:

Para realizar todas las mediciones se procede a la toma de muestras en dos partes del río Jarama, para tomar la muestra simplemente se introduce una garrafa de plástico en el agua hasta que se llena, con estas muestras realizaremos todas las mediciones, tanto in situ como en el laboratorio, por tanto no se volverá a mencionar la forma del muestro en los sucesivos apartados.

Para conocer la turbidez se llena la cubeta especial de 1cm x 1cm con el agua tomada teniendo la precaución de limpiar bien las paredes transparentes de la cubeta, ya que serán atravesadas por la luz del turbidímetro y cualquier impureza en ellas puede influir en la medida. Después se introduce la cubeta en el turbidímetro, se cierra y el aparato nos da la medida de la turbidez en una pantalla digital.



TURBIDIMETRO PORTATIL

C) Resultados y conclusiones:

Todos los resultados referentes al análisis de aguas se encuentran al final de este apartado en una tabla-resumen, sin embargo anotaremos ahora los resultados obtenidos con el turbidímetro para su discusión.

TURBIDEZ ARGANDA	14,27 UNT
TURBIDEZ MEJORADA	11,19–13,6 UNT

En la muestra de Mejorada se realizaron dos medidas de la turbidez, en Arganda solamente una.

Podemos encontrar datos tabulados que nos indican que los valores umbrales para la turbidez se encuentran entre 0 y 25 UNT, los datos obtenidos en el análisis se encuentran cerca de la mitad entre estos valores, lo que indica que es agua muestreada no es pura, pero tampoco está excesivamente contaminada.

1.2) pH:

A) Introducción teórica:

El término pH es usado universalmente para determinar si una solución es ácida o básica, es la forma de medir la concentración de iones hidrógeno en una disolución. La escala de pH contiene una serie de números que varían de 0 a 14, esos valores miden el grado de acidez o basicidad de una solución. Los valores inferiores a 7 y próximos a cero indican aumento de la acidez, los que son mayores de 7 y próximos a 14 indican aumento de la basicidad, mientras que cuando el valor es 7 indican neutralidad.

El pH óptimo de las aguas debe estar entre 6,5 y 8,5 , es decir, entre neutra y ligeramente alcalina, el máximo aceptado es 9. Las aguas de pH menor de 6,5 son corrosivas debido al anhídrido carbónico, ácidos o sales ácidas que tienen en disolución.

En el análisis de pH en laboratorio se suelen utilizar métodos colorimétricos o potenciométricos.

En el análisis de pH para métodos in situ se suelen utilizar métodos más rápidos como son el pHmetro y las tiras de papel indicador.

B) Procedimiento experimental:

Para la determinación del pH del agua tomada en las

dos zonas del río utilizamos dos métodos distintos:

pHmetro: La utilización de este aparato es bastante sencilla,

se añade agua del muestro en un vaso de precipitados y se introduce el dispositivo, a los pocos segundos el pHmetro nos da el valor que ha medido.

Papel indicador: Después de determinar el pH mediante el pHmetro podemos realizar también una medida del pH utilizando un papel indicador que se introduce durante un minuto aproximadamente en el agua muestreada y después se compara el color que ha adquirido con los colores patrones que se indican el envase pudiendo así determinar el pH.

C) Resultados y conclusiones:

Los resultados del pH del agua obtenidos en las dos zonas de muestreo son los siguientes:

	pHMETRO	PAPEL INDICADOR
MEJORADA	8,2	7,5 – 8,5
ARGANDA	7,5	7,5

Observamos que el pH no es demasiado diferente en las dos zonas donde se muestreó y que obtenemos una medida parecida con los dos métodos.

Como hemos comentado en la introducción teórica el pH óptimo de las aguas está entre 6,5 y 8,5 con un máximo de 9. Observamos que la muestra de Mejorada se encuentra muy próxima al límite superior aceptado, mientras que la de Arganda se encuentra dentro del rango óptimo, esto nos indica que respecto al pH el agua de Arganda sería más apta para su consumo.

1.3) CONDUCTIVIDAD:

• Introducción teórica:

La conductividad es una expresión numérica de la capacidad de una solución para transportar una corriente eléctrica. Esta capacidad depende de la presencia de iones y de su concentración total, de su movilidad, valencia y concentraciones relativas así como de la temperatura de medición. Cuanto mayor sea la concentración de iones mayor será la conductividad.

En las aguas continentales los iones que son directamente responsables de los valores de conductividad son entre otros el calcio, magnesio, potasio, sodio, carbonatos, sulfatos y cloratos.

La medición física practicada suele ser de la resistencia . La magnitud de la resistencia medida en una solución acuosa depende de las características de la célula de conductividad utilizada y sólo tiene sentido si se conocen esas características.

Según el sistema de unidades utilizado la conductividad se puede expresar de diferentes formas, lo más común es expresarla en microhomios por centímetro ($\mu\text{mhos/cm}$) o si utilizamos el sistema internacional en micro siemens por centímetro ($\mu\text{S/cm}$). Para poder relacionar ambas unidades tendremos en cuenta que $1 \text{ mS/m} = 10 \mu\text{mhos/cm}$.

Con respecto a las aguas naturales la medida de la conductividad tiene varias aplicaciones, tal vez la más importante sea la evaluación de las variaciones de la concentración de minerales disueltos en aguas naturales y residuales. La variación estacional mínima que se encuentra en las aguas embalsadas contrasta notablemente con las fluctuaciones diarias de algunas aguas de río contaminadas. Las aguas residuales que contienen cantidades significativas de desechos industriales muestran también una variación diaria considerable.

Para conocer el grado de pureza del agua de un río podemos recurrir a datos tabulados de la conductividad que nos ofrecen los valores umbrales a partir de los cuales un agua es más o menos apta para su consumo:

<u>CALIDAD DEL AGUA</u>	PURA	POCO CONTAMINADA	CONTAMINADA	MUY CONTAMINADA	EXCESIVAMENTE CONTAMINADA
<u>CONDUCTIVIDAD ($\mu\text{S} / \text{cm}$)</u>	<280	280 – 430	430 – 600	600 – 860	>860

B) Procedimiento experimental:

El procedimiento experimental a seguir para la determinación de la conductividad en el mismo lugar de la toma de muestra es muy sencillo, se basa en tomar una alícuota de la muestra de agua en un vaso de precipitados e introducir en ella el dispositivo apropiado del conductímetro procurando que quede bien cubierto, de esa forma podremos leer el valor de la conductividad en la pantalla del aparato.

Para realizar medidas in situ de la conductividad se utilizan dispositivos parecidos a este:

CONDUCTIMETRO

C) Resultados y conclusiones:

Los datos obtenidos en las medidas realizadas son los siguientes:

LUGAR	CONDUCTIVIDAD ($\mu\text{S/cm}$)
Mejorada	889
Arganda	795

Si comparamos los resultados obtenidos con los datos de la tabla de pureza del agua observamos que el agua de Mejorada se puede clasificar como excesivamente contaminada, ya que supera los $860 \mu\text{S/cm}$ y el agua de

Arganda como muy contaminada, esto quiere decir que el agua tomada en la parte del río que corre por Arganda es de mejor calidad en cuanto a conductividad que la tomada en Mejorada, de todas formas ninguna de las dos tiene una conductividad que la pueda hacer apta para el consumo.

1.4) OXIGENO DISUELTO:

• Introducción teórica:

La presencia de oxígeno en el agua es indispensable para la vida de peces y otros seres acuáticos, el problema es la baja solubilidad de este gas en el agua, además la cantidad de oxígeno en el agua depende de las condiciones ambientales, ya que su cantidad aumenta al disminuir la temperatura o aumentar la presión.

Los desperdicios orgánicos que se encuentran en el agua son descompuestos por microorganismos que usan el oxígeno para su respiración, esto quiere decir que cuanto mayor es la cantidad de materia orgánica mayor es el número de microorganismos y por tanto mayor el consumo de oxígeno. En muchas ocasiones esta falta de oxígeno es la causa de la muerte de peces y otros animales acuáticos más que la existencia de compuestos tóxicos.

Por tanto el análisis de oxígeno disuelto es una prueba clave en la determinación de la contaminación del agua y control del proceso de tratamiento de aguas residuales.

Al igual que en el caso de la conductividad el nivel de oxígeno disuelto también presenta unos valores umbrales que nos indican si el agua de un río está más o menos contaminada, los podemos apreciar en la tabla de la página siguiente.

<u>CALIDAD DEL AGUA</u>	PURA	POCO CONTAMINADA	CONTAMINADA	MUY CONTAMINADA	EXCESIVAMENTE CONTAMINADA
<u>OXIGENO DISUELTO (mg / L)</u>	>7	>5	>3	>1	<1

B) Procedimiento experimental:

En el análisis in situ del nivel de oxígeno en las aguas muestreadas se utilizó el segundo método descrito anteriormente.

Para ello se toma una muestra del agua en un vaso de precipitados y se introduce el dispositivo para medir el oxígeno disuelto de forma que quede bien cubierto, tras unos segundos el aparato nos ofrece una medida en su pantalla digital.

C) Resultados y conclusiones:

Los resultados obtenidos en la medición del oxígeno disuelto son los siguientes:

LUGAR	OXIGENO DISUELTO (mg / L)
Mejorada	9.8
Arganda	13.3

Comparando estos datos con los de la tabla de pureza del agua observamos que ambas muestras presentan un nivel de oxígeno mayor de 7 mg/L, lo cual nos indica que se trata de un agua pura, con respecto al parámetro medido, pudiendo hacer diferenciación entre ambas muestras ya que el nivel de oxígeno en Arganda es mayor que en Mejorada, lo que indica que en el primer lugar el agua es de mayor pureza.

1.5) TEMPERATURA:

• Introducción teórica:

La temperatura influye de forma muy significativa en las especies acuáticas determinando su metabolismo, productividad primaria, respiración y descomposición de materia orgánica. Por ejemplo cuando la temperatura aumenta se da una proliferación del fitoplancton aumentando también la absorción de nutrientes disueltos.

Un líquido caliente que vuelca a un curso receptor, puede aumentar la temperatura del entorno e incidir en la solubilidad del oxígeno disuelto en él, a mayor temperatura disminuye la solubilidad del oxígeno, influye también en las velocidades de las reacciones químicas, en los usos del agua y en la vida de la flora y la fauna acuática, ya que puede provocar la coagulación de las proteínas de la materia orgánica y aumentar la toxicidad de algunas sustancias.

También incide en los procesos biológicos, la temperatura óptima para el desarrollo bacteriano se encuentra comprendida en el rango de 25 a 35 °C, estos procesos se inhiben cuando se llega a los 50 °C. A los 15 °C las Bacterias productoras de metano cesan su actividad.

La lectura de cifras de temperatura se utiliza también en el cálculo de diversas formas de alcalinidad, en estudios de saturación y estabilidad respecto al carbonato de calcio, en el cálculo de la salinidad y en las operaciones generales de laboratorio.

En los estudios limnológicos, con frecuencia se requieren temperaturas de agua en filtración de la profundidad. A menudo, la identificación de la fuente de aporte hídrico, como en los manantiales profundos, sólo es posible efectuando medidas de la temperatura.

También las plantas industriales suelen pedir datos de la temperatura del agua para uso sistemático o cálculos de transmisión de calor.

Como en los casos anteriores existen datos tabulados que nos indican la pureza del agua de río según su temperatura:

<u>CALIDAD DEL AGUA</u>	PURA	POCO CONTAMINADA	CONTAMINADA	MUY CONTAMINADA	EXCESIVAMENTE CONTAMINADA
<u>TEMPERATURA</u> <u>(° C)</u>	<20	<22	<25	<30	>30

B) Procedimiento experimental:

En la determinación de la temperatura en los análisis in situ

realizamos tres tipos de determinaciones:

–**Temperatura del agua:** Para determinarla tomamos muestra

del río directamente en un vaso de precipitados y medimos su temperatura

con un termómetro de mercurio procurando que no toque las paredes.

–**Temperatura ambiente:** Utilizamos un termómetro igual al del caso anterior que se deja durante unos minutos colgado a la sombra.

–**Temperatura del suelo:** para medirla debemos hacer un agujero

en el suelo cerca de la orilla empleando una sonda acanalada e introducir en él un termómetro de suelos (como el de la imagen) y esperar unos minutos a que nos de una medida de la temperatura.

C) Resultados y conclusiones:

Los resultados en la determinación de la temperatura de agua, suelo y ambiente en las dos zonas de muestreo se recogen en la siguiente tabla:

LUGAR	TEMPERATURA DEL AGUA (°C)	TEMPERATURA AMBIENTE (°C)	TEMPERATURA DEL SUELO (°C)
Mejorada	5	9	5
Arganda	8,5	14	8

El dato que nos proporciona una idea sobre la pureza del agua es el de la temperatura del agua, si observamos la tabla de pureza del agua según la temperatura podemos llegar a la conclusión de que respecto a este parámetro el agua tomada en ambas zonas de muestreo es pura, ya que tiene una temperatura menor de 20°C.

Debemos tener en cuenta que la diferencia de temperatura del agua en ambas zonas puede estar relacionada con el momento de la toma de la muestra: la muestra de Mejorada se tomó más temprano y la temperatura ambiente era más baja, sin embargo en Arganda se realizó el muestreo más tarde, cuando la temperatura ambiente era bastante mayor.

Resulta curioso que la temperatura del suelo cerca de la orilla coincida tanto con la del agua, esto nos indica que existe un equilibrio entre la temperatura del agua y de las zonas cercanas a ella.

1.6) NITRITOS:

• Introducción teórica:

Los nitritos representan la forma intermedia, metaestable y tóxica del nitrógeno inorgánico en el agua.

La actividad de ciertos microorganismos y procesos enzimáticos puede provocar la reducción de los nitratos a nitritos. Los nitritos son capaces de formar nitrosaminas en el organismo por combinación con aminos procedentes de otros alimentos, y son supuestamente cancerígenos.

En las aguas superficiales y subterráneas, los nitritos naturales son unos pocos miligramos por litro. Pero esta concentración se puede alterar por factores como el aumento de temperaturas, los microorganismos, el grado de oxigenación, la presencia de materia orgánica, y las prácticas agrícolas.

El contenido en nitratos permite una valoración de la calidad del agua y proporciona información sobre problemas medioambientales como la eutrofización o carencia de oxígeno en el agua. La norma marca 25 mg/L como valor de calidad para los nitratos, y una concentración máxima de nitratos y nitritos de 50 mg/L y 0,9 mg/L, respectivamente.

B) Desarrollo experimental:

Para determinar la cantidad de nitritos en las muestras tomadas se utilizó un kit rápido de determinación de estos compuestos:

El funcionamiento de estos kits es muy sencillo, se trata de un bastoncillo de plástico plano con una pequeña almohadilla en uno de sus extremos que cambia de color según la cantidad de nitritos presentes en el medio, se introduce este bastoncillo en un vaso de precipitados con la muestra de agua de forma que la almohadilla quede bien cubierta y se mantiene así un minuto aproximadamente, después se saca de la muestra y se compara el color que ha adquirido con la tabla de colores que se muestran en el envase obteniendo la concentración de nitritos en mg/L.

C) Resultados y conclusiones:

Los resultados obtenidos en el análisis de nitritos in situ se encuentran en la siguiente tabla:

LUGAR	NITRITOS (mg / L)
Mejorada	"1
Arganda	"1

El inconveniente de los kits rápidos es que no nos dan una medida precisa, sino aproximada, en el caso de los nitritos el color que adquiría la almohadilla era un rosa muy pálido y la menor medida que proporcionaba el kit era de 1mg/L lo que correspondía a un color rosa algo más oscuro, por eso no podemos saber si la concentración era de 1mg/L o algo menor, en cualquier caso se encontrarían en el límite permitido

1.7) AMONIOS:

• Introducción teórica:

Los iones amonio tienen una escasa acción tóxica por sí mismo, pero su existencia aún en bajas concentraciones, puede significar un alto contenido de bacterias fecales, patógenos, etc.

La formación de amonio se debe a la descomposición bacteriana de urea y proteínas, siendo la primera etapa del proceso de naturaleza inorgánica.

Su concentración máxima en las aguas potables de consumo público es de 0,5 mg/L.

Al igual que en las anteriores determinaciones contamos con datos tabulados que nos indican si el nivel de amonio se corresponde con un agua pura o contaminada:

<u>CALIDAD DEL AGUA</u>	PURA	POCO CONTAMINADA	CONTAMINADA	MUY CONTAMINADA	EXCESIVAMENTE CONTAMINADA
--------------------------------	-------------	-------------------------	--------------------	------------------------	----------------------------------

AMONIO (mg/L)	<0,1	<0,5	<2,0	<8,0	>8,0
--------------------------------	------	------	------	------	------

B) Desarrollo experimental:

Los kits rápidos de análisis de amonios cuentan con un pequeño vaso de precipitados en el que se añade el agua de muestra, a continuación se añade la cantidad indicada en el envase de dos sustancias indicadoras, una líquida y otra en polvo, así el agua adquiere un color.

Se pasa el agua a un tubo transparente y se compara con un patrón de colores, según el color la concentración de amonio será una u otra.

C) Resultados y conclusiones:

Los resultados obtenidos con el kit rápido en el análisis de amonios se encuentran en la siguiente tabla:

LUGAR	AMONIOS (mg/L)
Mejorada	"1
Arganda	"1

Al comparar los valores obtenidos con los de la tabla de pureza del agua observamos que se encuentran entre 0,5 y 2 mg/L lo cual quiere decir que es un agua algo contaminada que no sería apta para su consumo ya que como vimos en la introducción teórica el máximo permitido es de 0,5 mg/L.

1.8) CONCLUSIONES GENERALES:

En cada apartado hemos llegado a algunas conclusiones referentes a cada medida en concreto comparando los resultados obtenidos en cada lugar de muestreo, a continuación vamos a relacionar los diferentes parámetros para saber si la variación de unos afecta a otros como cabría esperar.

Como ya hemos visto en las introducciones teóricas la temperatura del agua influye en otros parámetros que hemos medido, el más representativo es el de la solubilidad del oxígeno en el agua, que disminuye cuando la temperatura es alta, es decir, que cuanto mayor sea la temperatura del agua menor será la concentración de oxígeno que podamos medir en ella. Si observamos los datos obtenidos de temperatura y oxígeno disuelto en los dos lugares de toma de muestras comprobamos que el agua de Arganda está a mayor temperatura y su cantidad de oxígeno disuelto es mayor, sin embargo el agua de Mejorada está a menor temperatura y su cantidad de oxígeno es también menor, esto indica que no se ha cumplido lo que esperábamos, ya que la temperatura y el oxígeno en el agua deberían aumentar de forma contraria, esto puede ser debido a que haya otros factores que influyan en la concentración de oxígeno disuelto que sean más importantes que la temperatura.

Sabemos también que la temperatura influye en la cantidad de nitritos presentes en el agua, sin embargo aunque la diferencia de temperaturas del agua entre las dos zonas de muestreo sea considerable el resultado en la medida de nitritos ha sido el mismo en ambos puntos del río.

En cuanto a la medida del pH es interesante apreciar la similitud entre los datos obtenidos con el pHmetro y con las tiras de papel indicador, el que los resultados se parezcan es un dato que nos indica que los métodos utilizados ofrecen unos resultados fiables.

En rasgos generales podemos decir que los métodos utilizados son bastante precisos, además de la comodidad que representa poder realizar las medidas en el mismo lugar de muestreo, esta misma facilidad de poder realizar la medida de parámetros en la muestra recién tomada también afecta a la fiabilidad de resultados, ya que al no tener que almacenar la muestra nos aseguramos de que no sufre ninguna transformación.

El único inconveniente lo podrían representar los kits rápidos, ya que en ellos juega un papel fundamental la observación del operario y su capacidad para distinguir las diferentes tonalidades de los colores patrón y compararlos con los colores obtenidos.

En la siguiente tabla encontramos un resumen de los datos obtenidos en cada parte del río y su sentido físico químico.

PARAMETRO	ARGANDA	MEJORADA	UMBRALES (Agua pura-contaminada)	SENTIDO FISICO QUIMICO
TEMPERATURA (° C)	AMBIENTE: 14 SUELO: 8 AGUA: 8'5	AMBIENTE: 9 SUELO: 5 AGUA: 5	20 – 30	Influye en procesos biológicos de seres acuáticos se utiliza también en el cálculo de diversas formas de alcalinidad, en estudios de saturación y estabilidad respecto al carbonato de calcio, en el cálculo de la salinidad y en las operaciones generales de laboratorio.
pH	PhMETRO: 7,5 PAPEL : 7,5	PhMETRO: 8,2 PAPEL :7,5–8,5	5 – 9	Determina la acidez o basicidad del agua, influye en reacciones químicas y biológicas en el medio acuático.
CONDUCTIVIDAD (μS/cm)	795	889	<280 – >860	Depende de la presencia de iones, (a mayor concentración de iones mayor conductividad).En las aguas continentales los iones responsables son entre otros el calcio, magnesio, potasio, sodio, carbonatos, sulfatos y cloratos.
TURBIDEZ (UNT)	14,27	11,19 – 13,6	0 – 25	Producida por materias en suspensión: arcillas, cieno, materia orgánica e inorgánica finamente dividida, plancton,
O2 DISUELTO (mg/L)	13,3	9,8	<7 – >1	Su presencia es fundamental para los animales acuáticos, se consume en la descomposición de materia.
NITRITOS	"1	"1	0 – 0,9	Su presencia indica contaminación de carácter fecal o residuos industriales.

(SEMICUANTITATIVO)				
NH 4+	"1	"1	<0,1 – >8	Se debe a la descomposición bacteriana de urea y proteínas, indicando la existencia de bacterias fecales y patógenos en el agua.
(SEMICUANTITATIVO)				

2) MEDIDAS EN LABORATORIO

2.1) ESTUDIO DE LOS SÓLIDOS DEL AGUA:

A) Introducción teórica:

Sólidos totales:

La determinación de sólidos totales en muestras de agua por desecación es un método muy utilizado, algunas de sus aplicaciones son: determinación de sólidos y sus fracciones fijas y volátiles en muestras sólidas y semisólidas como sedimentos de río o lagos, lodos aislados en procesos de tratamiento de aguas limpias y residuales y aglomeraciones de lodo en filtrado al vacío, de centrifugación u otros procesos de deshidratación de lodos.

La determinación de estos sólidos está sujeta a error negativo debido a la pérdida de carbonato amónico y materia orgánica volátil durante la desecación.

Otro error posible es que después de realizar la desecación no se tenga la precaución de guardar la muestra en un desecador y pesarla rápidamente, ya que muchos de los residuos sólidos del agua son muy higroscópicos y absorben rápidamente humedad del aire.

Sólidos en suspensión:

Los sólidos en suspensión son aquellos que se encuentran en el agua sin estar disueltos en ellas, pueden ser sedimentables o no.

Determinar la cantidad de sólidos sedimentables de una forma directa es complicado, por eso se calcula matemáticamente conociendo la cantidad de sólidos no sedimentables y de sólidos en suspensión y realizando una diferencia de estas dos medidas.

Sólidos disueltos:

Son todas las sustancias que se encuentran disueltas en el agua, no se pueden determinar de una forma directa, sino que tendremos que calcular su cantidad numéricamente restando a los sólidos totales los sólidos en suspensión.

B) Desarrollo experimental:

Sólidos totales:

En cada tipo de análisis de laboratorio realizaremos los pasos seguidos en el desarrollo experimental ordenados numéricamente, en el caso del análisis de sólidos totales los pasos a seguir serían:

1) Se homogeniza la muestra agitándola

- 2) Se toman cinco cápsulas de porcelana, se lavan, se secan en la estufa a 110 °C durante unas dos horas, se guardan en un desecador.
- 3) Se pesan las cápsulas vacías, cogiéndolas con unas pinzas metálicas, nunca debemos tocarlas con las manos ya que las podemos contaminar variando así su peso.
- 4) Se añade a cada cápsula 50mL de agua del río Jarama, se ponen en una placa calefactora y se calienta hasta que se evapora toda el agua.
- 5) Se vuelven a introducir en la estufa a la misma temperatura durante varias horas y se pesan con los residuos sólidos obtenidos así por diferencia de pesadas podemos saber la masa de los residuos en cada cápsula.

Sólidos en suspensión:

- 1) Se toman tres filtros de fibra de vidrio y se dejan sobre un papel limpio durante unos minutos para que adapten a las condiciones de temperatura y humedad del laboratorio, después se pesan. Uno de los filtros será el blanco y nos servirá para saber si los filtros han tomado humedad del ambiente.
- 2) Se homogeneiza la muestra de agua agitándola y se toma una alícuota de 50mL que se filtra mediante un embudo Gouche en el que hemos colocado el filtro, para que la filtración sea posible, ya que el tamaño de poro del filtro es muy pequeño se lleva a cabo a vacío utilizando una bomba manual.
- 3) Los filtros con los sedimentos se colocan sobre un papel limpio y se dejan secar durante varias horas guardados en un cajón del laboratorio, después se pesan.
- 4) Podemos conocer la cantidad de sólidos en suspensión por diferencia de pesadas.

Sólidos no sedimentables:

- 1) Se preparan dos filtros igual que en el caso anterior.
- 2) Se homogeneiza de nuevo la muestra y se vierte en una probeta de 500 mL donde se deja reposar durante una hora.
- 3) Se toman alícuotas de 50 mL de la superficie y se filtran una con cada filtro utilizando el mismo método de filtrado que en el caso anterior.
- 4) los filtros se dejan secar y se vuelven a pesar pudiendo calcular la cantidad de sólidos no sedimentables por diferencia de pesadas.

C) Resultados y cálculos:

Podemos encontrar los resultados del análisis de sólidos en unas tablas al final de este apartado, se trata de los resultados de las muestras tomadas en Arganda y en Mejorada. En esas mismas tablas encontramos valores ya calculados, a continuación vamos a explicar cómo se han llevado a cabo esos cálculos poniendo algunos ejemplos:

Sólidos totales :

La diferencia entre el filtro blanco en las muestras de Mejorada antes y después de guardarlo con los demás en el cajón es de 0.0005g , es una diferencia negativa, es decir, que el filtro blanco pesaba menos después de estar en el cajón que al sacarlo de su envase, lo cual es bastante extraño ya que el envase lo mantiene

protegido de las condiciones externas y debería haber aumentado su peso al tomar humedad del aire, este resultado negativo puede ser debido a un error en la pesada del filtro en blanco antes o después de estar en el cajón, como además la diferencia es muy pequeña la despreciaremos a la hora de realizar los cálculos.

En el caso de Arganda el filtro en blanco pesa más después de estar en el cajón, sin embargo la cantidad de sólidos en algunos filtros es tan pequeña que si además restamos el peso del blanco obtenemos valores negativos, esto puede ser debido a que no todos los filtros tomen la misma cantidad de humedad del ambiente, por tanto tampoco tendremos en cuenta el peso del blanco.

Para calcular el residuo seco que queda en cada cápsula simplemente restamos al peso de la cápsula con el residuo el peso de la cápsula vacía, después realizamos la media de todos los valores obtenidos y calculamos su valor en ppm, por ejemplo en el caso de la muestra de Mejorada:

Masa residuo media = **0,04624 g = 46,24 mg**

Haciendo una relación: **50 mL ! 46,24 mg**

1000 mL ! X

X = 924.8 mg/L

Sólidos en suspensión:

Para calcular los sólidos en suspensión debemos calcular la diferencia del peso de cada filtro limpio y cada filtro con los sólidos que han quedado en él y pasar el resultado a ppm, por ejemplo para el caso de Mejorada:

Masa residuo media = **0,01765 g = 17,65 mg**

Haciendo la relación: **50 mL ! 17,65 mg**

1000 mL ! X

X = 353 mg/L

Sólidos no sedimentables:

Se realizan los mismos cálculos que en el caso de los sólidos en suspensión.

Para la muestra de Mejorada se obtiene un resultado de 37,25 ppm

Sólidos sedimentables:

Estos sólidos no se determinan directamente, sino por diferencia, ya que los sólidos sedimentables (es decir los que quedan en la parte inferior de la probeta después de reposar una hora) se pueden calcular restando al total de sólidos en suspensión (determinados por filtración) los sólidos no sedimentables que quedan en suspensión en el agua de la probeta (determinados también por filtración). Realizamos los cálculos como ejemplo para la muestra de Mejorada:

S SEDIMENTABLES = S EN SUSPENSIÓN – S NO SEDIMENTABLES

S SEDIMENTABLES = 353 ppm – 37,25 ppm = 315,75 ppm

S SEDIMENTABLES = 315,75 ppm

Sólidos solubles:

Este tipo de sólidos que quedan disueltos en el agua tampoco se determinan experimentalmente, sino restando al total de sólidos obtenidos la cantidad de sólidos en suspensión medidos, en la muestra de Mejorada el cálculo sería:

S SOLUBLES = S TOTALES – S EN SUSPENSIÓN

S SOLUBLES = 924,8 ppm – 353 ppm

S SOLUBLES = 571,8 ppm

D) Conclusiones:

En las tablas anteriores podemos comparar la diferencia de resultados obtenidos para los sólidos en las muestras tomadas en diferentes partes del río:

En cuanto a los sólidos totales observamos que hay una mayor presencia de sólidos en las muestras tomadas en Mejorada, esto podría deberse a que el agua en esta zona se movía mucho, lo que impide que las sustancias en suspensión se posen en el fondo, sin embargo el nivel del agua en Arganda era bastante bajo y apenas se movía, permitiendo que las sustancias sedimentasen en el fondo.

Puesto que la cantidad de residuo seco es mayor en la muestra de Mejorada los demás parámetros medidos son también mayores que en la muestra de Arganda, aunque de forma proporcional los sólidos en suspensión están más presentes en la muestra tomada en Mejorada, lo cual puede ser debido a lo que ya hemos comentado en el párrafo anterior, ya que el agua de Mejorada estaba más revuelta.

En ambas muestras los valores obtenidos para todos los parámetros son coherentes entre sí.

Respecto a los sólidos totales contamos con datos tabulados que nos indican los valores permitidos de concentración de estos sólidos:

MEDIDA	Concentración aceptada(ppm)	Concentración admisible(ppm)
SOLIDOS TOTALES	500	1500

Observamos que el valor obtenido en la muestra de Mejorada supera la concentración aceptable pero no llega a pasar de la concentración admisible, sin embargo la muestra de Arganda no sobrepasa la concentración aceptable, esto significa que en cuanto a la cantidad de sólidos totales el agua de Arganda es más aceptable para su consumo.

2.2) DETERMINACION DE DUREZA:

A) Introducción teórica:

En la determinación de la dureza del agua podemos diferenciar dos tipos: la dureza parcial (cantidad de carbonato de calcio) y la dureza total (cantidad de carbonato de magnesio).

En cuanto a la presencia de Ca^{2+} en las aguas sabemos que proviene de su paso a través o por encima de depósitos de caliza, dolomita, yeso y pizarras yesíferas. El contenido de calcio puede variar entre cero y varios centenares de miligramos por litro dependiendo del origen y tratamiento del agua.

Las pequeñas concentraciones de carbonato de calcio evitan la corrosión de las tuberías metálicas por depositar una capa protectora. Por otro lado cantidades apreciables de sales de calcio precipitan al calentar formando incrustaciones perjudiciales en calderas, tuberías y utensilios de cocina.

Para reducir el calcio y la dureza asociada a él se aplica un tratamiento de ablandamiento químico, ósmosis inversa, electro diálisis o intercambio iónico.

En cuanto al Mg^{2+} sabemos que ocupa el octavo lugar entre los elementos más abundantes y es un componente común de las aguas naturales. Las sales de magnesio, que contribuyen de forma importante a la dureza del agua, se descomponen al calentar formando costras en las calderas.

Las concentraciones superiores a 125 mg/L pueden tener un efecto purificador y diurético.

El ablandamiento químico, la ósmosis inversa, la electro diálisis o el intercambio iónico reducen el magnesio y la dureza asociada a él a niveles aceptables. La concentración de magnesio puede variar desde cero a varios cientos de miligramos por litro dependiendo igual que en el caso del calcio del origen del agua y su tratamiento.

B) Desarrollo experimental:

Valoración EDTA:

Para determinar la dureza tanto parcial como total del agua debemos valorarla con una disolución de EDTA de concentración conocida, y para conocer su concentración exacta la normalizamos con un patrón primario como es el carbonato cálcico.

Los pasos a seguir son los siguientes:

- Preparamos una disolución de 250 mL 0,01M de CaCO_3 pesando la masa calculada.
- Preparamos una disolución de NaOH 3M pesando la masa calculada.
- Preparamos una disolución de EDTA 0,01M pesando la cantidad calculada.
- Tomamos 20 mL de la disolución de CaCO_3 en un erlenmeyer y añadimos disolución de sosa hasta que llegue a un pH entorno a 12 que determinaremos mediante papel indicador.
- Añadimos una punta de espátula del indicador murexida.
- Añadimos la disolución de EDTA en una bureta y la dejamos caer sobre el erlenmeyer agitando hasta que el indicador vire.
- Repetimos hasta obtener al menos 3 valores que no difieran en más de 0,2mL.
- Se calcula la verdadera concentración de la disolución de EDTA.

Determinación de la Dureza Parcial:

A partir de este momento y para los posteriores análisis que se describan debemos tener en cuenta que se utilizó el agua del río filtrada mediante un embudo Bushner para que las sustancias en suspensión no interfiriesen en los resultados.

Los pasos para la determinación de la dureza parcial son:

- Se toma una alícuota de muestra filtrada de 50 mL en un erlenmeyer.

2) Se añaden unas gotas de NaOH 3M, hasta pH 12.

3) Se añade una punta de espátula de murexida.

- Se valora con EDTA que esta en la bureta hasta viraje del indicador.
- Se debe repetir el procedimiento para obtener dos valores.

Determinación de la Dureza Total:

- Se prepara una disolución reguladora con unos 6,75g de NH₄Cl, 57 mL de NH₄OH y agua destilada hasta enrasar.
- Se añaden 50 mL de la muestra a un erlenmeyer.
- Añadimos 2–3 mL de disolución reguladora hasta pH10.
- Añadimos el indicador negro de eritocromo (N.E.T.)
- Valoramos con la disolución de EDTA que estará en la bureta.
- Repetimos el ensayo.

C) Resultados y cálculos:

Valoración de EDTA:

A continuación vamos a desarrollar los cálculos llevados a cabo para saber la cantidad de CaCO₃ necesaria para preparar una disolución 0,01M de 250mL, y al tratarse de un patrón primario conociendo la masa pesada realmente calcular también la concentración real de la disolución. En los sucesivos apartados en los que se realizaron cálculos similares no se especificarán, sino que se tomará este caso como ejemplo:

Calculamos el número de moles que necesitamos para preparar la disolución:

$$M = n / V \quad n = M \times V = 0,01M \times 1 L = 0,01 \text{ moles}$$

Pasamos los moles a gramos:

$$n = m / P_m \quad m = n \times P_m = 0,01 \text{ moles} \times 100 \text{ g / mol} = 1g$$

Sabemos que se pesaron exactamente 1,0098g, luego calculamos la concentración real de la disolución:

$$M = n / V = (m/P_m) / V = (1,0098g / 100 \text{ g/mol}) / 1L = 0,01009 M$$

Los cálculos para preparar las disoluciones de EDTA y de NaOH son muy similares aunque no recalculamos sus concentraciones, ya que la disolución de sosa sirve únicamente para basificar el medio y la de EDTA la vamos a normalizar.

Los resultados de la valoración de EDTA se incluyen en la siguiente tabla:

ENSAYO	V CaCO ₃ (mL)	V EDTA (mL)	V _m EDTA (mL)	N EDTA		
1	20	19.6	19.6	0.01030		
2	20	19.8				
3	20	19.5				
4	20	19.5				

A continuación explicaremos los cálculos que se llevan a cabo para determinar la verdadera concentración del

AEDT:

n° equivalentes AEDT = n° equivalentes CaCO₃

V x N (AEDT) = V x N CaCO₃

N (AEDT) = N x V (CaCO₃) / V AEDT

N (AEDT) = 0,01009N x 20 mL / 19,6 mL

N(AEDT) = 0,01030 N

Determinación de la Dureza Parcial:

En los diferentes cálculos que realicemos en la determinación de la dureza debemos tener en cuenta que la reacción que tiene lugar es la siguiente, y por tanto debemos tener en cuenta su estequiometría:

Ca²⁺ + Mg²⁺ + 2Na₂AEDT → CaAEDT + MgAEDT + 4Na

Los resultados obtenidos se encuentran en las tablas que se encuentran al final de este apartado, nuestros datos corresponden a las siglas AYB del análisis de aguas de Mejorada. Para obtener unos resultados más fiables despreciaremos todos los datos que son demasiado altos o bajos en comparación la mayoría, de esta forma el volumen medio es de 9,42mL

Para determinar la cantidad de CaCO₃ en ppm hemos realizado los siguientes cálculos:

Primero calculamos la concentración de CaCO₃ en la muestra:

M x V (Ca en agua) = M x V (EDTA)

M (Ca en agua) = (0,01030M x 9,42mL) / 50 mL = 0,001940M

En segundo lugar partiendo de esa molaridad calculamos la masa de CaCO₃ en la muestra:

m CaCO₃ = M x V x Pm (CaCO₃) = 0,001940M x 0,05L x 100 g/mol

m = 0,0097g = 9,70 mg

Para calcular la cantidad de mg de CaCO₃ en un litro de muestra debemos hacer la siguiente relación:

50mL ! 9,70mg

1000mL ! X

X = 194ppm CaCO₃

Los resultados para la muestra tomada en Arganda se encuentran en la tabla correspondiente y se calcula de la misma forma.

Determinación de la Dureza Total:

Los resultados de este apartado también se encuentran en la tabla del final, y al igual que en el caso anterior

hemos despreciado los valores que se diferencian demasiado de la mayoría. Así el volumen medio obtenido por todos los compañeros es de 13,85mL

Para calcular la concentración de MgCO₃ en el agua realizamos cálculos similares a los del apartado anterior, pero debemos tener en cuenta restarle al volumen medio de carbonato de magnesio el volumen medio de carbonato de calcio:

$$M \times V (\text{MgCO}_3) = (V \text{ EDTA}(\text{Mg}) - V \text{ EDTA}(\text{Ca})) \times M (\text{EDTA})$$

$$(V \text{ EDTA}(\text{Mg}) - V \text{ EDTA}(\text{Ca})) \times M (\text{EDTA})$$

$$M(\text{MgCO}_3) =$$

$$V \text{ MgCO}_3$$

$$M (\text{MgCO}_3) = ((13,85\text{mL} - 9,42\text{mL}) \times 0,01030\text{M}) / 50\text{mL} = 0,000912\text{M}$$

Conociendo la concentración podemos calcular la masa en mg:

$$m \text{ MgCO}_3 = M \times V \times P_m (\text{MgCO}_3) = 0,000912\text{M} \times 0,05\text{L} \times 84,31 \text{ g/mol}$$

$$m = 0,003844\text{g} = 3,844 \text{ mg}$$

Calculamos los ppm de carbonato de magnesio:

$$50\text{mL} ! 3,844\text{mg}$$

$$1000\text{mL} ! X$$

$$X = 76.88\text{ppm CaCO}_3$$

Los resultados para la muestra tomada en Arganda se encuentran en la tabla correspondiente y se calcula de la misma forma.

D) Conclusiones:

En la introducción teórica de la conductividad explicamos cómo éste parámetro está muy influenciado por la cantidad de iones en el agua, siendo el Calcio y el Magnesio dos de los más importantes. Según esta teoría la conductividad de un agua debería aumentar al aumentar su concentración en estos dos iones.

Si nos fijamos en los valores de la conductividad para las dos muestras tomadas observamos que la de Mejorada (889 s/cm) es mayor que la de Arganda (795 s/cm).

Estos datos nos llevan a la conclusión de que la teoría se cumple, ya que en la muestra de Mejorada la concentración de los iones (Calcio 173ppm y Magnesio 76,88ppm) es mayor que en la de Arganda (Calcio 163,9pm y Magnesio 71,90ppm)

Como en las anteriores mediciones existen unos valores máximos admitidos para considerar un agua como apta para su consumo, en el caso de la dureza estos valores son:

CATION	Concentración aceptada(ppm)	Concentración admisible(ppm)
--------	-----------------------------	------------------------------

Ca	75	200
Mg	50	150

Observamos que tanto las durezas de Arganda como las de Mejorada superan la concentración aceptable en un agua de consumo pero no sobrepasan la concentración admisible, es decir, que la dureza de esta agua sobrepasa la aconsejable para el organismo pero no llega a ser tóxica.

2.3) DETERMINACION DE MATERIA ORGANICA:

A) Introducción teórica:

Al referirse a los ecosistemas en biología se suele dar una imagen clara de la diferencia entre lo orgánico y lo inorgánico. Así se habla de un medio físico compuesto por el medio mineral, el espacio físico, etc y de una biocenosis que consiste en un conjunto de seres vivos relacionados entre sí y con el medio y agrupados en tres niveles llamados productores, consumidores y descomponedores . La cantidad de materia viva de esta biocenosis es lo que consideramos como materia orgánica.

Los productores son los organismos con capacidad de fabricar materia orgánica a partir de energía, normalmente solar produciendo moléculas que serán la base de las biomásas de los demás, el ejemplo más importante es el de la fotosíntesis.

Los consumidores son aquellos que a partir de la biomasa fabricada en los escalones inferiores recuperan y utilizan la energía allí acumulada.

Los descomponedores liberan al mundo inorgánico la energía residual de la biomasa de forma parcial ya que ellos mismos consumen parte de esa energía para los procesos de descomposición.

Es importante incluir también como materia orgánica los compuestos orgánicos producidos artificialmente por el hombre, son productos que acumulan energía sobre un grupo de átomos, se incorporan al medio biológico e interactúan con el resto de las sustancias.

La materia orgánica puede encontrarse en dos estados:

Partículas: Pueden ser desde organismos completos como el plancton a restos de organismos como fibras vegetales que aparecen en suspensión o en acumulación de superficie según las densidades.

Materiales disueltos: Pueden aparecer en forma monómera o asociada, generalmente la materia orgánica aparece asociada en macromoléculas y su mineralización atravesará diferentes grados de ruptura de esas asociaciones, por ejemplo la celulosa resulta bastante difícil de mineralizar en el medio acuático.

Las principales fuentes de materia orgánica antropológica en el agua son: la agricultura y ganadería con los abandonos de cosechas en el campo, el uso de abonos y los vertidos sin depurar; los vertidos urbanos, resultado de la actividad vegetativa de la población; y la contaminación industrial, tan diversa como la variedad de actividades industriales.

B) Procedimiento experimental:

Normalización de la disolución de KMNO₄:

Los pasos a seguir son:

- Se prepara una disolución de 500 mL de KMnO₄ 0,1 N y a partir de ella una de 0,01N.

- Se prepara una disolución de 500 mL de $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 0,1N
- Se filtra a vacío la disolución de KMnO_4 con una placa filtrante.
- Se añaden a un erlenmeyer 10mL de la disolución de $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$.

5) Se añade 1mL de H_2SO_4 concentrado

6) Se añaden 3–4 mL de la disolución de permanganato desde la bureta quedando la disolución del erlenmeyer de color morado.

7) Se añaden 2–3 mL de H_2SO_4 hasta que la disolución vuelve a ser incolora, y su temperatura aumenta.

8) Mientras la disolución sigue caliente se termina de valorar añadiendo el permanganato hasta que se vuelva a poner de color morado.

9) Se calcula la concentración del KMnO_4 .

10) Se repite el ensayo hasta conseguir al menos tres valores de volúmenes que no difieran en más de 0,2 mL

Determinación de la materia orgánica:

Esta determinación se lleva a cabo tanto para la muestra de agua filtrada como sin filtrar siguiendo los siguientes pasos:

1) Se toma una alícuota de 100ml de agua de río (filtrada o no) en un erlenmeyer.

2) Se añaden 5ml de H_2SO_4 diluido en proporción 1:3.

3) Se calienta, bajo agitación constante, hasta ebullición.

4) Se añaden 10ml de KMnO_4 0.01N.

5) Se deja hervir durante 10 minutos aproximadamente.

6) Se quita la calefacción y se añaden 10ml de $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 0.01N.

7) Se valora en caliente con KMnO_4 0.01N que está en la bureta.

8) Se debe repetir el procedimiento para obtener dos valores en cada uno de los casos.

C) Cálculos y resultados:

Normalización de la disolución de KMnO_4 :

Para normalizar esta disolución en primer lugar debemos preparar una disolución de $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$, como se trata de un patrón primario conociendo la masa pesada podemos calcular su concentración real como ya se explicó en el caso del CaCO_3 para el apartado de la determinación de la dureza. En este caso la concentración real de la disolución de $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ es 0,1001N.

Los resultados de la normalización del permanganato diluida son los siguientes:

ENSAYO	V $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$.	V KMnO_4 (mL)	Vm KMnO_4 (mL)	N KMnO_4

	(mL)				
1	10	10.9	10.9	0.0918	
2	10	10.9			
3	10	10.9			

Hemos calculado la concentración del permanganato de la siguiente manera:

$$\text{n}^\circ \text{ equivalentes Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 = \text{n}^\circ \text{ equivalentes KMnO}_4$$

$$V \times N (\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) = V \times N \text{ KMnO}_4$$

$$N (\text{KMnO}_4) = N \times V (\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) / V \text{ KMnO}_4$$

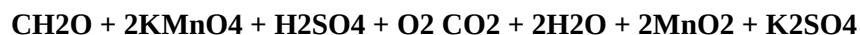
$$N (\text{KMnO}_4) = 0,1001N \times 10 \text{ mL} / 10.9 \text{ mL}$$

$$N(\text{KMnO}_4) = 0,0918 \text{ N}$$

Determinación de la materia orgánica:

Realizaremos un ejemplo de los cálculos para la determinación de la cantidad de oxígeno en ppm utilizando los datos del agua filtrada de Mejorada despreciando los resultados que son mucho más altos o bajos que la mayoría, en el caso del agua sin filtrar los cálculos se realizan de la misma forma.

La reacción de la materia orgánica con el permanganato y el ácido sulfúrico es la siguiente:



En esta reacción el Manganeseo se reduce oxidando a la materia orgánica. La cantidad de permanganato que se necesite para valorar la muestra será proporcional a la cantidad de esta sustancia necesaria para oxidar la materia orgánica.

En vez de deducir la cantidad de materia orgánica en la muestra lo que se hace es expresar la cantidad de oxígeno necesaria para oxidarla en ppm ya que será un valor proporcional.

Partiremos de la expresión:

$$V \times N (\text{KMnO}_4) - V \times N (\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) = \text{n}^\circ \text{ equivalentes O}_2 / 100\text{mL muestra}$$

Debemos tener en cuenta que el volumen de permanganato es el volumen total, es decir, el volumen gastado en la valoración más los 10mL que habíamos añadido, el volumen de oxalato son los 10mL que se añaden al retirar la calefacción:

$$(6,62 \text{ mL} + 10 \text{ mL}) \times 0,0918N - 10 \text{ mL} \times 0,1001N = \text{n}^\circ \text{ mequivalentes O}_2 / 100\text{mL}$$

$$\text{n}^\circ \text{ mequivalentes O}_2 / 100\text{mL} = 0.5247$$

Sabemos que la valencia de la molécula de oxígeno es 4 porque necesita 4 electrones en su reducción, por tanto $P_e = P_m/4 = 32/4 = 8 \text{ g/eq}$

$$0.5247 \text{ meq} \times 8 \text{ mg/meq} = 4.197\text{mg}$$

Haciendo la siguiente relación:

4.1976mg ! 100mL

X ! 1000mL

X = 41.976 mg O₂ / L

Los resultados para la muestra sin filtrar y los de Arganda se encuentran en la tabla resumen del final y se han calculado de la misma forma.

D) Conclusiones:

En cuanto a los resultados de la muestra de Mejorada podemos observar que son coherentes, ya que era de esperar que la muestra filtrada presentara una menor cantidad de materia orgánica, ya que al filtrarla hemos eliminado muchas de las sustancias que se oxidarían con el permanganato.

Sin embargo en el caso de la muestra de Arganda observamos que los resultados para la muestra filtrada son menores que los de la muestra sin filtrar pero están bastante próximos. Esto podría deberse a que hemos despreciado los datos correspondientes a los ensayos de T/N, sin embargo parece lógico despreciar estos valores ya que son muy diferentes al resto.

Como en el caso anterior contamos con datos que nos informan sobre la idoneidad del agua en cuanto a materia orgánica para su consumo:

MEDIDA	Concentración aceptada(ppm)	Concentración admisible(ppm)
MATERIA ORGANICA	-----	10

Podemos llegar a la conclusión de que el agua tanto en las muestras de Arganda como en las de Mejorada sobrepasan la concentración admisible, es decir que respecto a la materia orgánica presente se trata de un agua muy tóxica para el consumo humano.

2.4) DETERMINACION DE CLORUROS:

A) Introducción teórica:

El cloruro es uno de los aniones inorgánicos principales en el agua natural y residual. En el agua potable el sabor salado producido por el cloruro es variable y depende de la composición química del agua. Ese sabor es más detectable si el catión predominante en el medio es el sodio, y se nota menos si el catión es calcio o magnesio.

La concentración de cloruros es mayor en las aguas residuales ya que el NaCl es muy común en la dieta y pasa inalterado a través del sistema digestivo.

A lo largo de las costas el cloruro puede estar presente a concentraciones altas por el paso del agua del mar a los sistemas de alcantarillado, también puede aumentar debido a los procesos industriales.

Un contenido elevado de cloruro puede dañar las conducciones y estructuras metálicas y perjudicar el crecimiento vegetal.

B) Procedimiento experimental:

Normalización de la disolución de AgNO₃ por el método de Mohr:

Para llevar a cabo este método debemos en primer lugar realizar un análisis en blanco, para ello seguimos estos pasos:

- Se toman 25ml de agua destilada en un erlenmeyer.
- Se añaden 10 gotas de indicador de CrO₄²⁻/CrO₇²⁻.
- Se valora con AgNO₃ 0.005N que está en la bureta.
- Se debe repetir el procedimiento hasta obtener, al menos, tres valores que no se diferencien en más de 0.2ml.

Para realizar la valoración de la disolución los pasos a seguir son:

- Se toma una alícuota de 10ml de la disolución de NaCl 0.05N en un erlenmeyer.
- Se añade agua destilada hasta un volumen total de 25ml.
- Se añade 10 gotas de indicador de CrO₄²⁻/CrO₇²⁻.
- Se valora con AgNO₃ 0.05N que está en la bureta.
- Se debe repetir el procedimiento hasta obtener, al menos, tres valores que no se diferencien en más de 0.2ml.

Determinación de la cantidad de cloruros:

- 1) Se toma una alícuota de 100ml de agua de río (filtrada) en un erlenmeyer.
- 2) Se añaden 10 gotas de indicador de CrO₄²⁻/CrO₇²⁻.
- 3) Se valora con AgNO₃ 0.01N que está en la bureta.
- 4) Se debe repetir el procedimiento para obtener dos valores.

C) Cálculos y resultados:

Normalización de la disolución de AgNO₃ por el método de Mohr:

En primer lugar debemos calcular la masa de NaCl necesaria para preparar una disolución de 100mL 0,05N, para ello seguimos los mismos pasos que en el caso del carbonato de calcio para el análisis de durezas. Al tratarse de un patrón primario podremos después recalcular la concentración de dicha disolución obteniendo un valor de 0,0511N.

Los resultados de la normalización del nitrato de plata con la sal se encuentran en la tabla que sigue:

ENSAYO	V NaCl (mL)	V AgNO ₃ (mL)	V _m AgNO ₃ (mL)	N AgNO ₃	V _{blanco} (mL)			
1	10	10.3	10.2	0.0511	0.2			
2	10	10.2						
3	10	10.1						
4	10	10.2						

A continuación desarrollamos los cálculos necesarios para determinar la concentración de la disolución de nitrato de plata:

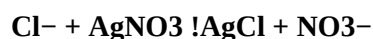
$$V \times N (\text{NaCl}) = (V_m \text{AgNO}_3 - \text{Blanco}) \times N \text{AgNO}_3$$

$$10 \text{ mL} \times 0,0511\text{N} = (10,2 \text{ mL} - 0,2 \text{ mL}) \times N \text{AgNO}_3$$

$$N \text{AgNO}_3 = 0,0511\text{N}$$

Determinación de la cantidad de cloruros:

En todos los cálculos que se realicen en esta determinación debemos tener en cuenta la estequiometría de la reacción que tiene lugar en la valoración:



Los resultados obtenidos se encuentran en las tablas resumen al final del apartado, a continuación ejemplificaremos la forma de obtener la cantidad de cloruros para la muestra de Mejorada:

$$V \times N (\text{Cl en agua}) = (V_m \text{AgNO}_3 - \text{Blanco}) \times N \text{AgNO}_3$$

$$100\text{mL} \times N \text{Cl} = (11,04 \text{ mL} - 0,2 \text{ mL}) \times 0,0511\text{N}$$

$$N \text{Cl en agua} = 0,00553$$

Calculamos la masa del ión cloruro:

$$m \text{Cl}^- = N \text{Cl en agua} \times V_{\text{agua}} \times P_{\text{eq Cl}} = 0,00553 \times 0,1\text{L} \times 35,45 \text{ g/eq}$$

$$m \text{Cl}^- = 0,01963\text{g} = 19,63\text{mg}$$

Haciendo la siguiente relación:

$$100\text{mL} : 19,63\text{mg}$$

$$1000\text{mL} : X$$

$$\text{Cl}^- = 196\text{ppm}$$

D) Conclusiones:

En la tabla final podemos comparar los resultados de la cantidad de cloruros en Arganda y en Mejorada, son resultados son bastante parecidos, lo cual indica que la cantidad de cloruros presentes en el río es similar en los dos lugares de toma de muestras.

Los datos para determinar la pureza de un agua con respecto a los cloruros presentes en ella se encuentran en esta tabla:

MEDIDA	Concentración aceptada(ppm)	Concentración admisible(ppm)
CLORUROS	250	600

Podemos deducir que el nivel de cloruros en ambas muestras está por debajo de la concentración aceptable, es decir que respecto a los cloruros se trata de un agua que podría ser apta para su consumo.

ANALISIS DE PRODUCTOS INDUSTRIALES

PATRONES PRIMARIOS

A continuación haremos un listado de las sustancias tipo patrón primario que vamos a utilizar en los análisis de los diferentes productos industriales y su concentración exacta, recordamos que las sustancias tipo patrón primario son de una gran pureza y estabilidad y su concentración exacta se puede obtener a partir de la masa real pesada como ya explicamos en el caso del CaCO_3 en el análisis de la dureza del agua (página 23).

SUSTANCIA	CONCENTRACION REAL
KIO3	0.0609N
CaCO3	0.01002N

PATRONES

En la siguiente tabla enumeramos las sustancias tipo patrón que vamos a utilizar para el análisis de los productos comerciales, estas sustancias se normalizan con los patrones primarios de la tabla anterior, no especificaremos los cálculos para cada normalización ya que se han explicado en varias ocasiones en otros apartados, pondremos como ejemplo la normalización del EDTA con CaCO_3 en el caso de la determinación de la dureza del agua (página 24) o la del KMnO_4 con $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ en el caso de la determinación de materia orgánica del agua (página 29).

SUSTANCIA	VOLUMEN (mL)	CONCENTRACION REAL
NaOH	100	0.0958N
KMnO4	250	0.09737 N
HCl	500	0.100N
AEDT	500	0.01004 M
Na2S2O3	250	0.0998N

1) DETERMINACION DE PUREZA DE LA SOSA COMERCIAL:

A) Desarrollo experimental:

Normalización de la disolución de NaOH:

Debemos preparar una disolución de 500mL de NaOH 0,1N que normalizaremos:

- 1) Se pesa una cantidad de biftalato potásico entre 0.3000 y 0.3500g.
- 2) Se disuelve con 25ml de agua destilada en un erlenmeyer.
- 3) Se añade unas gotas de fenoftaleína.
- 4) Se valora con NaOH 0.1N que está en la bureta.

5) Se debe repetir el procedimiento hasta obtener, al menos, tres valores de concentración que no se diferencien en más de 0.0010N.

Normalización de la disolución de HCl:

Se prepara en este caso una disolución de 500mL de HCl 0,1N y se normaliza con la disolución de sosa anterior:

- 1) Se toma una alícuota de 20ml de HCl 0.1N en un erlenmeyer.
- 2) Se añaden unas gotas de fenoftaleína.
- 3) Se valora con NaOH 0.1N que esta en la bureta.
- 4) Se debe repetir el procedimiento hasta obtener, al menos, tres valores que no se diferencien en más de 0.2ml.

Normalización de la sosa comercial:

En primer lugar debemos preparar la disolución de sosa comercial que vamos a valorar:

- 1) Se pesan 0,8g de sosa comercial
- 2) Se disuelve en agua destilada.
- 3) Se enrasa hasta 250ml con agua destilada.

Realizaremos una primera valoración para determinar la cantidad de NaOH que hay en la sosa comercial:

- 1) Se toma una alícuota de 20ml de la disolución de sosa cáustica.
- 2) Se añade una punta de espátula de fenoftaleína.
- 3) Se valora con HCl 0.1N que está en la bureta.
- 4) Se debe repetir el procedimiento hasta obtener, al menos, tres valores que no se diferencien en más de 0.2ml.

Posteriormente se repite la valoración pero cambiando el indicador para determinar la cantidad de carbonato sódico NaCO_3 el procedimiento es el siguiente:

- 1) Se toma una alícuota de 20ml de la disolución de sosa cáustica.
- 2) Se añade una punta de espátula del indicador rojo congo.
- 3) Se valora con HCl 0.1N que está en la bureta.
- 4) Se debe repetir el procedimiento hasta obtener, al menos, tres valores que no se diferencien en más de 0.2ml.

B) Resultados y cálculos:

En la siguiente tabla encontramos los resultados de las valoraciones de la sosa comercial con ambos indicadores:

INDICADOR	V alícuota sosa comercial (mL)	V HCl (mL)	Vmedio HCl (mL)		
Fenofaleína	20	9.1	9.13		
		20		9.1	
		20		9.2	
	Rojo Congo	20		9.5	9.46
		20		9.5	
		20		9.4	

Determinación de carbonatos:

En el caso de la determinación de carbonatos la reacción que tiene lugar y cuya estequiometría tendremos en cuenta es:



A continuación vamos a calcular la cantidad de carbonatos presentes en la sosa comercial utilizando para ello el volumen medio de ácido empleado en la valoración con rojo congo:

$$V \times N (\text{Na}_2\text{CO}_3) = (V_{\text{rojo congo}} - V_{\text{fenofaleína}}) \times N_{\text{HCl}}$$

$$20\text{mL} \times N (\text{Na}_2\text{CO}_3) = (9.46\text{mL} - 9.13\text{mL}) \times 0.100\text{N}$$

$$N (\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0.00165 \text{ eq/L (para 20 mL)}$$

La diferencia entre el volumen con uno y otro indicador es menor de 1mL, esto ya nos indica que la cantidad de carbonatos en la sosa comercial es despreciable, al calcular la concentración corroboramos este dato, ya que es muy pequeña.

Determinación de NaOH:

La reacción que tiene lugar en esta valoración es la siguiente:



Para calcular la cantidad de NaOH presente en la sosa comercial llevamos a cabo los siguientes cálculos teniendo en cuenta la estequiometría de la reacción anterior en la que observamos que la relación entre la sosa y el ácido es 1 a 1.

$$V \times N(\text{HCl}) = V \times N (\text{Sosa cáustica})$$

$$N (\text{sosa cáustica}) = V_{\text{medio}}(\text{HCl}) \times N_{\text{media}} (\text{HCl}) / V(\text{sosa cáustica})$$

$$N (\text{sosa cáustica}) = 9.13 \text{ mL} \times 0.100\text{N} / 20\text{mL}$$

$$N(\text{sosa cáustica}) = 0.04565$$

Calculamos la masa de NaOH teniendo en cuenta que su peso molecular es el mismo que su peso equivalente al ser 1 su valencia y que partíamos de una disolución de 250mL:

$$\text{Masa} = P_m \times V \times N(\text{sosa cáustica})$$

$$\text{Masa} = 40\text{g/mol} \times 0.25\text{L} \times 0.04565\text{N}$$

$$\text{Masa} = 0.4565\text{ g de sosa cáustica en 250ml}$$

Calculamos el porcentaje de NaOH:

$$1\text{g} : 100\%$$

$$0.4565\text{g} : X$$

$$X = 45.65\% \text{ de NaOH en la sosa comercial}$$

C) Conclusiones:

Observamos como el porcentaje de NaOH en la sosa comercial ni siquiera llega al 50% del producto. Esto significa que este producto no contiene sosa pura, puede ser debido a que la sosa es una sustancia peligrosa, puede quemar la piel ya que al disolverla en agua provoca una reacción fuertemente exotérmica y debemos tener en cuenta que la sosa cáustica es un producto doméstico.

2) DETERMINACIÓN Cl₂ ACTIVO EN LEJÍA:

A) Introducción teórica:

El hipoclorito, más conocido por lejía, es uno de los grandes descubrimientos de la época moderna. Se obtuvo por primera vez en Javel, barrio periférico de París, por el químico francés Bertholet, que en 1785 experimentó la fórmula descubriendo su utilización y las posibles aplicaciones desinfectantes.

A finales del siglo XIX, momento en que Louis Pasteur descubre que los microorganismos son los causantes de las enfermedades, la lejía tuvo el momento de máximo reconocimiento, gracias a sus propiedades como activo agente antiséptico.

Se entiende por lejía la solución de hipoclorito con un contenido de cloro activo no inferior a 35 g/L ni superior a 100 g/L.

Este producto constituye un poderoso desinfectante, apto para el tratamiento de aguas potables y en las líneas de envasado de la industria agroalimentaria. Se usa para desinfección de todo tipo de elementos, suelos, baños, cocinas, cerámicas, sanitarios. Puede ser usado para la potabilización del agua de consumo y para la desinfección de verduras y hortalizas. Su módico precio y su enérgica eficacia frente a las algas y bacterias hace que sea el producto más adecuado para el tratamiento alguicida y bactericida del agua de las piscinas. También es usado en altas concentraciones en sistemas hídricos contaminados por "La Legionella" (torres de refrigeración, los sistemas de distribución de agua en lugares públicos, etc.) para neutralizar su avance y desarrollo.

La reglamentación Técnico-sanitaria de Fabricación y Comercialización de lejías define las características de estos productos, las condiciones que han de reunir las instalaciones, el material y el personal de los centros de producción, el envase, el etiquetado y la rotulación.

Los envases han de tener un cierre de seguridad para los niños. No se autorizan los envases ni las etiquetas con diseños que puedan atraer o suscitar la curiosidad infantil. Todos los envases y etiquetas han de estar homologados y registrados por el Ministerio de Industria.

Teniendo en cuenta las clases de lejías que se comercializan , podemos establecer una clasificación según la forma de presentación y el color.

Segmento amarillo: Es la lejía por excelencia, adecuada para diversas aplicaciones de desinfección e higiene doméstica.

Segmento amarillo (con registro sanitario): Sólo cuando se haga constar en la etiqueta el número de registro sanitario el producto podrá ser también utilizado para la desinfección del agua para beber.

Segmento blanco: Este segmento comprende las lejías con una fórmula especialmente adecuada para el tratamiento de ropa, ya que combinan una gran eficacia blanqueadora y desinfectante.

B) Procedimiento experimental:

Normalización de la disolución de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Los pasos a seguir son:

- 1) Se pesa una cantidad de KIO_3 lo más cercana a 0.2000g.
- 2) Se disuelve en agua destilada y se enrasa a 100ml.
- 3) Se toma una alícuota de 20ml de la disolución de KIO_3 en un erlenmeyer.
- 4) Se añaden 1g de KI y 1ml de HCl concentrado.
- 5) Se valora con $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.1N que está en la bureta, cuando la disolución se pone de color amarillo, se añade indicador de almidón.
- 6) Se continúa la valoración hasta que la disolución quede incolora.
- 7) Se debe repetir el procedimiento hasta obtener, al menos, tres valores que no se diferencien en más de 0.2ml.

Valoración de la lejía con $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

En primer lugar debemos diluir la lejía, para ello tomamos 10mL del producto y lo llevamos a 100mL con agua destilada, después seguimos los siguientes pasos:

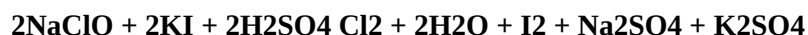
- Se toma una alícuota de 20ml de lejía (diluida) en un erlenmeyer.
- Se añade 1ml de H_2SO_4 diluido en proporción 1:3.
- Se añade 1g de KI.
- Se valora con $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.1N que esta en la bureta.
- Se debe repetir el procedimiento hasta obtener, al menos, tres valores que no se diferencien en más de 0.2ml.

C) Resultados y cálculos:

Los resultados de esta parte se encuentran en la siguiente tabla:

V(ml) de disolución de lejía	Volumen (ml) de Na ₂ S ₂ O ₃
20	19.6
20	19.6
20	19.6

Las reacciones que tienen lugar en esta valoración son:



Lo que valoramos con el Na₂S₂O₃ es realmente el I₂ así que podemos calcular la concentración de I₂ y a partir de ella la concentración de Cl₂

$$N \times V (\text{I}_2) = N \times V (\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$$

$$N(\text{I}_2) = V_{\text{medio}} (\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \times N(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) / V (\text{I}_2)$$

$$N(\text{I}_2) = 19.6 \text{ mL} \times 0.0998 \text{ N} / 20 \text{ mL}$$

$$N(\text{I}_2) = 0.09780$$

Calculamos ahora la concentración de Cl₂ en la lejía, teniendo en cuenta que como podemos observar en la segunda reacción la estequiometría del cloro y el yodo es 2 a 1:

$$M(\text{Cl}_2) = M(\text{I}_2)/2 = 0.09780/2$$

$$M \text{ Cl}_2 = 0.04890$$

$$M \times V(\text{Cl}_2) = M \times V (\text{lejía})$$

Teniendo en cuenta que partíamos de 10mL de lejía:

$$M (\text{lejía}) = M (\text{Cl}_2) \times V(\text{Cl}_2) / V (\text{lejía})$$

$$M (\text{lejía}) = 0.04890 \text{ M} \times 100 \text{ mL} / 10 \text{ mL}$$

$$M (\text{lejía}) = 0.4890 \text{ concentración de Cl}_2 \text{ en lejía}$$

$$M (\text{lejía}) \times PM (\text{Cl}_2) = 0.4890 \text{ M} \times 71 \text{ g/mol}$$

$$\text{Concentración Cl}_2 = 34.72 \text{ gr/litro}$$

D) Conclusiones:

Gracias a esta experiencia podemos confirmar los conocimientos teóricos que nos dicen que la lejía contiene una gran cantidad de cloro ya que los resultados nos indican que en cada litro de lejía se encuentran disueltos unos 34g de cloro. Este compuesto está en una proporción bastante grande porque es el que proporciona a la lejía su poder desinfectante.

3) DETERMINACIÓN DE PEROXIDOS EN UN ACTIVADOR DE LAVADO:

A) Procedimiento experimental:

Normalización del KMnO₄

A continuación enumeramos los pasos a seguir en esta normalización:

- Se pesa una cantidad de Na₂C₂O₄ de entre 0.1000 y 0.1500g.
- Se disuelve en 25ml de agua destilada.
- Se añade 1ml de H₂SO₄ concentrado.
- Se comienza la valoración añadiendo 4 o 5ml de KMnO₄ 0.1N que está en la bureta.
- Se añaden 3 o 4ml de H₂SO₄ concentrado, hasta que la disolución quede incolora.
- Se continúa la valoración hasta que la disolución cambie de color.
- Se debe repetir el procedimiento hasta obtener, al menos, tres valores de concentración que no se diferencien en más de 0.0010N.

Normalización del KMnO₄

Como en el caso de la lejía debemos diluir el producto, para ello tomamos 5 mL del mismo y los llevamos a un volumen de 500mL con agua destilada. Después los pasos a seguir serán:

- Se toma una alícuota de 20ml de lejía de color (diluida) en un erlenmeyer.
- Se añaden 2ml de H₂SO₄ concentrado.
- Se valora, en caliente, con KMnO₄ que está en la bureta.
- Se debe repetir el procedimiento hasta obtener, al menos, tres valores que no se diferencien en más de 0.2ml.

B) Resultados y cálculos:

Los resultados en la determinación de peróxidos son:

V (ml) KMnO₄	V(ml) de disolución problema
9.5	20
9.6	20
9.6	20
9.5	20

Para realizar los cálculos tendremos en cuenta que en la valoración del producto con permanganato la reacción que tiene lugar es:



En primer lugar debemos calcular la concentración de la lejía de color:

$$N \times V(\text{lejía}) = N \times V(\text{KMnO}_4)$$

$$N(\text{lejía}) = 9.55\text{mL} \times 0.09737\text{N} / 20\text{mL}$$

$$N(\text{lejía}) = 0.0465$$

Teniendo en cuenta que diluimos el producto hasta 500mL y que según la reacción anterior la relación estequiométrica entre el permanganato y el agua oxigenada es 2 a 1 podemos realizar los siguientes cálculos:

$$n^{\circ} \text{ equivalentes lejía} = n^{\circ} \text{ equivalentes H}_2\text{O}_2$$

$$\text{Masa} / \text{Peq}(\text{H}_2\text{O}_2) = N \times V(\text{lejía})$$

$$\text{Masa H}_2\text{O}_2 = N(\text{lejía}) \times V(\text{lejía}) \times \text{Pm}(\text{H}_2\text{O}_2) / 2$$

$$\text{Masa H}_2\text{O}_2 = 0.0465\text{N} \times 0.5\text{L} \times 34\text{g/mol} / 2$$

$$\text{Masa H}_2\text{O}_2 = 0.391 \text{ gr de H}_2\text{O}_2 \text{ en 5ml de lejía}$$

Haciendo la siguiente relación calculamos el porcentaje de peróxidos en el producto:

$$5 \text{ ml} ! 0.391 \text{ gr}$$

$$100\text{ml} ! X$$

$$X = 7.82 \% \text{ gr H}_2\text{O}_2 / 100\text{ml}$$

C) Conclusiones:

Observamos que el porcentaje de agua oxigenada en la lejía para prendas de color es alto, lo cual nos indica que este producto basa su eficacia en las propiedades del agua oxigenada que permite que el agua penetre más fácilmente en el tejido.

4) DETERMINACIÓN DE EDTA EN UN ANTICAL:

A) Procedimiento experimental:

Normalización disolución de EDTA:

Para poder llevar a cabo esta determinación en primer lugar debemos conocer con exactitud la concentración de la disolución de EDTA con la que vamos a valorar el antical. Para ello la normalizamos con carbonato cálcico tal y como se explica en los siguientes pasos:

- Se toma una alícuota de 20ml la disolución de CaCO_3 0.01M en un erlenmeyer.
- Se añaden unas gotas de NaOH 3M, hasta pH 12.
- Se añade una punta de espátula de murexida.
- Se valora con AEDT 0.01M que está en la bureta.
- Se debe repetir el procedimiento hasta obtener, al menos, tres valores que no se diferencien en más de 0.2ml.

Valoración producto antical:

Debemos seguir los siguientes pasos

- Se pesan 2.6g de antical.
- Se disuelve en 75ml agua destilada, calentando en placa calefactora si es necesario.
- Se lleva a un volumen final de 100ml con agua destilada.
- Se toma una alícuota de 20ml de la disolución de antical en un erlenmeyer.
- Se añaden 25ml de CaCO_3 0.01M.
- Se añaden unas gotas de NaOH 3M hasta pH 12.
- Se añade una punta de espátula de murexida.
- Se valora con AEDT 0.01M que está en la bureta.
- Se debe repetir el procedimiento hasta obtener, al menos, tres valores que no se diferencien en más de 0.2ml.

B) Resultados y cálculos:

Los resultados de la valoración del producto antical son:

Volumen (ml) de EDTA	V(ml) de CaCO_3 + disolución de antical
19.1	20+25
19.3	20+25
19.2	20+25

La reacción que tiene lugar en esta valoración es la siguiente:



Con estos datos podemos calcular el volumen de carbonatos en el antical teniendo en cuenta que la valencia del carbonato es 1 y por tanto su normalidad coincide con su valencia,

$$M \times V (\text{EDTA}) = M \times V (\text{CaCO}_3)$$

$$V(\text{CaCO}_3) = (M \times V (\text{AEDT})) / M \text{ CaCO}_3$$

$$V(\text{CaCO}_3) = 19,2\text{mL} \times 0.01004\text{M} / 0.01002\text{M} = 19.238\text{mL}$$

$$25\text{mL} - 19.238\text{mL} = 5.76\text{mL} = 0.00576 \text{ L de } \text{CaCO}_3 \text{ reaccionan con el antical}$$

Calculamos ahora el porcentaje de EDTA del producto antical mediante los siguientes cálculos teniendo en cuenta la estequiometría de la reacción anterior en la que por cada mol de EDTA reacciona otro de carbonato:

$$\text{moles CaCO}_3 = M \times V (\text{CaCO}_3) = 0.01002\text{M} \times 0.00576\text{L} = 0.0057\text{moles}$$

$$0.000057 \text{ moles ! } 20\text{mL}$$

$$X \text{ moles ! } 100\text{mL}$$

$$X = 0.00028\text{moles en } 100\text{mL}$$

$$\text{Masa EDTA} = \text{moles} \times P_m = 372.24 \text{ g/mol} \times 0.00028\text{moles} = 0.1074\text{g EDTA}$$

$$\text{Masa antical}(2.6\text{g}) \text{ ! } 100\%$$

$$0.1074\text{g} \text{ ! } X$$

X = 4.1% EDTA en el producto antical

C) Conclusiones:

Observamos que el porcentaje de EDTA en el producto antical no es excesivamente alto, sin embargo la capacidad del EDTA como agente complejante de los cationes presentes en las aguas es tan grande que suponemos que con este porcentaje es suficiente para eliminar las manchas de cal producidas por estos cationes.

ANALISIS DE MEDICAMENTOS

1) ASPIRINA (AAS):

A) Introducción teórica:

Desde sus mismos comienzos, el ser humano ha utilizado productos extraídos de las plantas como remedio para sus dolencias, un ejemplo de esto es la Aspirina, que nació de la corteza de los árboles.

Pero no fue hasta 1828 cuando científicos alemanes sintetizaron el principio activo de la corteza del Salís Alba, una sustancia amarillenta que precipita formando cristales de sabor muy amargo a la que se le dio el nombre de salicina. Fue aislada e identificada en la universidad de Munich por Buchner, un profesor de farmacia. Una forma química más simple fue sintetizada unos 10 años más tarde por Piria, que trabajaba en la universidad de Sorbona, dando lugar al ácido salicílico.

En 1886 un error farmacéutico hizo que Cahn y Hepp descubrieran que un derivado de los productos utilizados en la industria de tintes servía como un nuevo antipirético. De este modo Kalle & Co, una empresa que había suministrado la acetilina, decidió comercializar el producto y su aplicación médica.

Muy pronto Carl Duisberg y Bayer, una compañía de gran importancia en la industria de tintes se dieron cuenta de que la acetanilina era químicamente semejante al Paranitrofenol, un producto de deshecho en la fabricación de tintes y de que existían miles de kilos. En 1888 obtuvieron un compuesto químico llamado Acetofenetilina al que Duisberg decidió comercializar con el nombre de Fenacetina, el primer fármaco de Bayer.

Los nuevos laboratorios de Bayer se llenaron pronto con más de 90 químicos investigando a tiempo completo. Se decidió investigar variantes del ácido salicílico con menos efectos secundarios y el 10 de octubre de 1897 Hoffmann describía la forma en que había conseguido la síntesis del ácido acetil salicílico, (AAS) llamado posteriormente Aspirina. (El ácido salicílico proviene de una planta, la ulmaria (en latín: *Spiraea ulmaria*). Felix Hoffman, para llamar a esta nueva droga maravillosa ideó un acrónimo: A por acetil; SPIR, por *Spiraea* e INA, por una razón que nadie conoce).

La Aspirina fue uno de los primeros fármacos sintetizados, y junto al paracetamol es uno de los AINES (antiinflamatorios no esteroideos) más eficaces y baratos. Se administra por vía oral y se absorbe rápidamente, ya que parte es ionizado en el estómago y el 75% se metaboliza en el hígado.

Aspirina es el fármaco más consumido en la actualidad con la cifra impresionante de 40.000 toneladas anuales de Aspirina, en España se consumen 700 millones de comprimidos al año.

Características químicas y metabolización:

Aspirina pertenece a la familia de los salicilatos, derivados del ácido 2-hidroxibenzoico o ácido salicílico, aunque este compuesto se encuentra en diversos vegetales actualmente los salicilatos empleados son

obtenidos de forma sintética.

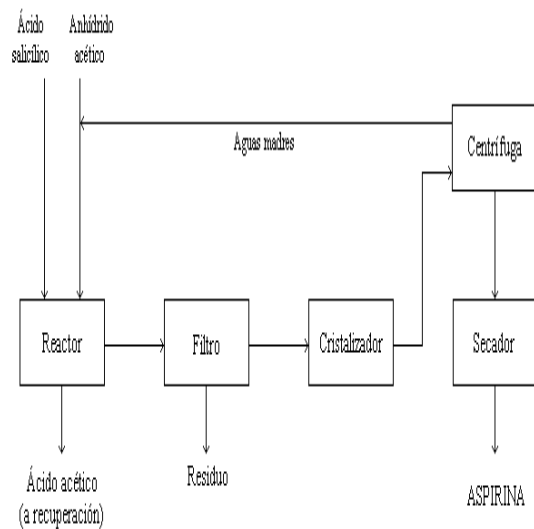
El ácido salicílico es un sólido blanco cristalino, de fórmula $C_6H_4(OH)COOH$. Se encuentra en numerosas plantas, en especial en los frutos, en forma de metilsalicilato. Tiene un sabor ligeramente amargo; es poco soluble en agua y más soluble en alcohol, éter y cloroformo. Tiene un punto de fusión de $159^\circ C$. Es estable en aire seco, pero con la humedad se descompone lentamente en ácido salicílico y en ácido acético.

La molécula de ácido acetilsalicílico contiene un total de 21 átomos y su fórmula consiste en la unión del ácido salicílico: $C_7H_6O_3$ y el anhídrido acético $C_4H_6O_3$. La fórmula de la Aspirina es por tanto $C_9H_8O_4$

Reacción y producción de la Aspirina:

Para fabricar una tonelada de aspirina son necesarios 770 Kg. de ácido salicílico y 590 Kg. de anhídrido acético (para que la operación sea rentable, deben recuperarse el ácido acético y el exceso empleado de anhídrido acético). El rendimiento de reacción es del 90%, obteniéndose como subproducto 340 Kg. de acético.

El modo de operación sigue siendo principalmente discontinuo. El ácido salicílico y el anhídrido acético se alimentan a un reactor de acero inoxidable. La temperatura debe mantenerse a menos de $90^\circ C$, con buen control de temperatura a lo largo del ciclo. Tras dos o tres horas, la masa de reacción se bombea a un filtro, y de allí a un cristalizador, donde se mantiene a $0^\circ C$. Los cristales obtenidos se centrifugan, lavan y secan (0.5% humedad); el licor madre se recircula.



Esquema de producción de la aspirina

B) Procedimiento experimental:

La disolución de HCl que vamos a necesitar en esta determinación es la misma que usamos en el apartados anteriores y por tanto ya conocemos su concentración exacta.

Los pasos a seguir para la determinación del AAS son:

- 1) Se pulveriza una pastilla de aspirina con ayuda de un mortero de vidrio.
- 2) Se añaden 3 o 4ml de etanol en el mortero.

- 3) Se trasvasa el contenido a un matraz y se enrasa a un volumen final de 100ml con agua destilada.
- 4) Se toma una alícuota de 20ml de la disolución de aspirina en un erlenmeyer.
- 5) Se añaden 25ml de NaOH 0.1N.
- 6) Se calienta la disolución, bajo agitación constante, durante 10 minutos.
- 7) Se enfría la disolución debajo del grifo.
- 8) Se valora con HCl 0.1N que está en la bureta.
- 9) Se toma una alícuota de 20ml de la disolución de sosa cáustica.
- 10) Se añade una punta de espátula de fenoftaleína.
- 11) Se valora con HCl 0.1N que esta en la bureta.
- 12) Se debe repetir el procedimiento hasta obtener, al menos, tres valores que no se diferencien en más de 0.2ml.

C) Resultados y cálculos:

En la siguiente tabla encontramos los resultados obtenidos en esta determinación:

Volumen (ml) de HCl	Volumen NaOH + V. de disolución de aspirina (ml)
10.9	25+20
10.9	25+20
11.0	25+20

Esta valoración que vamos a emplear es una valoración ácido base por retroceso basada en hidrólisis, la reacción que tiene lugar es:



Los cálculos necesarios para determinar la cantidad de AAS en un comprimido son:

$$N \times V (\text{HCl}) = N \times V (\text{NaOH})$$

$$V(\text{NaOH}) = 0.100\text{N} \times 10.9\text{mL} / 0.0958\text{N}$$

$$V(\text{NaOH}) = 11.38 \text{ ml}$$

$$25 - 11.38 = 13.62 \text{ ml} = 0.01362 \text{ L de NaOH reaccionan con el AAS}$$

Sabiendo que el peso equivalente del AAS es de 156eq/mol y que su valencia es 2 podemos deducir:

$$\text{Peq} = \text{Pm}/2 = 156/2 = 78\text{g/mol}$$

$$N \times V (\text{NaOH}) = \text{masa}/\text{P.eq} (\text{AAS})$$

$$\text{Masa (AAS)} = N \cdot V (\text{NaOH}) \times P_m(\text{AAS})$$

$$\text{Masa(AAS)} = 0.0958N \times 0.01362L \times 78g/mol$$

$$\text{Masa(AAS)} = 0.1017g \text{ es lo que hay en } 1/5 \text{ de pastilla}$$

$$\text{En una pastilla habrá: } 0.1017g \times 5 = 0.5g = 500mg \text{ de AAS en 1 pastilla}$$

D) Conclusiones:

Según se indica en el prospecto de la caja de aspirinas el contenido en AAS de cada comprimido es de 500 mg, podemos entonces asegurar que el proceso de determinación del AAS se ha llevado a cabo de forma exacta y precisa, ya que hemos obtenido esa misma cantidad de AAS por comprimido.

2) DETERMINACIÓN DE CALCIO Y MAGNESIO EN UN ANTIÁCIDO:

A) Procedimiento experimental:

Para llevar a cabo esta determinación se debe primero preparar el antiácido, ya que este, es un producto sólido, por lo que inicialmente se deberá disolver, el procedimiento es el siguiente:

- Se pulveriza 1 pastilla de antiácido con ayuda de un mortero de vidrio.
- Se añade al mortero 4 o 5ml de HCl concentrado.
- Esta disolución se lleva a un volumen final de 1L con agua destilada.

Una vez realizada esta operación previa, se puede disponer a empezar con la valoración, el procedimiento para obtener la concentración de CaCO_3 es el siguiente:

- Se toma una alícuota de 20ml de la disolución de antiácido en un erlenmeyer.
- Se añaden unas gotas de NaOH 3M hasta pH 12.
- Se añade una punta de espátula de murexida.
- Se valora con AEDT 0.01M que esta en la bureta.
- Se debe repetir el procedimiento hasta obtener, al menos, tres valores que no se diferencien en más de 0.2ml.

El procedimiento para obtener la concentración de MgCO_3 es el siguiente:

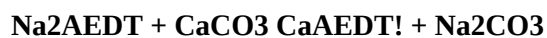
- Se toma una alícuota de 20ml de la disolución de antiácido en un erlenmeyer.
- Se añaden unas de disolución reguladora de pH 10.
- Se añade una punta de espátula de N. E. T.
- Se valora con AEDT 0.01M que esta en la bureta.
- Se debe repetir el procedimiento hasta obtener, al menos, tres valores que no se diferencien en mas de 0.2ml.

B) Resultados y cálculos:

Los resultados para la determinación de carbonatos son:

Volumen(ml) de EDTA	Volumen(ml) de disolución problema
13.6	20
13.7	20
13.7	20

En la determinación de Ca la reacción que debemos tener en cuenta es:



Calculamos los gramos de Ca presentes en la muestra:

$$M \times V (\text{EDTA}) = M \times V \text{Ca}$$

$$0.01004\text{M} \times 13.66\text{mL} = M \text{Ca} \times 20\text{mL}$$

$$M\text{Ca} = 0.0068$$

$$m\text{Ca} = M\text{Ca} \times V \times P_m$$

$$m\text{Ca} = 0.0068 \times 1\text{L} \times 40\text{g/mol}$$

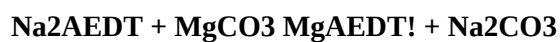
$$m\text{Ca} = 0.272\text{g}$$

mCa = 272mg en la muestra de antiácido.

Para la determinación de magnesio los resultados fueron:

Volumen(ml) de EDTA	Volumen(ml) de disolución problema
15.1	20
15.0	20
15.0	20

En este caso la reacción que se da es:



Los cálculos necesarios son:

$$M \times V (\text{EDTA}) = M \times V \text{Mg}$$

$$0.01004\text{M} \times 15.03\text{mL} = M \text{Mg} \times 20\text{mL}$$

$$M\text{Mg} = 0.0075$$

$$m\text{Mg} = M\text{Mg} \times V \times P_m$$

$$m\text{Mg} = 0.0075\text{M} \times 1\text{L} \times 24.3\text{g/mol}$$

$$m\text{Mg} = 0.182\text{g}$$

mMg = 182mg en la muestra de antiácido.

C) Conclusiones:

Observamos que la cantidad de Ca presente en el antiácido es bastante mayor que la de Mg, puede ser debido a que el Ca sea más reactivo con los ácidos que causa ardor de estómago y por eso se encuentra en mayor medida en este medicamento.

BIBLIOGRAFIA

Métodos normalizados para el análisis de aguas potables y residuales

APHA – AWWA – WPCF

Editorial Díaz de Santos.

La Aspirina. El remedio milagroso Penny wonder Drug

ROBERT,S; PERSKY CUGENE; CISEK,P.

Ediciones Martínez Roca. S.A

www.amicloro.org

www.bayer.com

www.google.es

