

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	1 de 45

LABORATORIO DE QUÍMICA ANALÍTICA

Amanda Lucia Chaparro García
Qca., M.Sc.; Ph.D.

Yaneth Cardona Rodríguez
Qca.

**Universidad de Pamplona
Facultad de Ciencias Básicas
Departamento de Química
Colombia, Norte de Santander
Pamplona
2015**

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	2 de 45

INTRODUCCIÓN.

El análisis químico está relacionado con los problemas que intenta identificar y determinar la cantidad de las especies químicas presentes en una muestra dada. Cada investigación experimental depende, en alguna extensión de los resultados de medidas analíticas. Este curso permite al estudiante iniciarse en los métodos y técnicas del análisis cualitativo y cuantitativo que en una futura serán de gran utilidad para determinar la composición y la calidad de una materia o de un alimento. La producción, distribución y comercialización de alimentos dentro de un país, están relacionadas directamente con la posibilidad de conseguir una nutrición adecuada; por lo tanto hasta donde sea posible, deben considerarse los métodos para mejorar la producción y utilización de los alimentos. Es aquí donde el ingeniero de alimentos a través del estudio de las técnicas analíticas, está capacitado para realizar análisis cualitativos y cuantitativos de elementos y compuestos que integran los alimentos, así como la determinación de impurezas y contaminantes en los alimentos y/o materias primas durante todo su proceso de elaboración. Este tipo de actividad es fundamental durante el desempeño de su labor profesional.

En el transcurso de la asignatura se desarrollaran prácticas que permitirán proporcionar al estudiante los conocimientos sólidos de los fundamentos químicos que son de especial importancia en la química analítica. Lo cual le permitirá aplicarlos a la resolución de situaciones concretas en el ejercicio profesional.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	3 de 45

TABLA DE CONTENIDO

Introducción lab de química analítica.

Laboratorio 1. Calibración de la balanza analítica.

Laboratorio 2. Calibración de material volumétrico.

Laboratorio 3. Equilibrio químico y principio de le chatelier.

Laboratorio 4. Preparación de patrones.

Laboratorio 5. Determinación de humedad.

Laboratorio 6. Determinación de cenizas.

Laboratorio 7. Evaluación del porcentaje de acidez de vinagre comercial.

Laboratorio 8. Evaluación de un antiácido comercial.

Laboratorio 9. Valoración de precipitación.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	4 de 45

1. TITULO

INTRODUCCIÓN AL LABORATORIO DE QUÍMICA ANALÍTICA

2. OBJETIVO

- ❖ El objetivo de este laboratorio es dar al estudiante las instrucciones generales tanto de seguridad como de entrega de informes y evaluación del correspondiente curso.

3. MARCO TEÓRICO

I. INSTRUCCIONES GENERALES

Tenga en cuenta las siguientes instrucciones generales.

- 1º. Se debe conocer la ubicación de los elementos de seguridad en el lugar de trabajo: extintores, salidas de emergencia, lavaojos, gabinete para contener derrames y línea de desechos, etc.
- 2º. No se permite comer, beber, fumar o maquillarse dentro del laboratorio, ni se deben guardar alimentos.
- 3º. Se debe utilizar una vestimenta apropiada para realizar trabajos de laboratorio y **cabello recogido** (bata preferentemente de algodón y de mangas largas, **zapatos cerrados**, **evitando el uso de accesorios colgantes**).
- 4º. Para asistir al laboratorio cada alumno deberá llevar **gafas de seguridad**, **guantes de nitrilo**, **bata de laboratorio manga larga**, **un paño para la limpieza de su mesa de trabajo**, **gotero**, **cinta de enmascarar**, **marcador borrible** y **marcador permanente**, **además de jabón y cuaderno de trabajo**.
- 5º. Todos los alumnos deberán conocer el nombre de los utensilios de trabajo que van a manejar, según se expresa en las figuras que se verán a continuación.
- 6º. Antes de entrar en el laboratorio, cada alumno deberá haber estudiado cuidadosamente la práctica que va a realizar y las instrucciones correspondientes, **por ello deberá presentar un pre-informe de laboratorio para poder ingresar a dicho recinto**. Cualquier duda deberá resolverla antes de empezar el trabajo.
- 7º. Durante la realización de la práctica deberá anotar en su cuaderno todas las observaciones que realice y los cálculos que desarrolle. Agilizar la capacidad de observación es uno de los primeros objetivos del curso práctico.
- 8º. Los residuos inservibles y los productos sólidos de deshecho no deben abandonarse sobre la mesa ni arrojarse al suelo o a la pila de desagüe sino únicamente a la basura o a los recipientes habilitados para ello. Los productos líquidos de deshecho, se depositarán en los recipientes destinados a tal efecto. Si por descuido se vierte cualquier sustancia sobre la mesa, debe ser inmediatamente recogida. La mesa de trabajo debe estar siempre limpia y ordenada. Al final de cada sesión todo el material debe ser adecuadamente recogido. El

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	4 de 45

material de vidrio que se rompa, se entregará al ayudante de laboratorio que procederá a su reposición. Los fragmentos de vidrio roto no se tirarán a la basura normal sino que se depositarán en los recipientes especiales para vidrio.

- 9º. Para verter sustancias en la pila de desagüe ha de tomarse la precaución de abrir la llave previamente para diluirlas, especialmente si se trata de ácidos o bases fuertes. Cuando se utilice ácido sulfúrico, recuerde que el agua nunca se añade sobre este ácido: “el ácido sulfúrico se añade sobre el agua”.
- 10º. Se debe trabajar en campanas de extracción de gases siempre que se utilicen sustancias que así lo requieran (volátiles, inflamables, irritantes, o con cualquier otro grado de peligrosidad). Nunca debe calentarse con el mechero un líquido que produzca vapores inflamables. Cuando se caliente un tubo de ensayo, debe cuidarse que la boca del tubo no se dirija hacia ninguna persona cercana. Nunca deben dejarse los reactivos cerca de una fuente de calor.
- 11º. Cualquier accidente, corte o quemadura que sufra algún estudiante, debe comunicársele inmediatamente al profesor. Si por descuido se ingiere cualquier reactivo debe enjuagarse rápidamente con agua abundante y consultar al profesor. **Importante: se prohíbe pipetejar cualquier producto con la boca.**
- 12º. Un posible peligro de envenenamiento, frecuentemente olvidado, es la contaminación a través de la piel. Lávese las manos inmediatamente después de exponerse a un reactivo peligroso y antes de dejar el laboratorio. Es conveniente usar **guantes de nitrilo** cuando se trabaja con reactivos peligrosos. Los símbolos de peligrosidad de las sustancias se muestran en la tabla 1.
- 13º. No deben transportarse innecesariamente los reactivos de un sitio a otro del laboratorio. Si tuviese que transportarlos, tenga cuidado con las botellas que deben ser siempre transportadas cogiéndolas por el fondo, nunca por la boca.
- 14º. El lugar y el material de trabajo deben quedar limpios y ordenados.
- 15º. **Hasta que el profesor no de su autorización no se considera finalizada la práctica y por lo tanto, no se puede salir del laboratorio.**

II. INSTRUCCIONES SOBRE OPERACIONES EN EL LABORATORIO

Contaminación de reactivos

La contaminación de reactivos sólidos y líquidos puede evitarse teniendo en cuenta las siguientes normas:

1. La parte interna del cierre de los frascos de los reactivos nunca se pondrá en contacto con la mesa y otras fuentes de contaminación.
2. Un reactivo cristalino o en polvo se sacará de su frasco con una espátula limpia y seca.
3. Después de que se saca una muestra de reactivo de un frasco, no debe devolverse al frasco ninguna porción de ella.
4. Antes de sacar una muestra de reactivo del frasco se debe estar seguro que es el reactivo necesario en la experiencia.

Transferencia de sólidos

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	4 de 45

Cantidades pequeñas de un reactivo sólido granulado o en polvo se transfieren desde un frasco a un recipiente, generalmente con una espátula limpia y seca.

1. Para sacar una gran cantidad de un reactivo sólido del frasco almacén se gira éste lentamente de un lado a otro en posición inclinada.
2. Un trozo de papel limpio y blanco ayuda a extraer un reactivo sólido de un frasco almacén y echarlo en un recipiente que tiene una abertura relativamente pequeña. Si se trata de grandes cantidades se utiliza un trozo de papel enrollado en forma de cono y si son pequeñas cantidades se vierte el sólido en una estrecha de papel previamente doblada. El papel se inserta en la pequeña apertura del recipiente y el reactivo se transfiere fácilmente. Si el sólido se va a disolver, se puede recoger en un embudo previamente dispuesto y añadir el disolvente a través del embudo en fracciones sucesivas para no dejar nada de sólido en el embudo.

Transferencia de líquidos

Para evitar salpicaduras al verter un líquido de un recipiente a otro se apoya una varilla de vidrio sobre el pico del recipiente de forma que el líquido fluya por la varilla y se recoja en el otro recipiente.

Si el recipiente tiene una abertura pequeña, debe utilizarse un embudo de vidrio seco y limpio en el que caiga el líquido procedente de la varilla.

Medida de volúmenes

Son cuatro los instrumentos utilizados para la medida de volúmenes líquidos: pipetas, probetas, buretas y matraces aforados. Estos instrumentos tienen marcas grabadas en su superficie que indican volúmenes determinados. Las pipetas y las buretas se utilizan para transferir volúmenes de líquido cuya medida requiere cierta exactitud. Los matraces aforados se emplean para preparar volúmenes determinados de soluciones de concentración conocida con una cierta exactitud. Las probetas se emplean cuando el volumen a medir no requiere de una gran exactitud. La precisión de las medidas obtenidas con las probetas disminuye a medida que aumenta su capacidad. Para medir el volumen, el nivel del líquido se compara con las marcas de graduación señaladas sobre la pared del instrumento de medida. Dicho nivel se lee en el fondo del menisco que se forma en el líquido. Se obtienen lecturas exactas situando el ojo a la altura del menisco.



Tabla 1. Símbolos de peligrosidad más habituales

Símbolo	Tipo de sustancia
	Explosivas. Sustancias y preparados que pueden explosionar bajo el efecto de una llama.
	Comburente. Sustancias y preparados que, en contacto con otros, particularmente con los inflamables, originan una reacción fuertemente exotérmica.
	Extremadamente inflamables Sustancias y productos químicos cuyo punto de ignición sea inferior a 0°C, y su punto de ebullición inferior o igual a 35°C. Extremely flammable in liquid <ul style="list-style-type: none">• Sustancias y preparados que, a la temperatura ambiente, en el aire y sin aporte de energía, puedan calentarse e incluso inflamarse.• Sustancias y preparados en estado líquido con un punto de ignición igual o superior a 0°C e inferior a 21°C.• Sustancias y preparados sólidos que puedan inflamarse fácilmente por la acción breve de una fuente de ignición y que continúen quemándose o consumiéndose después del alejamiento de la misma.• Sustancias y preparados gaseosos que sean inflamables en el aire a presión normal.• Sustancias y preparados que, en contacto con el agua y el aire húmedo, desprendan gases inflamables en cantidades peligrosas. Inflammables Sustancias y preparados cuyo punto de ignición sea igual o superior a 21°C e inferior a 55°C.
	Muy tóxicas. Sustancias y preparados que por inhalación, ingestión o penetración cutánea puedan entrañar riesgos graves, agudos o crónicos, e incluso la muerte.
	Nocivas. Sustancias y preparados que por inhalación, ingestión o penetración cutánea puedan entrañar riesgos de gravedad limitada. Irritantes. Sustancias y preparados no corrosivos que por contacto inmediato, prolongado o repetido con la piel o mucosas pueden provocar una reacción inflamatoria.
	Corrosivas. Sustancias y preparados que en contacto con los tejidos vivos puedan ejercer sobre ellos una acción destructiva.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	4 de 45

III. Guía para llevar el cuaderno de laboratorio

El uso adecuado del cuaderno del laboratorio es una cualidad adquirida que requiere práctica. El completo cuidado de registro de eventos y observaciones puede ser aplicado en muchos campos. Las claves para un buen cuaderno de laboratorio son:

- ❖ Descripciones buenas y concisas
- ❖ Claro esquema

Las razones para mantener un cuaderno de laboratorio son muchas. Por ejemplo, repeticiones innecesarias de experimentos pueden ser evitadas teniendo un buen registro de notas. En situaciones en la industria, puede ser usado como evidencia para disputas de patentes o para verificación de evaluación de productos.

El cuaderno de laboratorio debe estar bien organizado y completo para que pueda ser una herramienta útil. El contenido debe ser completo, de tal manera que una persona con el mismo nivel del autor pueda leer el cuaderno y reproducir los experimentos.

El Cuaderno:

1. **Debe ser cocido** para evitar la pérdida de hojas.
2. **No se deben remover páginas del cuaderno o dejar páginas en blanco.** La excepción es la primera hoja donde se debe incluir la tabla de contenido cuando el trabajo sea concluido.
3. Todas las páginas deben ser numeradas consecutivamente.
4. La tabla de contenido debe aparecer en la primera hoja del cuaderno.

Adecuado registro de la información:

Técnicas experimentales, datos y observaciones deben ser registradas a medida que el trabajo es desarrollado.- Esto ayuda a evitar pérdida de información importante que puede ser olvidada.

Títulos claros y descriptivos ayudan al experimentador a organizar la información importante. Comúnmente, el cuaderno de laboratorio es escrito en primera persona para dar crédito al autor del trabajo realizado.

Tomar datos de interés de los equipos utilizados, dicha referencia debe incluirse en el cuaderno (equipo, fabricante, modelo, etc...).

Material de escritura:

Usar un lapicero de tinta permanente. **No usar lápiz.**

No se permite el uso de correctores líquidos. Si se comete algún error en el registro de información, se debe colocar una línea sobre la parte errada y colocar al lado de información

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	4 de 45

correcta.

Organización de la información:

La habilidad más importante para mantener el cuaderno de notas es aprender a organizar la información para que sea de acceso fácil y entendible.

El formato para cada experimento puede variar dependiendo de las metas planteadas.

La discusión de resultados es una parte importante del reporte. Debe ser breve y concisa de lo que fue desarrollado o aprendido.

Tablas y gráficas:

Las tablas y gráficas son importantes para organizar y presentar los datos. Cuando haga una tabla, tenga en cuenta los datos que va a registrar y deje un espacio para el cálculo de datos y comentarios. Otros puntos para recordar:

- ❖ Cada tabla o gráfica requiere de un título descriptivo. **Numere las tablas y gráficas consecutivamente.**
- ❖ Escribir las correspondientes unidades de medida en las columnas de las tablas o en los ejes de las gráficas.
- ❖ Anote la localización de cualquier dato adicional usado para el cálculo.

Discusión o evaluación de datos:

Anotar las ideas y pensamientos acerca del experimento y lo que usted percibe de los resultados obtenidos. Puede incluir sugerencias para mejorar la técnica, equipo, cantidades de materiales usado. Rescriba la meta del experimento y lo que fue encontrado. ¿Ayuda esto a apoyar la hipótesis?, ¿Cuáles futuros experimentos podrían ser realizados para apoyar o refutar lo que usted ha hecho?

IV. INFORME DE LABORATORIO:

El informe o reporte del laboratorio, es la puesta por escrito de los resultados de **SU** experimento. **Ningún tipo de plagio es permitido.** Esto puede ser:

- **Copia de datos de otra persona.**
- **Copia de texto de reportes viejos o de reportes de otros estudiantes de su clase.**
- **Copia exacta de texto de un libro, revista etc... sin escribir la respectiva referencia.**

Usted debe presentar sus propios resultados lo mejor que pueda, si usted tiene problemas con la escritura científica, está a tiempo de empezar a trabajar en ello.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	4 de 45

El informe debe incluir una fotocopia de las secciones relevantes de su cuaderno de notas, el cual debe ser firmado por el docente al terminar la práctica, como apéndice. Estas deben ser referenciadas en su reporte, “según los resultados obtenidos se puede concluir.... (*Cuaderno de notas del laboratorio*)”

Los informes deben ser escritos: a mano, con letra legible y con lapicero de tinta negra o en computador como artículo científico (ver secciones). Cuando escriba el reporte de laboratorio debe considerarlo como un ejemplo del tipo de reporte que usted haría en su trabajo. Pregúntese: ¿Está tan bien preparado como para entregárselo al jefe? Tenga en mente las limitaciones de tiempo y de equipo.

Las figuras y tablas tienen que ir enumeradas en orden secuencial con el respectivo título. Las ecuaciones tienen que ser escritas en una línea separada con la respectiva referencia.

SECCIONES DEL INFORME DE LABORATORIO Y CALIFICACIÓN:

En caso de elaborar el informe en computador, deberá realizarse en letra tipo Arial tamaño 12.

TÍTULO: Debe estar centrado, en mayúscula, negrita y **debe coincidir con la práctica realizada, en caso de que no coincida, el informe NO será calificado.**

AUTORES: Integrantes del grupo de laboratorio, deben estar separados por punto y coma, centrados y en negrita. Ejemplo:

MANTILLA SÁNCHEZ, Angie Daniela; RODRÍGUEZ ALMEYDA, Rodrigo Andrés y VILLAMIZAR TORRES, Lilia Juliana.

RESUMEN (0,5): Resumen de 1-5 frases (máximo 120 palabras), que expliquen que se hizo, porque se realizó, que se obtuvo y porque es importante. En una compañía este resumen es sumamente importante y crítico, hasta el punto que es la única parte que muchas personas leen. Es muy importante aprender cómo decir el punto principal en pocas frases. Los resúmenes no contienen referencias.

ABSTRACT: Resumen en inglés.

PALABRAS CLAVE(S) (0,2): 5 a 7 palabras consideradas como “claves” en la práctica realizada.

KEYWORDS: Palabras clave(s) en inglés.

INTRODUCCIÓN (0,5): Marco teórico, describe las bases teóricas del experimento, incluye todas las ecuaciones y demostraciones necesarias para entender el reporte. Generalmente la introducción contiene las referencias de los trabajos realizados previamente, que son importantes para el informe, y **todos tienen que estar citados en la bibliografía**. Lo anterior no significa que usted tenga que ser un tratado de química referente al tema, sea conciso. **La introducción debe escribirse a modo de ensayo y debe incluir MÍNIMO un artículo científico de habla**

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	4 de 45

inglesa.

PARTE EXPERIMENTAL: Tiene que describir todos los materiales, reactivos y equipos con sus respectivas referencias y la forma como los utilizó de una manera tan clara que cualquier otra persona leyendo su informe pueda repetir el procedimiento sin prestarse a confusiones. Este espacio consta de dos partes:

Materiales y reactivos (0,2): Citar montajes, equipos y reactivos con sus respectivas marcas, modelos y concentraciones, nada debe ir en lista y debe evitar escribir vidriería.

Procedimiento (0,3): Relate lo realizado (pasado, tercera persona), ciñéndose al procedimiento seguido en el laboratorio, incluidas las modificaciones que se consideraron necesarias en su momento.

RESULTADOS Y ANÁLISIS (2,0): Tablas de resultados y cálculos, los cuales deben usar las ecuaciones reportadas en la introducción. En esta parte, después de presentados los resultados, **debe realizarse el análisis e interpretación de los mismos** y la simultanea discusión de los problemas que se pudieron presentar con el experimento, las posibles fuentes de error y la propagación del error si es necesario. Esta puede ser cualitativa o cuantitativa dependiendo de la medida. Esta es una parte muy importante del reporte pues es aquí donde se justifica si los resultados obtenidos son validos o no y por lo tanto deben tenerse en cuenta o desecharse. No olvide interpretar los resultados en el contexto del tema que se esa tratando e incluir la validez que usted le da a los mismos con base en la discusión hecha.

CONCLUSIONES (0,5): Como su nombre lo dice hace referencia a los aspectos más relevantes que **usted obtuvo o consiguió con la práctica de laboratorio**. Deben ser muy concisas y describir la importancia de los resultados, evite poner introducción o conjugar en pasado los objetivos.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS (0,3): Enumerar las respectivas referencias de acuerdo a su aparición en el reporte. En el reporte usar corchetes para las referencias, ejemplo: [1,4,8] o superíndices, ejemplo: ^{1,4,8}. Utilizar paréntesis para enumerar las ecuaciones (1).

ANEXOS

Respuesta a las preguntas formuladas en la guía (0,5): Responda las preguntas formuladas en la guía cuando haya lugar.

Además anexe:

Las respectivas copias de su cuaderno de notas del laboratorio (en caso de ser necesario). Otra información que usted considere importante para complementar el reporte.

Importancia relativa de las secciones del reporte: En un trabajo su jefe, típicamente leerá solamente el resumen y algunas veces la sección de conclusiones. Si estas secciones resultan importantes, el jefe leerá la sección de discusión. Usualmente confiaran en que usted trabajó

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	4 de 45

bien la parte experimental y la sección de errores, al menos que ocurra alguna razón para dudar de los resultados. Mirando las cosas desde este punto de vista, las secciones de la parte experimental y los errores son importantes para validar sus resultados.

Calificación:

10% Resumen.
 4% Palabras clave(s).
 10% Introducción.
 10% Parte Experimental.
 50% Resultados y análisis.
 10% Conclusiones
 6% Referencias

Los reportes de laboratorio deben ser entregados una semana después de que se realizó la parte experimental, antes de iniciar la práctica siguiente. **NO SE ACEPTAN REPORTES FUERA DE LA FECHA LÍMITE.**

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

No aplica

5. REACTIVOS

No aplica

6. PROCEDIMIENTO

Discusión de procedimiento que se seguirá para trabajar en el laboratorio y aclaración de dudas a los estudiantes.

7. NIVEL DE RIESGO

Ninguno

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	4 de 45

8. BIBLIOGRAFÍA

- Skoog,D.A; West,D.M et al. 2001. Química analítica, Mc Graw Hill, séptima edición, México.
- S. Bawn, W. Bowen: "Laboratory Exercises in Organic and Biological Chemistry" 2º Edición. Mac Millan Publishers, New York 1981.
- E. Heftmann. "Chromatography". Reinhold Publishing Corporation New York, 1961
- L Savidan. "Cromatografía". EUDEBA, Buenos Aires, 1979.
- E. y M. Lederer. "Cromatografía". El Ateneo, Buenos Aires, 1960.D.
- Abbot y R. Andrews. "Introducción a la Cromatografía". 2ª ed. Alhambra, Buenos Aires, 1970.
- I. Smith y J. Feinberg."Cromatografía sobre papel y capa fina. Electroforesis" Exedra, Buenos Aires,1979.
- A. Pomilio, A. Vitale "Métodos Experimentales de Laboratorio en Química Orgánica." O.E.A. 1988

9. ANEXOS

No aplica

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	14 de 45

1. TITULO

CALIBRACIÓN DE LA BALANZA ANALÍTICA Y COMPARACIÓN CON LA BALANZA DE TRES BRAZOS

2. OBJETIVO

1. Introducir al estudiante en el manejo de las herramientas básicas que utilizan los químicos analíticos en sus medidas, como lo es el uso de las balanzas analíticas.
2. Instruir al estudiante en el manejo y calibración de la balanza analítica electrónica.

3. MARCO TEÓRICO

La balanza analítica es uno de los instrumentos de medida más usados en laboratorio y del cual dependen básicamente todos los resultados analíticos.

Las balanzas analíticas modernas, que pueden ofrecer valores de precisión de lectura de 0,1 µg a 0,1 mg, están bastante desarrolladas de manera que no es necesaria la utilización de cuartos especiales para la medida del peso; aun así, el simple empleo de circuitos electrónicos no elimina las interacciones del sistema con el ambiente. De estos, los efectos físicos son los más importantes porque no pueden ser suprimidos.

Localización de la balanza

La precisión y la confianza de las medidas del peso están directamente relacionadas a la localización de la balanza analítica. Los principales puntos que deben de ser considerados para su correcta posición son:

Características de la sala de medida

- Tener solo una entrada.
- Tener el mínimo número de ventanas posible, para evitar la luz directa del sol y corrientes de aire.
- Ser poco susceptible a choques y vibraciones

Las condiciones de la mesa para la balanza

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	14 de 45

- Quedar firmemente apoyada en el suelo o fija en la pared, de forma que transmita el mínimo de vibraciones posibles.
- Ser rígida, no pudiendo ceder o inclinarse durante las operaciones de medida. Se puede utilizar una de laboratorio bien estable o una de piedra.
- Localizarse en los sitios más rígidos de la construcción, generalmente en los rincones de la sala.
- Ser antimagnética (no contener metales o acero) y protegida de cargas electrostáticas (no contener plásticos o vidrios).

Las condiciones ambientales:

- Mantener la temperatura de la sala constante.
- Mantener la humedad entre 45% y 60% (debe ser monitoreada siempre que sea posible).
- No permitir la incidencia de luz solar directa.
- No hacer las medidas cerca de radiadores de calor.
- Instalar las luminarias lejos de la bancada, para evitar problemas por radiación térmica. El uso de lámparas fluorescentes es menos problemático.
- Evitar la medida cerca de aparatos que utilicen ventiladores (ej: aire acondicionado, ordenadores, etc.) o incluso cerca de la puerta.

Cuidados Operacionales

Cuidados básicos

- Verificar siempre la nivelación de la balanza.
- Dejar siempre la balanza conectada a la toma y prendida para mantener el equilibrio térmico de los circuitos electrónicos.
- Dejar siempre la balanza en el modo "stand by", evitando la necesidad de nuevo tiempo de calentamiento ("warm up").

El frasco de medida

- Usar siempre el menor frasco de medida posible.
- No usar frascos plásticos cuando la humedad esté abajo del 30-40%.
- La temperatura del frasco de medida y su contenido deben estar a la misma temperatura del ambiente de la cámara de medida.
- Nunca tocar los frascos directamente con los dedos al ponerlos o sacarlos de la cámara de medida.

El plato de medida

- Poner el frasco siempre en el centro del plato de medida.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	14 de 45

- Remover el frasco del plato de medida luego que termine la operación de medida del peso.

La lectura

- Verificar si el mostrador indica exactamente cero al empezar la operación. Tare la balanza, si es necesario.
- Leer el resultado de la operación luego que el detector automático de estabilidad desaparezca del mostrador.

Calibración

- Calibrar la balanza regularmente, aún más cuando está siendo operada por primera vez, si fue cambiada de sitio, después de cualquier nivelación y después de grandes variaciones de temperatura o de presión atmosférica.

Mantenimiento

- Mantener siempre la cámara de medida y el plato limpios.
- Usar apenas frascos de medida limpios y secos.

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

Balanza Analítica	Pipeta 5ml
Picnómetro 5ml	Toallas de papel
Vaso precipitado de 50ml	Guantes desechables

5. REACTIVOS

Agua destilada

6. PROCEDIMIENTO

BALANZA ANALITICA

Una balanza analítica se emplea para la medición de masas en el rango de los 0.0001 g. Úsela en los casos en que se requiera de una alta exactitud y precisión.

1. Usando una Balanza Analítica

Encienda la balanza presionando la barra de control. El rectángulo de visualización se

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	32 de 45

mantiene encendido varios segundos, y luego se establece a 0,0000 g.

Coloque papel de filtro para pesar pequeñas masas en el platillo de la balanza.

Cierre las puertas de cristal deslizándolas suavemente. Espere el punto verde a la izquierda para salir. Ésta es la luz del indicador de estabilidad e indica que el peso es estable.

Presione la barra del control para dejar fuera el peso del envase o del papel. El rectángulo de visualización mostrará otra vez 0,0000 g.

Agregue **CUIDADOSAMENTE** la sustancia que se pesará hasta la masa deseada. No procure alcanzar una masa determinada exactamente.

Antes de registrar la masa cierre las puertas de cristal y espere hasta que la luz del detector de la estabilidad aparezca.

No tome recipientes del platillo con sus manos desnudas pues sus huellas digitales agregan masa. Use pinzas para prevenir ésto.

No se apoye en el banco mientras pesa.

Anote la masa de su recipiente, si lo requerirá para más adelante.

Verifique si el indicador de estabilidad parpadea antes de pesar. Los dos pies de equilibrio traseros sirven como tornillos de estabilidad.

2. Limpieza

Use el cepillo para limpiar los derramamientos en la cámara de pesar.

3. Pesada directa

- ✓ Realice medidas del peso de seis monedas (misma denominación). Tabule en forma adecuada los datos, observe y realice el análisis correspondiente.
- ✓ Realice el mismo procedimiento utilizando una balanza de tres brazos.

4. Pesada indirecta

- ✓ Realice la medida del peso de seis monedas (misma denominación), de la

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	32 de 45

siguiente forma: coloque las seis monedas en el platillo de la balanza y tome nota del peso total, en seguida, quite una moneda y tome nota del nuevo peso, repita el procedimiento quitando una moneda cada vez. Por diferencia calcule el peso de las monedas individuales. Tabule en forma adecuada los datos, observe y realice el análisis correspondiente.

- ✓ Realice el mismo procedimiento utilizando una balanza de tres brazos.

Como precisión se reportará la desviación estándar de las medidas y siempre debe utilizar ese valor para los cálculos en las prácticas posteriores.

Apreciación y precisión de la balanza:

Apreciación y precisión son términos diferentes. La apreciación tiene que ver con la cantidad mínima que puede estimar un instrumento, mientras que la precisión con la reproducibilidad de la misma. En algunos casos la apreciación y la precisión pueden ser iguales, en todo caso la precisión nunca puede ser menor que la apreciación de un instrumento.

La apreciación de la balanza analítica de 0.0001g, posee una precisión ligeramente mayor (mientras mayor es el valor absoluto de la precisión, es más imprecisa).

Para saber la precisión de una determinada balanza, se debe pesar un mismo objeto repetidas veces y calcular la desviación estándar de la misma.

Por ejemplo, para saber la precisión de la balanza cuando se está pesando 0.1 g, se debería tomar un objeto de aproximadamente ese peso (no higroscópico), y pesarlo al menos diez veces. Se calcula la desviación estándar y se reporta como este valor de precisión.

Una balanza en buenas condiciones, presenta un valor de la desviación estándar de aproximadamente de 0.0001 a 0.0002 g, en todo caso va a depender mucho del estado de la balanza y debe ser determinado para cada caso.

Por otra parte la precisión de la balanza puede variar con el peso, de allí la importancia de medir la precisión a diferentes pesos.

5. Precisión y exactitud

- ✓ Tome dos (2) monedas de 100 pesos colombianos (nueva y antigua familia de monedas) y dos (2) monedas de 200 pesos colombianos (nueva y antigua familia de monedas).

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	32 de 45

- ✓ Pese diez (10) veces en la balanza analítica cada una de las 4 monedas.
- ✓ Realice el mismo procedimiento utilizando una balanza de tres brazos.

TABLA DE DATOS.

Diseñe una tabla adecuada para la toma de los datos del laboratorio, la cual debe estar en el cuaderno de laboratorio antes de iniciar la práctica.

7. NIVEL DE RIESGO

No aplica

8. BIBLIOGRAFÍA

- Arenas, J. G. Química analítica cuantitativa. Bucaramanga: ediciones UIS.
- Chang, Raymond y College, Williams. Química. (7^a ed.). Bogata: McGraw-Hill, 2002. 1001p.
- Holler, F.J.; Skoog, D.A. y West, D.M. Química Analítica. (6^a ed.), McGraw-Hill, 1995
- Ellis, D.W.; L.F. Hamilton y S.G. Simpson. Cálculos de Química Analítica. (6^a ed.), McGraw-Hill, 1989.

9. ANEXOS

Incluir en el reporte:

- 1) ¿Qué es y para qué sirve una balanza analítica?
- 2) ¿Cuáles son los errores más comunes (por lo menos describe 4) en los que puede incurrir el operador al pesar?
- 3) ¿Qué requisitos se deben tener al entrar a trabajar en el cubículo de las balanzas analíticas?
- 4) Busque un artículo científico de habla inglesa (diferente al referenciado en la introducción) relacionado con el tema de esta práctica y hable sobre lo que se llevó a cabo en el mismo.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	20 de 45

1. TITULO

CALIBRACIÓN DEL MATERIAL VOLUMÉTRICO

2. OBJETIVO

- Calibrar el material volumétrico.
- Mejorar la técnica para la manipulación del material volumétrico.

3. MARCO TEÓRICO

El análisis cuantitativo clásico se lleva a cabo partiendo de dos mediciones básicas: la masa y el volumen. De allí que análisis exactos exijan siempre dispositivos de medición altamente confiables.

Tanto los equipos de pesada como el material volumétrico se ofrece en diferentes calidades, por otra parte estos equipos son degradados por el uso y la incorrecta manipulación; por lo tanto, es indispensable conocer la condición del mismo, lo que quiere que tanto balanzas como pipetas aforadas, buretas, matraces (balones) entre otros, deban ser periódicamente chequeados.

Una característica importante de los buenos analistas es su habilidad para obtener los mejores resultados posibles con sus instrumentos. Con este propósito, es recomendable que el estudiante calibre su propio material volumétrico (buretas, pipetas, matraces, etc.) a fin de medir exactamente los volúmenes vertidos o contenidos.

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

Balanza Analítica

Termómetro

Bureta de 50ml

Probeta 50ml

Balón aforado de 50ml

Balón aforado 100ml

Pipeta graduada de 10ml

Pipeta graduada de 5ml

Erlenmeyer de 125ml

Pipeteador

Toallas de papel

Guantes desechables

5. REACTIVOS

Agua destilada

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	2 de 5

6. PROCEDIMIENTO

Tenga en cuenta la siguiente información:

- Calibración de la bureta:

1. Se llena la bureta con agua destilada y se expulsa cualquier burbuja de aire retenida en la punta. Obsérvese que la bureta se vacíe sin dejar gotas adheridas a la pared. Si este es el caso, se limpia la bureta con agua y jabón o se le deja sumergida con una solución limpiadora a base de ácido sulfúrico - peroxidisulfato. Se ajusta el nivel del menisco en 0.00mL o un poco abajo, y se toca la pared interna de un vaso de precipitados con la punta de la bureta para eliminar la gota de agua suspendida. Se deja la bureta en reposo durante 5 min mientras se pesa un erlenmeyer de 125mL provisto de un tapón. (no debe tocarse el erlenmeyer con los dedos, a fin de no modificar su masa con residuos de las huellas dactilares.) si el nivel del líquido en la bureta ha cambiado, se aprieta y se repite el procedimiento.
2. Se vierten aproximadamente 10mL de agua (a un gasto menor de 20mL/min) en el matraz previamente pesado y se tapa este para evitar la evaporación. Se deja durante 30s que la película de líquido adherida a la pared escurra antes de efectuar la lectura de la bureta. Todas las lecturas se estiman hasta el centésimo de mL más cercano. Se pesa de nuevo el matraz y se determina la masa de agua transferida.
3. Ahora se extraen de la bureta 10 a 20mL, y se mide la masa de agua desalojada. Se repite el procedimiento para 30, 40 y 50mL. Después de terminar, se repite el procedimiento completo (10, 20, 30, 40 y 50mL). No olvidar tomar la temperatura del agua.
4. Utilizar las tablas de densidad del agua a diferentes temperaturas para convertir la masa de agua en volumen vertido. Se repite cualquier juego de valores de correcciones de bureta cuya concordancia no sea menor que 0.04mL. Se hace una gráfica de calibración, donde se indique el factor de corrección para cada intervalo de 10mL.

- Otras calibraciones

Las pipetas pueden calibrarse pesando el agua que vierten.

Un balón aforado puede calibrarse pesándolo primero vacío y luego pesándolo de nuevo lleno hasta la marca con agua destilada. Cada procedimiento debe realizarse por lo menos 2 veces. Compare sus resultados con las tolerancias.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	3 de 5

1. CALIBRACIÓN DE LA BURETA

Calibre la bureta de 50mL utilizando el procedimiento expuesto anteriormente.

2. DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD

Mida la temperatura del agua utilizada en la práctica y con ayuda del picnómetro determine la densidad de la misma.

3. COMPARACIÓN INSTRUMENTOS DE MEDIDA

Tome un balón aforado (10mL), una pipeta graduada (10mL), una pipeta volumétrica (10mL), una bureta (25mL), una bureta (50mL) y una probeta (25mL)

Tome 10mL en cada uno de los instrumentos y determine la masa de dicha cantidad haciendo uso de la balanza analítica calibrada en la práctica anterior.

Repita el procedimiento anterior tomando 25mL.

7. NIVEL DE RIESGO

No Aplica

8. BIBLIOGRAFÍA

- ❖ Principios de Análisis Instrumental, (5^a ed). D. Skoog, F.J. Holler, T.A. Nieman, McGraw-Hill/Interamericana de España, 2000.
- ❖ Análisis Instrumental, K.A. Rubinson, J.F. Rubinson. Prentice Hall, Pearson Education S.A. 2001.
- ❖ Handbook of Instrumental Techniques for Analytical Chemistry, F.A. Settle. Prentice Hall PTR, Upper Saddle River, NJ 07458.
- ❖ Instrumental Analysis, G.D. Christian, J.E. Orelly. Allyn and Bacon Inc. 1986.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	4 de 5

9. ANEXOS

Las normas ISO y ASTM especifican una temperatura de 20°C para la estandarización en la calibración del material volumétrico. Puesto que, por lo general la temperatura del laboratorio no es 20 C, el material de vidrio debe ser corregido cuando se utiliza a otras temperaturas (debido a errores ocasionados por la expansión del recipiente y de la disolución que está adentro). Por lo tanto la calibración a nivel de nuestros laboratorios debe ser entendida como una comparación entre el volumen actual dispensado con el volumen nominal ajustado. Para ello el material de vidrio volumétrico se calibra midiendo el peso de un líquido de densidad conocida (usualmente agua) a una temperatura determinada. Se debe hacer la corrección por el empuje del aire, dado que la densidad del agua es muy diferente a la de las pesas. La expresión usada es:

$$V = (W_2 - W_1) \left(\frac{1}{\delta_W - \delta_L} \right) \left(1 - \frac{\delta_L}{\delta_G} \right)$$

Esta expresión puede ser simplificada sustituyendo las diferentes variables por sus valores típicos: La densidad del aire es en promedio 0.0012 g/mL y varia muy poco con la presión atmosférica, la densidad de las pesas es de 8.0 g/mL (la diferencia entre acero y latón es suficientemente pequeña y puede ser despreciada). La expresión final utilizada es:

$$V = (W_2 - W_1) Z$$

Donde Z es el inverso de la densidad del agua corregido por el efecto aerostático del aire (volumen de 1 gramo de agua en mL).

En la siguiente tabla se presentan los valores de Z en función de la temperatura y su valor corregido a 20 °C.



Temperatura (°C)	Densidad del agua (g/mL)	Z (mL/g)	Z (mL/g)* 20 °C
18	0.9985866	1.0025	1.0025
19	0.9984082	1.0027	1.0027
20	0.9982071	1.0029	1.0029
21	0.9979955	1.0031	1.0031
22	0.9977735	1.0033	1.0033
23	0.9975415	1.0035	1.0035
24	0.9972995	1.0038	1.0038
25	0.9970479	1.0040	1.0040
26	0.9967867	1.0043	1.0042

Tabla 1.- Factor z en función de la temperatura. Donde Z es el inverso de la densidad del agua, corregido para considerar el empuje aerostático, empleando una densidad del aire de 0.0012 g/mL y una densidad de las pesas de 8.000 g/mL. Corregido para una considerar la dilatación del vidrio borosilicato (0.001% por grado Celsius).

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	25 de 45

1. TITULO

EQUILIBRIO QUÍMICO Y PRINCIPIO DE LE CHATELIER

2. OBJETIVO

1. Relacionar al estudiante con la constante de equilibrio y su significado.
2. Reforzar el concepto de equilibrio químico como fenómeno dinámico.
3. Estudiar una reacción en el equilibrio.
4. Enseñar al estudiante el principio de Le Chatelier y su aplicación.
5. Enseñar al estudiante a diferenciar entre una reacción reversible y una irreversible.

3. MARCO TEÓRICO

EQUILIBRIO QUÍMICO

Los procesos químicos evolucionan desde los reactivos hasta la formación de productos a una velocidad que cada vez es menor (a medida que transcurren, hay menos cantidad de reactivo), por otro lado, según van a pareciendo moléculas de los productos, éstas pueden reaccionar entre si y dar lugar a nuevas cantidades de reactivos y lo hacen a una velocidad cada vez mayor (cada vez hay más productos). El proceso citado continúa hasta que la velocidad de formación de los productos es igual a la velocidad de descomposición de estos para formar nuevamente los reactivos; es decir, se llega a la formación de un estado dinámico en el que las concentraciones de todas las especies reaccionantes (reactivos y productos) permanecen constantes, estado conocido como equilibrio químico.

El equilibrio químico es el estado al que evoluciona de forma espontánea un sistema químico, en el que tiene lugar una reacción química reversible, en este estado no se observan cambios a medida que transcurre el tiempo, a pesar de que siguen reaccionando entre si las sustancias presentes.

En la mayoría de las reacciones químicas, los reactivos no se consumen totalmente para obtener los productos deseados, sino que, por el contrario llega un momento en el que parece que la reacción ha concluido, esto se puede comprobar analizando los productos formados y los reactivos consumidos, pues la concentración de todos permanece constante en este punto. Esto NO significa que la reacción ha parado, pues evidentemente una reacción en equilibrio, es un proceso dinámico en el que continuamente los reactivos se están convirtiendo en productos y los productos se convierten en reactivos; cuando lo hacen a la misma velocidad nos da la sensación de

que la reacción se ha paralizado.

En conclusión, el equilibrio químico se establece cuando existen dos reacciones opuestas que tienen lugar simultáneamente a la misma velocidad (Ver figuras 1 y 2).

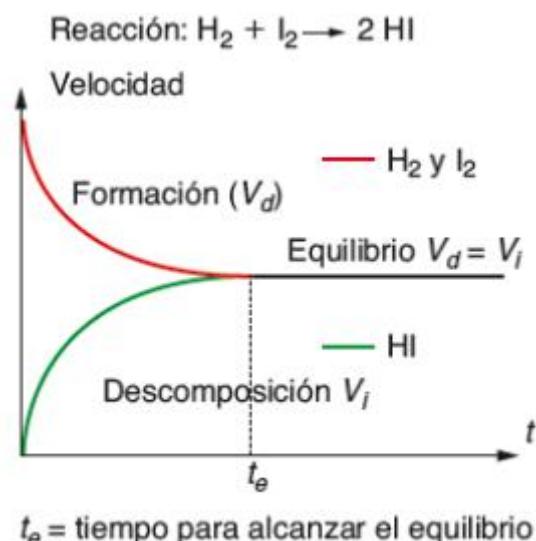


Figura 1. Velocidades de formación y descomposición del HI.

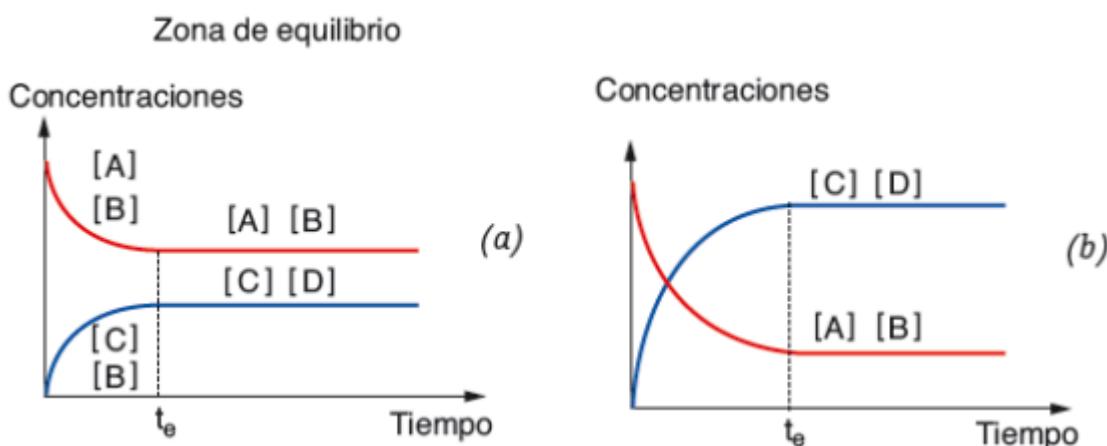
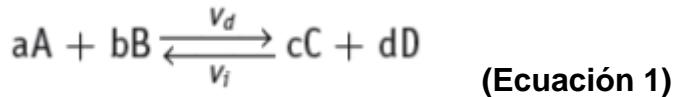


Figura 2. Representación de un sistema en equilibrio cuando predominan los reactivos (a) o los productos (b).

Así pues, si tenemos una reacción:

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	25 de 45



Dónde:

V_d = Velocidad de formación de los productos (Velocidad Directa).

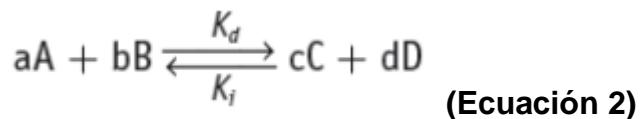
V_i = Velocidad de descomposición de los productos (Velocidad inversa).

Es importante tener en cuenta que en el equilibrio las velocidades son iguales (ver figura 1) pero las concentraciones, pueden ser y normalmente son distintas.

CONSTANTE DE EQUILIBRIO

Guldberg y Waage en 1894, encontraron de forma absolutamente experimental, la ley que relacionaba las concentraciones de reactivos y productos en el equilibrio, esta se denominó constante de equilibrio.

Así pues, si se tiene un equilibrio de la forma:



Las velocidades de reacción, tanto directa (hacia la derecha) como inversa (hacia la izquierda) se dan a conocer en las ecuaciones 3 y 4.

$$v_d = K_d [A]^a [B]^b \quad (\text{Ecuación 3})$$

$$v_i = K_i [C]^c [D]^d \quad (\text{Ecuación 4})$$

K_d y K_i son las constantes de velocidad específica para ambas reacciones (Ecuación 5). Como, por definición, ambas velocidades son iguales en el equilibrio $V_d = V_i$ (Ver figura 1), se cumple que:

$$K_d [A]^a [B]^b = K_i [C]^c [D]^d \quad (\text{Ecuación 5})$$

Pasando ambas constantes al mismo lado y las concentraciones al otro:

$$\frac{K_d}{K_i} = \frac{[C]^c [D]^d}{[A]^a [B]^b} \quad (\text{Ecuación 6})$$

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	25 de 45

Como a la temperatura a la que se ha realizado el proceso K_d y K_i son constantes, se puede escribir que:

$$\frac{K_d}{K_i} = K_c$$

(Ecuación 7)

Y por tanto:

$$K_c = \frac{[C]^c [D]^d}{[A]^a [B]^b}$$

(Ecuación 8)

Las especies que intervienen en el cálculo de K_c son aquellas que pueden variar su concentración, por tanto, son sustancias gaseosas o que están en disolución, tanto para equilibrios homogéneos como para heterogéneos.

K_c es la constante de equilibrio y se considera adimensional, es decir, **NO tiene unidades**. La magnitud de K_c nos informa sobre la proporción entre reactivos y productos en el equilibrio químico, así:

- Cuando K_c es mayor que 1, en el equilibrio resultante la mayoría de los reactivos se han convertido en productos.
- Cuando K_c tiende a ∞ , en el equilibrio prácticamente solo existen productos.
- Cuando K_c es menor que 1, indica que, cuando se establece el equilibrio, la mayoría de los reactivos queda sin reaccionar, formándose solo pequeñas cantidades de productos.

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

- | | |
|----------------------------|------------------------------|
| 1 Gradilla | 2 Balones aforados de 50mL |
| 7 Tubos de ensayo | 2 Balones aforados de 100mL |
| 1 Pinza de madera | 2 Espátulas |
| 1 churrusco | 3 Vasos de precipitado 100mL |
| 1 Agitador | 1 vaso de precipitado 250mL |
| 2 Balones aforados de 25mL | 1 Vidrio de reloj |
| 2 Pipetas 10mL y 5 mL | 1 Frasco lavador. |
| 1 Pipeteador | |

5. REACTIVOS

Agua Destilada
Cloruro de Amonio (NH_4Cl)

Solución saturada de cloruro de Amonio
(NH_4Cl)

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	5 de 7

Solución saturada de cloruro de Sodio (NaCl)
 Hidróxido de Amonio 15M (NH₄OH)
 Cloruro de Cobalto (II) 0,1M (CoCl₂)
 Cloruro de hierro (III) 0,1M (FeCl₃)
 Ácido Clorhídrico 12 M (HCl)
 Ácido Nítrico 6M (HNO₃)
 Cromato de potasio 0,1M (K₂CrO₄)
 Tiocianato de potasio 0,1M (KSCN)
 Hidróxido de sodio 10% (NaOH)

Ácido Sulfúrico 3M (H₂SO₄)
 Fenoftaleína
 *Hielo
 *Guantes de Nitrilo.
 * Kit de laboratorio (Paño o toalla, encendedor o caja de fósforos, marcador o cinta de enmascarar, teflón, gotero, guantes de nitrilo).

*** Suministrado por los estudiantes.**

RECUERDE:

“No se permitirá el ingreso de estudiantes que lleguen a laboratorio sin guantes de nitrilo, ni se permitirá que los grupos de laboratorio que no cuentan con el material solicitado presenten la práctica, por tanto asegúrense de llevar el material solicitado”

6. PROCEDIMIENTO

EQUILIBRIO QUÍMICO

Prueba A. Con cloruros de sodio y Amonio

1. Tome dos tubos de ensayo y rotúlelos con los números 1 y 2
2. En el tubo #1 adicione 2 o 3mL de solución saturada de cloruro de sodio.
3. En el tubo #2 adicione 2 o 3mL de solución saturada de cloruro de amonio.
4. Adicione a cada uno de los dos tubos 5 gotas de ácido clorhídrico concentrado.
5. Observe y tome nota de los resultados.

Prueba B. Tiocianato de potasio más cloruro de Hierro (III)

1. Tome 3 tubos de ensayo y rotúlelos como 1, 2 y 3
2. En cada uno de los tubos adicione 5mL de solución Patrón 1.
3. Use el tubo 1 como estándar de comparación.
4. En el tubo # 2 adicione 1mL de solución 0,1M de cloruro de hierro (III)
5. Observe el cambio de color y tome nota de lo ocurrido.
6. En el tubo # 3 adicione 1mL de solución 0,1M de tiocianato de potasio.
7. Observe el cambio de color y tome nota de lo ocurrido.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	6 de 7

Prueba C. Cromato de potasio con ácido Nítrico y ácido sulfúrico.

1. Tome dos tubos de ensayo y rotúlelos como 1 y 2.
2. Coloque 3mL de solución 0,1M de cromato de potasio en cada uno de los tubos.
3. Adicione en el primer tubo de ensayo 2 (dos) gotas de ácido nítrico diluido (6M).
4. Adicione en el segundo tubo 2 (dos) gotas de ácido sulfúrico diluido (6M).
5. Observe los resultados obtenidos y tome nota de ellos.
6. Adicione a cada tubo hidróxido de sodio 10% gota a gota hasta que la solución vuelva a tomar el color original del cromato de potasio.

Prueba D. Solución de cloruro de cobalto (II).

1. Tome tres tubos de ensayo y rotúlelos como 1, 2 y 3.
2. Coloque 2mL de solución 0,1M de cloruro de cobalto (II) en cada uno de los tubos.
3. Al tubo #1, agréguele gota a gota 3mL de ácido clorhídrico concentrado.
4. Observe y tome nota de los resultados.
5. Luego agréguele agua (gota a gota) hasta que el color original sea evidente.
6. Agregue al segundo tubo de ensayo aproximadamente 1 gramo de cloruro de amonio sólido.
7. Agite hasta formar una solución saturada de la sal.
8. Observe lo ocurrido y compare el color de esta solución con el tubo de ensayo número 3 (patrón).
9. Coloque los tubos #2 y #3 dentro de un vaso de precipitado con agua a temperatura de ebullición.
10. Agite ocasionalmente observando los resultados obtenidos y tome nota de ellos.
11. Deje enfriar y coloque en un baño de hielo (los dos tubos) hasta que su color original sea evidente.

Prueba E. Solución de Amoníaco.

1. Tome dos tubos de ensayo y rotúlelos como 1 y 2.
2. Adicione en los dos tubos de ensayo 5mL de solución patrón 2.
3. Disuelva una pequeña cantidad de cloruro de amonio sólido en el tubo #1.
4. Observe los resultados y tome nota de ellos.
5. Adicione 3 a 5 gotas de ácido clorhídrico diluido (6M) al segundo tubo.
6. Agite y observe los resultados tomando nota de ello.
7. Agregue al segundo tubo de ensayo aproximadamente 1 gramo de cloruro de amonio sólido.
8. Agite hasta formar una solución saturada de la sal.
9. Observe lo ocurrido y compare el color de esta solución con el tubo de ensayo número 3 (patrón).

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	7 de 7

10. Coloque los tubos #2 y #3 dentro de un vaso de precipitado con agua a temperatura de ebullición.
11. Agite ocasionalmente observando los resultados obtenidos y tome nota de ellos.
12. Deje enfriar y coloque en un baño de hielo (los dos tubos) hasta que su color original sea evidente.

Realice las discusiones de resultados de cada experiencia, teniendo en cuenta las reacciones en consideración, el concepto de equilibrio, las reacciones reversibles e irreversibles y el desplazamiento del equilibrio.

7. NIVEL DE RIESGO

Medio.

No olvidar que la eficiencia y buenos resultados en la práctica de laboratorio, además de la seguridad del personal que ejecuta la práctica dependen del cumplimiento de ciertas normas, que aunque en su mayoría se derivan del sentido común, es necesario hacer nota para tenerlas presentes.

- Manipular los reactivos con guantes (preferiblemente de nitrilo).
- Uso de bata manga larga completamente cerrada, además de zapato cerrado y cabello recogido.
- Dejar el sitio de trabajo completamente limpio y ordenado, arrojando los desechos en los sitios designados para ello.

8. BIBLIOGRAFÍA

- Arenas, J. G. Química analítica cuantitativa. Bucaramanga: ediciones UIS.
- Chang, Raymond y College, Williams. Química. (7^a ed.). Bogata: McGraw-Hill, 2002. 1001p.
- Holler, F.J.; Skoog, D.A. y West, D.M. Química Analítica. (6^a ed.), McGraw-Hill, 1995
- Ellis, D.W.; L.F. Hamilton y S.G. Simpson. Cálculos de Química Analítica. (6^a ed.), McGraw-Hill, 1989.

9. ANEXOS

1. Defina: Equilibrio químico, principio de Le Chatelier, reacción directa e inversa, reversibilidad.
2. En la reacción del NaCl y el HCl, explique detalladamente si se cumple lo siguiente: Si se añade hidróxido de sodio sólido para neutralizar el HCl, ¿podría invertirse la reacción y redisolverse el cloruro de sodio precipitado?

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	32 de 45

1. TITULO

PREPARACIÓN DE PATRONES ACIDO-BASE

2. OBJETIVO

1. Preparar una solución 0.1 M de NaOH.
2. Determinar la Molaridad (M) de la solución de NaOH preparada.

3. MARCO TEÓRICO

Usualmente la concentración de una solución se expresa en términos de la cantidad de soluto (mol) por litro de solución, esto se conoce como Molaridad (M).

$$\text{Concentración} = M = \text{mol de soluto} / \text{litros de solución}$$

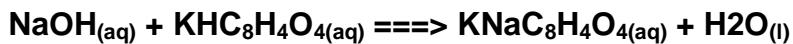
Esta relación puede ser usada para determinar el número de moles directamente:

$$\text{mol} = M \times V = (\text{mol/litro}) \times \text{litro}$$

Recuerde que mol es igual a:

$$\text{mol} = \text{gramos soluto} / \text{peso molecular del soluto}$$

La reacción entre un ácido y una base produce una sal y agua. En este experimento usted investigará la reacción entre el ftalato ácido de potasio ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) y la base hidróxido de sodio (NaOH).



De acuerdo con la estequiometría, si se conoce la siguiente información:

- La ecuación balanceada de la reacción que está ocurriendo.
- La cantidad exacta de uno de los reactivos.

Siempre se podrá determinar la cantidad exacta de cualquier otra sustancia involucrada en la reacción. Esta es la esencia de la técnica llamada análisis químico cuantitativo. En este experimento, usted determinará la concentración de una solución de hidróxido de sodio por medio de la adición de este a una cantidad conocida de ftalato ácido de potasio. El proceso usado para llevar a cabo esta adición es conocido como **titulación**.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	32 de 45

En la titulación uno de los reactivos es adicionado lentamente desde una bureta a una cantidad conocida del otro reactivo. El punto en el cual suficiente cantidad de reactivo ha sido adicionado para completar la reacción es llamado **punto de equivalencia**. Este punto es determinado visualmente por la adición de un indicador (fenolftaleína) que cambia de color en este punto de equivalencia o muy cerca de él. El punto en el cual el indicador cambia de color es conocido como **punto final**.

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

Balanza Analítica

Espátula

3 erlenmeyers de 250ml

Bureta de 50ml

Balón aforado de 250ml

Toallas de papel

Guantes desechables

5. REACTIVOS

Agua destilada

Hidróxido de sodio

Fenolftaleína

Ftalato acido de potasio

*Guantes de Nitrilo

*Kit de laboratorio (Paño o toalla, encendedor o caja de fósforos, marcador o cinta de enmascarar, teflón, gotero, guantes de nitrilo).

*Frasco de vidrio ámbar (200mL).

* **Suministrado por los estudiantes.**

RECUERDE:

No se permitirá el ingreso de estudiantes que lleguen a laboratorio sin guantes de nitrilo, ni se permitirá que los grupos de laboratorio que no cuentan con el material solicitado presenten la práctica, por tanto asegúrense de llevar el material solicitado.

6. PROCEDIMIENTO

- Preparación de la solución de NaOH:

1. Realizar los cálculos necesarios para preparar 250mL de la solución de NaOH con la concentración dada por el docente.
2. Pesar en un vaso precipitado pequeño, usando una balanza analítica, la cantidad de NaOH calculada y adicionarla al balón aforado de 250 mL.
3. Adicionar lentamente agua destilada. ¡Cuidado! Esta reacción es exotérmica y libera calor. Esperar unos minutos y terminar de aforar.
4. Dejar la solución en reposo hasta que enfrié.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	3 de 4

5. No olvidar marcar el recipiente con el respectivo nombre, fecha y grupo que la preparó.

- Determinación de la Molaridad de la solución de NaOH:

1. Pesar en un erlenmeyer de 125mL, usando una balanza analítica, ~0,5g de KHC8H4O4.
2. Adicionar 20mL de agua destilada y dos o tres gotas de fenolftaleína. Agitar cuidadosamente hasta que el sólido se disuelva por completo. En caso negativo, se puede calentar ligeramente.
3. Colocar la solución de NaOH preparada con anterioridad en una bureta. Tenga mucho cuidado pues el hidróxido de sodio es corrosivo. Si cae algo en sus manos o piel lave inmediatamente con abundante agua.
4. Remueva cualquier burbuja de aire que quede en la bureta. Registre el volumen inicial de la bureta. Usar dos cifras decimales.
5. Iniciar la titulación adicionando lentamente la solución de NaOH a la solución de ácido preparada. Una vez se observe el cambio de color de incoloro a rosado pálido suspenda la adición del NaOH. Registrar este volumen.
6. Repita los pasos 1 al 5 nuevamente.
7. Calcular la Molaridad promedio del NaOH.
8. Calcular el porcentaje de diferencia entre los dos ensayos realizados.

$$\% \text{ diferencia} = \{ [M_{\text{Ensayo 1}} - M_{\text{promedio}}] / M_{\text{promedio}} \} \times 100$$

Este valor debe ser menor del 1%

9. Cuando termine con la titulación lavar todo el material de vidrio usado y limpiar el área de trabajo.
10. Marcar y guardar la solución de NaOH preparada y estandarizada para ser usada en el siguiente experimento.

7. NIVEL DE RIESGO

Medio.

No olvidar que la eficiencia y buenos resultados en la práctica de laboratorio, además de la seguridad del personal que ejecuta la práctica dependen del cumplimiento de ciertas normas, que aunque en su mayoría se derivan del sentido común, es necesario hacer nota para tenerlas presentes.

- Manipular los reactivos con guantes (preferiblemente de nitrilo).
- Uso de bata manga larga completamente cerrada, además de zapato cerrado y cabello recogido.
- Dejar el sitio de trabajo completamente limpio y ordenado, arrojando los desechos en los sitios designados para ello.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	4 de 4

8. BIBLIOGRAFÍA

- Arenas, J. G. Química analítica cuantitativa. Bucaramanga: ediciones UIS.
- Chang, Raymond y College, Williams. Química. (7^a ed.). Bogata: McGraw-Hill, 2002. 1001p.
- Holler, F.J.; Skoog, D.A. y West, D.M. Química Analítica. (6^a ed.), McGraw-Hill, 1995
- Ellis, D.W.; L.F. Hamilton y S.G. Simpson. Cálculos de Química Analítica. (6^a ed.), McGraw-Hill, 1989.

9. ANEXOS

Incluir en el reporte:

1. En un experimento parecido al que usted acaba de realizar, se necesitaron 26.42mL de hidróxido de calcio para neutralizar 0.914gr de ftalato ácido de potasio. Cuál es la Molaridad del hidróxido de calcio?



2. ¿Por qué el ftalato ácido de potasio suele utilizarse para la valoración de bases?
3. Haga el cálculo para la preparación de las siguientes soluciones:
 - 50mL 0,3M de sulfato de sodio.
 - 250mL 0,18M de HCl (a partir de HCl 37%, densidad 1,19g/mL).
 - 25mL 0,27M de sulfato de sodio pentahidratado.
 - 100mL 0,36M de ácido sulfúrico (a partir de H_2SO_4 98%, densidad 1,84g/mL).
 - 1L 1,05M de NaOH

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	1 de 45

1. TITULO

MÉTODO ANALÍTICO PARA LA DETERMINACIÓN DE HUMEDAD

2. OBJETIVO

1. Establecer los pasos a seguir para efectuar la determinación de humedad (perdida por secado) en una muestra dada. Para este laboratorio se usaran diferentes tipos de harinas (trigo, arroz, maíz, cebada, avena).
2. Comparar el resultado obtenido con otros tipos de harinas encontradas en el mercado.

3. MARCO TEÓRICO

Para muchos materiales el contenido de agua es una de las propiedades índice más significativa. El contenido gravimétrico de agua de un material es definido como la relación de la masa del agua de los poros, o agua libre, en una masa dada de material respecto a la masa de sólidos que lo constituyen.

Método: Una muestra se seca en un horno hasta que alcance una masa constante; la pérdida de masa debido al secado se considera que está constituida por agua. El contenido de agua se calcula como la relación a partir de la masa de agua y de la masa de la muestra seca. El porcentaje de sólidos totales es la diferencia entre el 100% y el porcentaje de humedad. Este método aplica para todo el producto en proceso y para el producto terminado.

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

Balanza Analítica	Estufa 150 °C
Espátula	Desecador
Capsulas de porcelana	Toallas de papel
Pinza para capsula	Guantes desechables

5. REACTIVOS

*Harina (suministrada por el estudiante)	diferente de harina.
Nota: Cada grupo llevara una marca	* Suministrado por los estudiantes.
RECUERDE: No se permitirá el ingreso de estudiantes que lleguen al laboratorio sin el material solicitado, por tanto asegúrense de llevar el material contemplado en la guía.	

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	2 de 3

6. PROCEDIMIENTO

A. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA:

Se toma una muestra de 100g aproximadamente de producto en proceso y/o producto terminado y se homogeniza dentro de una bolsa, posteriormente se tomará la cantidad necesaria para realizar el análisis.

B. DETERMINACIÓN DEL PORCENTAJE DE HUMEDAD:

1. En una cápsula de porcelana previamente tarada, pesar de 3 a 4 g de muestra a evaluar en la balanza analítica.
2. Colocar la capsula de porcelana con la muestra, en la estufa a 105°C durante dos horas (manejar la capsula de porcelana con las pinzas).
3. Sacar de la estufa la capsula de porcelana con ayuda de las pinzas, pasándola de inmediato al desecador, manteniéndola durante media hora y proceder a pesar en la balanza analítica.
4. Colocar la muestra durante media hora en la estufa, hasta obtener peso constante y enfríe en el desecador por 10 minutos y pese.
5. Continuar este procedimiento hasta obtener 0.005g. de diferencia.
6. Calcular el porcentaje de humedad.
7. Determinar porcentaje de sólidos totales.

7. NIVEL DE RIESGO

No manipular la mufla con guantes.

8. BIBLIOGRAFÍA

- Arenas, J. G. Química analítica cuantitativa. Bucaramanga: ediciones UIS.
- Chang, Raymond y College, Williams. Química. (7^a ed.). Bogata: McGraw-Hill, 2002. 1001p.
- Holler, F.J.; Skoog, D.A. y West, D.M. Química Analítica. (6^a ed.), McGraw-Hill, 1995
- Ellis, D.W.; L.F. Hamilton y S.G. Simpson. Cálculos de Química Analítica. (6^a ed.), McGraw-Hill, 1989.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	3 de 3

9. ANEXOS

- ¿Qué tipos de métodos gravimétricos existen?
- ¿A cuál pertenece la presente práctica? ¿Por qué?
- Comparar el contenido de humedad con diferentes tipos de harinas analizadas en la clase.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	1 de 45

1. TITULO

MÉTODO ANALÍTICO PARA LA DETERMINACIÓN DE CENIZAS

2. OBJETIVO

1. Establecer los pasos a seguir para efectuar la determinación de cenizas (por calcinación) en una muestra dada. Para este laboratorio se usaran diferentes tipos de harinas (trigo, arroz, maíz, cebada, avena).
2. Comparar el resultado obtenido con otros tipos de harinas encontradas en el mercado.

3. MARCO TEÓRICO

El porcentaje de cenizas da una idea del contenido total de minerales en la muestra. El porcentaje de cenizas de un material es definido como la relación de la masa del agua de los poros, o agua libre, en una masa dada de material respecto a la masa de sólidos que lo constituyen.

Método: Una muestra se calcina en un horno hasta que alcance una masa constante; la masa debido a la calcinación se considera que está constituida por minerales. El porcentaje de ceniza se calcula como la relación a partir de la masa de minerales (cenizas) y de la masa de la muestra seca. Este método aplica para todo el producto en proceso y para el producto terminado.

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

Balanza Analítica	mufla
Espátula	Desecador
Crisol de porcelana	Toallas de papel
Pinza para crisol	Guantes desechables

5. REACTIVOS

*Harina (suministrada por el estudiante)

Nota: Cada grupo llevará una marca

diferente de harina.

*** Suministrado por los estudiantes.**

RECUERDE: No se permitirá el ingreso de estudiantes que lleguen al laboratorio

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	2 de 45

sin el material solicitado, por tanto asegúrense de llevar el material contemplado en la guía.

6. PROCEDIMIENTO

A. Preparación de la muestra:

Se toma una muestra de 100g aproximadamente de producto en proceso y/o producto terminado y se homogeniza dentro de una bolsa, posteriormente se tomará la cantidad necesaria para realizar el análisis.

B. Determinación del porcentaje de Cenizas:

1. En un crisol de porcelana previamente tarado, pesar de 3 a 4 g de muestra a evaluar en la balanza analítica.
2. Colocar el crisol de porcelana con la muestra, en el horno a 550°C hasta obtención de cenizas blanca, gris claro o gris oscuro (manejar el crisol de porcelana con las pinzas).
3. Sacar del horno el crisol de porcelana con ayuda de las pinzas, pasándolo de inmediato al desecador, manteniéndola durante media hora y proceder a pesar en la balanza analítica.
4. Colocar la muestra durante una hora en el horno, hasta obtener peso constante y enfriar en el desecador por 10 minutos y pesar.
5. Continuar este procedimiento hasta obtener 0.005g. de diferencia.
6. Calcular el porcentaje de cenizas.

7. NIVEL DE RIESGO

Muchos de estos compuestos son tóxicos y/o cancerígenos. No dejar botellas abiertas o muestras reposando en el área de trabajo. Preparar las soluciones en la vitrina extractora de gases. Limpiar cualquier derrame. Disponer de los desechos orgánicos en los contenedores apropiados.

8. BIBLIOGRAFÍA

- Arenas, J. G. Química analítica cuantitativa. Bucaramanga: ediciones UIS.
- Chang, Raymond y College, Williams. Química. (7^a ed.). Bogata: McGraw-Hill, 2002. 1001p.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	3 de 5

- Holler, F.J.; Skoog, D.A. y West, D.M. Química Analítica. (6^a ed.), McGraw-Hill, 1995
- Ellis, D.W.; L.F. Hamilton y S.G. Simpson. Cálculos de Química Analítica. (6^a ed.), McGraw-Hill, 1989.

9. ANEXOS

- ¿Qué tipos de métodos gravimétricos existen?
- ¿A cuál pertenece la presente práctica porqué?
- Comparar el contenido de cenizas con diferentes tipos de harinas analizadas en la clase.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	36 de 45

1. TITULO

EVALUACIÓN DEL PORCENTAJE DE ACIDEZ DE VINAGRE COMERCIAL

2. OBJETIVO

1. Determinar el porcentaje de acidez de una marca de vinagre comercial.
2. Comparar el resultado obtenido con las diferentes marcas encontradas en el mercado.

3. MARCO TEÓRICO

Un método de análisis muy usado para la determinación del porcentaje de acidez es la titulación de la muestra con una solución, de concentración conocida, de hidróxido de sodio (NaOH), usando fenolftaleína como indicador.

En este experimento se usará la solución de hidróxido de sodio preparada y estandarizada en el laboratorio anterior.

El ácido presente en el vinagre es el ácido acético (CH_3COOH).

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

Balanza Analítica
Espátula
3 erlenmeyers de 250ml

Bureta de 50ml
Toallas de papel
Guantes desechables

5. REACTIVOS

Agua destilada
Hidróxido de sodio
Fenolftaleína.
*Guantes de Nitrilo.
*Vinagre (cada grupo una marca diferente).

* Kit de laboratorio (Paño o toalla, encendedor o caja de fósforos, marcador o cinta de enmascarar, teflón, gotero, guantes de nitrilo).

* Suministrado por los estudiantes.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	37 de 45

RECUERDE:

No se permitirá el ingreso de estudiantes que lleguen a laboratorio sin guantes de nitrilo, ni se permitirá que los grupos de laboratorio que no cuentan con el material solicitado presenten la práctica, por tanto asegúrense de llevar el material solicitado.

6. PROCEDIMIENTO

A. Determinación del porcentaje de acidez del vinagre:

1. Colocar en un erlenmeyer de 125ml, usando una pipeta volumétrica, 10mL del vinagre a analizar. **Precaución:** Nunca aspire la pipeta con la boca, usar la perilla plástica diseñada para este propósito.
2. Adicionar 30mL de agua destilada y dos o tres gotas de fenolftaleína. Agitar cuidadosamente hasta homogenizar la solución.
3. Colocar la solución de NaOH, preparada en el laboratorio anterior, en una bureta. ¡Tenga mucho cuidado pues el hidróxido de sodio es corrosivo!. Si cae algo en sus manos o piel lave inmediatamente con abundante agua.
4. Remueva cualquier burbuja de aire que quede en la bureta. Registre el volumen inicial de la bureta. Usar dos cifras decimales.
5. Iniciar la titulación adicionando lentamente la solución de NaOH a la solución de vinagre preparada. Una vez se observe el cambio de color de incoloro a rosado pálido suspenda la adición del NaOH. Registrar este volumen.
6. Repita los pasos 1 al 5 dos veces más.
7. Calcular el porcentaje de acidez del vinagre.
8. Calcular el porcentaje de diferencia entre los ensayos realizados.

$$\% \text{ diferencia} = \{[M_{\text{Ensayo 1}} - M_{\text{promedio}}]/M_{\text{promedio}}\} \times 100$$

Este valor debe ser menor del 1%

9. Calcular el promedio de los 3 valores obtenidos del porcentaje de acidez.

7. NIVEL DE RIESGO

Medio.

No olvidar que la eficiencia y buenos resultados en la práctica de laboratorio, además de la seguridad del personal que ejecuta la práctica dependen del cumplimiento de ciertas normas, que aunque en su mayoría se derivan del sentido común, es necesario hacer nota para tenerlas presentes.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	37 de 45

- Manipular los reactivos con guantes (preferiblemente de nitrilo).
- Uso de bata manga larga completamente cerrada, además de zapato cerrado y cabello recogido.
- Dejar el sitio de trabajo completamente limpio y ordenado, arrojando los desechos en los sitios designados para ello.

8. BIBLIOGRAFÍA

- Arenas, J. G. Química analítica cuantitativa. Bucaramanga: ediciones UIS.
- Chang, Raymond y College, Williams. Química. (7^a ed.). Bogata: McGraw-Hill, 2002. 1001p.
- Holler, F.J.; Skoog, D.A. y West, D.M. Química Analítica. (6^a ed.), McGraw-Hill, 1995
- Ellis, D.W.; L.F. Hamilton y S.G. Simpson. Cálculos de Química Analítica. (6^a ed.), McGraw-Hill, 1989.

9. ANEXOS

Incluir en el reporte:

Comparación del resultado obtenido con las marcas encontradas en el mercado:

1. Registrar en su cuaderno del laboratorio la siguiente información correspondiente a los otros grupos del laboratorio:
 - a. Marca de vinagre utilizada
 - b. Volumen de muestra
 - c. Precio
 - d. Concentración del hidróxido de sodio
 - e. Volumen de hidróxido de sodio utilizado para la neutralización.
2. Calcular el respectivo porcentaje de acidez para cada una de las marcas de vinagre analizada por los otros grupos y comparar dichos resultados.
3. Calcular el valor monetario de la concentración de ácido acético de cada una de las marcas por unidad de volumen.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	39 de 45

1. TITULO

EVALUACIÓN DE ANTIÁCIDOS COMERCIALES

2. OBJETIVO

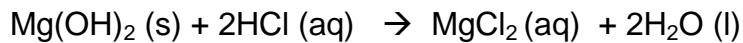
1. Determinar la cantidad de ácido que neutraliza un antiácido comercial.
2. Comparar el resultado obtenido con otras marcas encontradas en el mercado.

3. MARCO TEÓRICO

Ardor en el estomago e indigestiones son debidas principalmente por el exceso de ácido en el estomago. Muchas formulaciones que se encuentran en el mercado que ayudan a aliviar esta condición. Muchas de estas actúan neutralizando el exceso de ácido del estomago, y algunas son más efectivas que otras. La mayoría de formulaciones tienen ingredientes adicionales al ingrediente activo, pero es el ingrediente activo quien se encarga de la neutralización del ácido.

Los ingredientes activos más comunes son: $Mg(OH)_2$ (Hidróxido de magnesio), $Al(OH)_3$ (Hidróxido de aluminio), $NaHCO_3$ (Bicarbonato de sodio) y $CaCO_3$ (Carbonato de calcio).

La reacción entre el hidróxido metálico y el ácido del estomago (HCl) es una reacción ácido-base, muy similar a las estudiadas en los experimentos previos:



Los carbonatos metálicos neutralizan el ácido del estomago por la formación de sal, agua y un gas:



TITULACIÓN POR RETROCESO

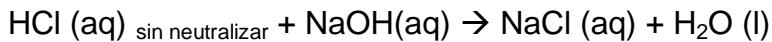
Suena posible evaluar el antiácido en forma similar a la usada en los experimentos anteriores: disolver el antiácido en agua, adicionar un indicador y titular con una base de concentración conocida. Sin embargo existen unas limitaciones por este método:

- Los ingredientes activos no son muy solubles en agua.
- Se necesita conocer cuál es el ingrediente activo.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	39 de 45

- La técnica tendría que ser modificada para cada diferente antiácido.
- Muchos de los antiácidos contienen más de un ingrediente activo.

Por esta razón se utiliza la titulación por retroceso. La tableta se disuelve en una cantidad en exceso de ácido (Relativa a la cantidad de ácido que neutraliza el antiácido) de concentración conocida. Se deja que los componentes activos neutralicen la cantidad de ácido que ellos puedan, y luego se determina la cantidad de ácido que no ha sido neutralizado por una simple titulación ácido-base.



4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

1 Balanza Analítica	* Guantes de Nitrilo
1 Espátula	* Kit de laboratorio (Paño o toalla, encendedor o caja de fósforos, marcador o cinta de enmascarar, teflón, gotero, guantes de nitrilo).
3 Erlenmeyer de 250mL	
1 Plancha de calentamiento	
1 Bureta de 50mL	
Toallas de papel	* Suministrado por los estudiantes.

5. REACTIVOS

Agua destilada	*3 pastillas de antiácido.
Ácido Clorhídrico	
Hidróxido de sodio	
Fenolftaleína	* Suministrado por los estudiantes.

RECUERDE: No se permitirá el ingreso de estudiantes que lleguen a laboratorio sin guantes de nitrilo, ni se permitirá que los grupos de laboratorio que no cuentan con el material solicitado presenten la práctica, por tanto asegúrense de llevar el material solicitado.

6. PROCEDIMIENTO

DETERMINACIÓN DE LA CANTIDAD DE ÁCIDO NEUTRALIZADA POR UN ANTIÁCIDO:

1. Traer 3 pastillas de antiácido. Registrar la marca, los ingredientes activos, concentración y el costo por tabla.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	3 de 4

2. Pesar una tableta y colocarla un erlenmeyer de 250mL. Repetir el mismo procedimiento con las otras dos tabletas. Marcar cada erlenmeyer y no confundir los pesos.
3. Adicionar 15mL de HCl ~1M y 10 mL de agua destilada a la muestra en el erlenmeyer. Registrar la molaridad exacta del ácido clorhídrico.
4. Calentar lentamente cada solución hasta que haya parado la efervescencia. Luego deje hervir suavemente durante 1-2 minutos, para asegurar que la reacción fue completa. Posiblemente algunos materiales inertes permanezcan insolubles, no se preocupe pues estos no interferirán con la titulación. Adicionar 3 gotas de fenolftaleína a cada solución a analizar.
5. Colocar una solución de NaOH ~0.1M, en una bureta. **Tenga mucho cuidado pues el hidróxido de sodio es corrosivo.** Si cae algo en sus manos o piel lave inmediatamente con abundante agua.
6. Remueva cualquier burbuja de aire que quede en la bureta. Registre el volumen inicial de la bureta. Usar dos cifras decimales.
7. Iniciar la titulación adicionando lentamente la solución de NaOH a la solución de antiácido preparada. Una vez se observe el cambio de color de incoloro a rosado pálido suspenda la adición del NaOH. Registrar este volumen. Si el indicador cambia de color con adición de menos de 10ml de NaOH usted deberá adicionar 5ml mas de HCl ~1M a la solución, recalentar, y continuar con la titulación.
8. Repita los pasos 3 al 7 con las otras dos muestras, NOTA: Esta vez debe adicionar la cantidad total de ácido clorhídrico usada en el ensayo 1.
9. Calcular las moles promedio de ácido neutralizada por gramo de tableta.
10. Calcular las moles promedio de ácido neutralizada por \$100 de tableta.

7. NIVEL DE RIESGO

Medio.

No olvidar que la eficiencia y buenos resultados en la práctica de laboratorio, además de la seguridad del personal que ejecuta la práctica dependen del cumplimiento de ciertas

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	4 de 4

normas, que aunque en su mayoría se derivan del sentido común, es necesario hacer nota para tenerlas presentes.

- Manipular los reactivos con guantes (preferiblemente de nitrilo).
- Uso de bata manga larga completamente cerrada, además de zapato cerrado y cabello recogido.
- Dejar el sitio de trabajo completamente limpio y ordenado, arrojando los desechos en los sitios designados para ello.

8. BIBLIOGRAFÍA

- Arenas, J. G. Química analítica cuantitativa. Bucaramanga: ediciones UIS.
- Chang, Raymond y College, Williams. Química. (7^a ed.). Bogata: McGraw-Hill, 2002. 1001p.
- Holler, F.J.; Skoog, D.A. y West, D.M. Química Analítica. (6^a ed.), McGraw-Hill, 1995
- Ellis, D.W.; L.F. Hamilton y S.G. Simpson. Cálculos de Química Analítica. (6^a ed.), McGraw-Hill, 1989.

9. ANEXOS

Incluir en el reporte:

1. Un nuevo antiácido fue analizado de manera similar a este experimento. A una tableta que peso 0.3541gr se le adicionaron 25mL de HCl 0.981M. Se necesitaron 10.31ml de Ca(OH)₂ para neutralizar la cantidad de ácido sin neutralizar por el antiácido. ¿Cuántas moles de ácido fueron neutralizadas por la tableta?.
2. ¿Qué técnicas analíticas (además de la titulación) podrían utilizarse para evaluar la acidez de los medicamentos analizados en esta práctica?

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	1 de 45

1. TITULO

VOLUMETRIA DE PRECIPITACIÓN

2. OBJETIVO

1. Iniciar al estudiante en las técnicas volumétricas de análisis basadas en reacciones de precipitación.
2. Determinar la concentración de iones cloruro en una muestra problema.
3. Aplicar los conceptos teóricos sobre equilibrios heterogéneos y producto de solubilidad.

3. MARCO TEÓRICO

VOLUMETRÍAS DE PRECIPITACIÓN.

Los métodos volumétricos basados en la formación de un producto poco soluble (precipitado) se denominan titulaciones de precipitación y particularmente aquellas en las que el ión precipitante es el catión Ag^+ , titulaciones argentométricas. La aplicación más importante de estos métodos está referida a la cuantificación de haluros: Cl^- , Br^- , I^- , CN^- en general. El punto final en estas técnicas se determina usando un sistema de indicación apropiado, siendo dos, los tipos de indicadores que se emplean con mayor frecuencia.

1. **Indicadores que reaccionan con el titulante:** dan origen a dos métodos muy usados: a) Método de Mohr; b) Método de Volhard. En el primero se forma un segundo precipitado coloreado en el entorno del punto de equivalencia (precipitación fraccionada). En el segundo, se forma un complejo coloreado soluble en las proximidades del punto de equivalencia.
2. **Indicadores de adsorción:** la reacción se verifica en la superficie del precipitado, y el indicador existe en forma ionizada en la solución. El Método de Fajans usa un indicador de este tipo, la fluoresceína para cuantificar haluros a un $\text{pH} = 7$.

Las volumetrías de precipitación son importantes porque proporcionan métodos excelentes para el análisis de los haluros y de los pseudo-haluros, así como para la determinación de algunos iones metálicos. La formación de compuestos poco solubles se puede utilizar tanto en el análisis gravimétrico, como en el análisis volumétrico. Para que una reacción se puede utilizar en el análisis volumétrico, se requiere que:

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	2 de 45

- a) La reacción sea cuantitativa
- b) La reacción ocurra rápidamente
- c) Se disponga de un método físico o químico para detectar el punto final de la reacción.

CURVAS DE VALORACIÓN BASADAS EN REACCIONES DE PRECIPITACIÓN

Indican las variaciones que experimenta la concentración de un reactivo durante el transcurso de una valoración. Son útiles para indicar las condiciones que prevalecen en el punto de equivalencia y en sus inmediaciones, prestando con ello una valiosa ayuda, no solo para decidir si una substancia determinada es valorable o no sino también para determinar la magnitud del error que puede esperarse de la aplicación de un sistema indicador dado.

Factores que afectan a las curvas de valoración

- *Concentración de los reactivos
- *Cuantitatividad de la reacción

Determinación del punto final

***Determinación por medio de indicadores**

Un indicador químico es una substancia que puede reaccionar con uno de los participantes en la reacción volumétrica, de modo que produzca un cambio observable del aspecto, de la solución; generalmente, este cambio consiste en una modificación del color. La substancia indicadora, en virtud de su tendencia a reaccionar con el agente valorante o con la substancia valorada, entra en competencia con uno de los participantes de la reacción para combinarse con el otro. Para minimizar el error de valoración, al llegar al punto de equivalencia la reacción en la que interviene el indicador tiene que pasar súbitamente a ser altamente favorecida, o altamente desfavorecida, como consecuencia de la variación de la función p . Así, un indicador dado presenta un comportamiento tanto más satisfactorio cuanto más bruscos son las variaciones de composición de la solución en el punto de equivalencia.

Los indicadores pueden actuar de tres formas en este tipo de volumetría:

- *Los que reaccionan con un exceso de titulante formando un precipitado colorido.
- *Los que reaccionan con un exceso de titulante produciendo un compuesto colorido soluble.
- *Aquellos compuestos químicos que se adsorben sobre la superficie del precipitado que se forma durante la titulación.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	3 de 45

FORMACIÓN DE UN SEGUNDO PRECIPITADO: METODO DE MORH.

Se trata de un método directo para valorar haluros (cloruros y bromuros) mediante la adición de una solución estándar de AgNO_3 utilizando una solución soluble de cromatos como indicador (el K_2CrO_4 imparte coloración amarilla a la solución problema).

Lo que se pretende es que reaccionen en primer lugar los cloruros dando un precipitado blanco de AgCl (cloruro de plata) y que al consumirse éstos, el primer exceso de ión plata reaccione con el indicador dando un precipitado de Ag_2CrO_4 (cromato de plata) rojo, indicativo del final de la titulación.

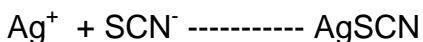
La aparición de un segundo precipitado de color distinto constituye la base de la detección del punto final en el método de Mohr. Este procedimiento se utiliza extensamente para la valoración de iones cloruro o de iones bromuro con nitrato de plata patrón. El indicador empleado es el ion cromato, que pone manifiesto al punto final para dar lugar a la formación del cromato de plata, Ag_2CrO_4 , de color rojo ladrillo como se mencionó anteriormente.

El cálculo de la solubilidad formal del cromato de plata a partir de su producto de solubilidad (1×10^{-12}) revela que este compuesto es mucho más soluble que el cloruro de plata. Así, es esta última sal la que tiende a precipitar en primer lugar en la mezcla valorada según el método de Mohr. Se ajusta la concentración del ion cromato en esta mezcla a un valor adecuado para retrasar la precipitación del cromato de plata hasta que la concentración del ion plata en dicha mezcla ascienda a un valor que corresponda al del punto de equivalencia teórico. La concentración de ion cromato necesaria para iniciar la precipitación del cromato de plata en estas condiciones se calcula como sigue:

$$[\text{CrO}_4^{2-}] = \frac{\text{Kps}}{[\text{Ag}^+]^2} = \frac{1 \times 10^{-12}}{(1.35 \times 10^{-5})^2} = 6 \times 10^{-3} \text{ mol/litro}$$

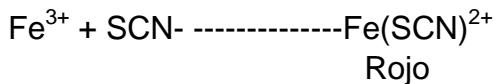
FORMACIÓN DE UN COMPLEJO COLOREADO: METODO DE VOLHARD.

Los iones plata se pueden valorar también con disoluciones tipo de tiocianato según el método de Volhard:



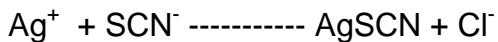
Empleándose como indicador el sulfato de amonio y de hierro (III) que imparte a la solución una coloración roja con el primer exceso de tiocianato.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	4 de 45



La valoración se tiene que realizar en solución acida para evitar la hidrólisis del hierro (iii). El error de valoración del método de Volhard es pequeño, porque el indicador es muy sensible a los iones tiocianato. Para evitar en la valoración un punto final prematuro se debe agitar la solución vigorosamente y proseguir aquella hasta que el color del indicador sea permanente. La aplicación más importante del método de Volhard reside en la determinación indirecta de cloruros, así como de otros haluros. SE agrega a la muestra un exceso medido de solución patrón de nitrato de plata, y el exceso de determina valorando por retroceso con solución patrón de tiocianato.

Un problema interesante relacionado con la determinación de cloruros según Volhard, proviene del hecho de que la solubilidad del cloruro de plata es mayor que la del tiocianato de plata. En consecuencia, cuando el precipitado de cloruro de plata entra en contacto con una solución que contiene un exceso de iones tiocianato, tiende a ocurrir la reacción:



El método de Volhard se puede aplicar al análisis de todos los aniones que forman sales de plata escasamente solubles.

INDICADORES DE ADSORCIÓN

Se denominan indicadores de adsorción a aquellas substancias que comunican un color distintivo a la superficie de un precipitado. En circunstancias apropiadas, se puede conseguir que la adsorción (o su proceso inverso, la desorción) tenga lugar en el punto de equivalencia de una valoración, o cerca de dicho punto; de este modo la aparición o desaparición de la coloración del precipitado indica el punto final. Un ejemplo de un indicador de adsorción es el colorante orgánico llamado fluoresceína, utilizado como indicador para la valoración de cloruros con el nitrato de plata.

Requisitos que debe cumplir el colorante o el precipitado, de los que depende el buen resultado de la acción indicadora:

- 1° Hay que obtener el precipitado en un estado de dispersión lo mayor posible.
- 2° El precipitado tiene que adsorber fuertemente a sus propios iones.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	5 de 45

3° El colorante tiene que ser retenido con intensidad por los iones adsorbidos primariamente.

MÉTODO DE FANJANS

El método de Fanjans consiste en la valoración directa de cloruros empleando como indicador el compuesto orgánico llamado diclorofluoresceina. Solamente es necesaria una solución valorada: la de nitrato de plata.

Idealmente la adsorción o desorción ocurre cerca del punto de equivalencia dando como resultado no solo un cambio de color, diferente al del indicador adsorbido. Un ejemplo de este tipo de titulación de cloruros con nitrato de plata es la fluoresceína la cual en solución acuosa, dicho compuesto de disocia parcialmente en iones hidrógeno y iones fluoresceinato, cargados negativamente, que comunican al medio una coloración verde amarillenta, y el fluoresceinato de plata adsorbido en la superficie del cloruro de plata es de color rojo brillante. Este proceso es una adsorción, no un proceso de precipitación, por cuanto el producto de solubilidad del fluoresceinato de plata no se ha sobrepasado. Este proceso es reversible por retrotitulación con el ion cloruro.

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

- | | |
|----------------------------------|---|
| 3 Erlenmeyer de 125mL. | 1 espátula. |
| 1 bureta de 50mL. | *1 balanza analítica |
| 1 pinzas para bureta. | *Guantes de Nitrilo |
| 1 soporte universal. | *Kit de laboratorio (Paño o toalla, encendedor o caja de fósforos, marcador o cinta de enmascarar, teflón, gotero, guantes de nitrilo). |
| 1 pipeta volumétrica de 10mL. | |
| 1 pipeta graduada de 1mL | |
| 1 pipeteador | |
| 1 frasco lavador. | * Suministrado por los estudiantes. |
| 2 vasos de precipitados de 100mL | |
| 1 vidrio de reloj. | |

RECUERDE:

No se permitirá el ingreso de estudiantes que lleguen a laboratorio sin guantes de nitrilo, ni se permitirá que los grupos de laboratorio que no cuentan con el material solicitado presenten la práctica, por tanto asegúrense de llevar el material solicitado.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	6 de 7

5. REACTIVOS

- *Nitrato de plata 0.010 M
- *Cromato de potasio al 5 % p/v
- *Bicarbonato de sodio
- *Cloruro de sodio, grado reactivo analítico (como patrón primario) 0.010 M.

6. PROCEDIMIENTO

a) VALORACIÓN DE LA SOLUCIÓN DE NITRATO DE PLATA.

1. Tomar 10 mL de una disolución de cloruro de sodio 0.10 M y transferirlos a un matraz Erlenmeyer de 125 mL.
2. Agregar 1 mL de solución de cromato de potasio al 5% m/v.
3. Homogenizar la muestra.
4. Titular lentamente con disolución de nitrato de plata 0.010 M agregando lentamente.

Nota: El punto final se da al observar una coloración rojo-salmón en el líquido sobrenadante.

b) VALORACIÓN DE LA MUESTRA PROBLEMA

1. Con una pipeta volumétrica, medir 20 mL de una muestra problema de cloruros (facilitada por el docente) y colocarla en un matraz Erlenmeyer de 125mL.
2. Agregar 1 mL de disolución de cromato de potasio al 5% p/v.
3. Homogenizar la muestra.
4. Titular lentamente con la solución normalizada de nitrato de plata 0.010 M contenida en la bureta.
5. Efectuar esta operación tres veces más.

Nota: El punto final se da al observar una coloración rojo-salmón en el líquido sobrenadante.

7. NIVEL DE RIESGO

Medio.

No olvidar que la eficiencia y buenos resultados en la práctica de laboratorio, además de

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Analítica	Código	FLA-23 V. 00
		Página	7 de 7

la seguridad del personal que ejecuta la práctica dependen del cumplimiento de ciertas normas, que aunque en su mayoría se derivan del sentido común, es necesario hacer nota para tenerlas presentes.

- Manipular los reactivos con guantes (preferiblemente de nitrilo).
- Uso de bata manga larga completamente cerrada, además de zapato cerrado y cabello recogido.
- Dejar el sitio de trabajo completamente limpio y ordenado, arrojando los desechos en los sitios designados para ello.

8. BIBLIOGRAFÍA

- Arenas, J. G. Química analítica cuantitativa. Bucaramanga: ediciones UIS.
- Chang, Raymond y College, Williams. Química. (7^a ed.). Bogata: McGraw-Hill, 2002. 1001p.
- Holler, F.J.; Skoog, D.A. y West, D.M. Química Analítica. (6^a ed.), McGraw-Hill, 1995
- Ellis, D.W.; L.F. Hamilton y S.G. Simpson. Cálculos de Química Analítica. (6^a ed.), McGraw-Hill, 1989.
- Skoog Douglas A. y West Donald; Introducción a la química analítica; Editorial Reverte, S.A. ; 1986; España.

9. ANEXOS

Incluir en el reporte:

1. Haga los cálculos de las soluciones empleadas en esta práctica.
2. ¿La titulación por el método de Mohr tiene límites de pH?
3. ¿El resultado de esta práctica se vería afectado si se realizara la titulación a aproximadamente 80°C?
4. ¿Qué pasaría con la valoración si el pH de la solución fuese demasiado bajo?