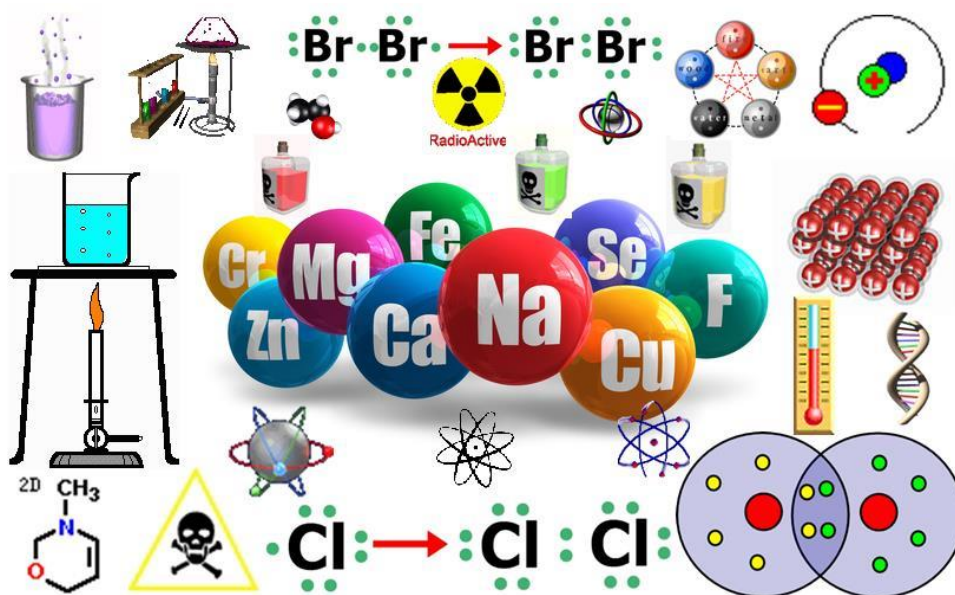




UNIVERSIDAD DEL BÍO BÍO
FACULTAD DE CIENCIAS
DEPARTAMENTO DE CIENCIAS

GUIA DE LABORATORIO QUÍMICA ANALÍTICA E INORGÁNICA

Ingeniería Civil Química
210019



Nombre:

.....

Sección:

.....

PM/CN/AM

I. REGLAMENTO GENERAL DE LABORATORIO

1. El alumno deberá presentarse puntualmente a la hora de inicio del laboratorio.
2. Para ingresar al laboratorio todo alumno debe poseer delantal y quienes posean cabello largo lo deben llevar recogido.
3. Se restringe el uso de aparatos tecnológicos durante el desarrollo del laboratorio, a menos que el docente lo requiera.
4. El alumno debe trabajar provisto de los implementos de seguridad adecuados si manipula sustancias peligrosas. Se le hará entrega de lentes de seguridad.
5. Todo alumno al ingresar al laboratorio debe dejar sus pertenencias en el lugar asignado para tal uso, no puede haber pertenencias personales sobre los mesones del laboratorio a excepción del cuaderno de laboratorio y del Manual de Analítica.
6. El trabajo de laboratorio se llevará a cabo en grupos de no más de tres alumnos.
7. Todo alumno debe traer un cuaderno, en el cual dejará un registro de todos los datos experimentales recopilados durante el trabajo práctico.
8. Al finalizar cada laboratorio, cada alumno debe entregar su informe de laboratorio realizado en el día, si el profesor lo requiere.
9. Al finalizar cada laboratorio, cada alumno debe entregar su puesto de trabajo limpio y ordenado.
10. La asistencia al laboratorio es obligatoria.
11. Para tener derecho a aprobar el curso es requisito contar con el 100% de asistencia a los laboratorios.

II. INSTRUCCIONES GENERALES DE LABORATORIO

1. Los alumnos deben presentar el siguiente material al laboratorio:

- ✓ Delantal blanco hasta la rodilla y mangas largas.
- ✓ Cuaderno de laboratorio.
- ✓ Guía de Laboratorio entregada por el Departamento de Ciencias.

2. El trabajo de laboratorio será evaluado a través de un test de entrada (60%) y un informe final (40%), contribuyendo ambas evaluaciones a la nota final de laboratorio.

3. El informe de laboratorio debe ser entregado puntualmente en la fecha que el docente haya indicado.

4. En caso de inasistencia, este debe ser justificada en su facultad en un plazo no superior a 48 horas desde la inasistencia mediante documento que lo acredite

III. REGLAMENTO DURANTE TRABAJO EN EL LABORATORIO

- ✓ Se requiere orden y limpieza, tanto de materiales como del puesto de trabajo.
- ✓ No deben realizarse ensayos sin que el docente lo informe. Será causal de expulsión del laboratorio sino cumple con este punto.
- ✓ En caso de accidente comunicar inmediatamente al docente.
- ✓ Todo el material volumétrico (pipetas, buretas, probetas, etc.) debe ser manejado con mucho cuidado.
- ✓ Antes de utilizar cualquier material eléctrico conectado a la red verifique que todas las conexiones estén revisadas por el docente o ayudante a cargo.
- ✓ En caso de caso de utilizar calefactores eléctricos, sólo conectar al momento de utilizar, para evitar posibles quemaduras.

Guía de Laboratorio Química Analítica e Inorgánica

- ✓ **Observar los pictogramas** tanto de equipos como reactivos a utilizar.
 - Cualquier duda consultar con el docente o ayudante.
- ✓ **Nunca devolver restos de reactivos** (sólidos ni líquidos) a su frasco original. Tampoco introducir espátulas que no estén completamente limpias.
- ✓ **No introducir** pipetas a frascos que contengan reactivos o soluciones. Se deberá sacar un volumen adecuado en un vaso de precipitado y desde ahí medir el volumen deseado.
- ✓ **Nunca pipetear** reactivos ni soluciones con la boca. Utilizar propipeta.
- ✓ Una vez utilizados los frascos de reactivos deben ser cerrados inmediatamente.
- ✓ **En caso de derramarse accidentalmente** algún líquido o sólido se debe limpiar de manera adecuada, para ello siempre consulte al docente.
- ✓ **Tanto ácidos como bases fuertes** deben manipularse con extremo cuidado, pues son corrosivos. Ante dudas consultar al docente.
- ✓ Al mezclar cualquier ácido (HCl, H₂SO₄, entre otros) con agua, **siempre se agrega el ácido sobre el agua, ya que si se realiza lo contrario puede ocurrir que el ácido salga eyectado del recipiente y provocar quemaduras en toda la zona facial.**
- ✓ **Sustancias inflamables** no deben ser manipuladas cerca de fuentes de calor.
- ✓ **Usar pinzas** al retirar cualquier material de vidrio que este expuesto a la llama o cualquier otra fuente de calor. En caso de manipular tubos de ensayo a la llama nunca inclinar hacía alguna persona cercana ni observar directamente la abertura, pues puede salir reactivo o solución repentinamente del tubo al producirse la ebullición.
- ✓ **Evitar la inhalación de vapores.** En caso de trabajar con reactivos o reacciones que generen vapores realizarlo bajo campana y supervisión del docente o encargado.
- ✓ **Toda disolución** preparada en matraces aforado se debe agitar de manera suave.
- ✓ **En caso de utilizar el mechero,** este debe ser manipulado con cuidado y apagarlo cuando no se esté en uso.

Guía de Laboratorio Química Analítica e Inorgánica

- ✓ **Todo residuo líquido o sólido** debe ser dispuesto en recipientes adecuados para ellos, nunca desechados en el desagüe.
- ✓ **En caso de quebrarse un termómetro que contenga mercurio dar aviso inmediatamente al docente o encargado.**
- ✓ **En caso de evacuación**, cerrar llave de paso de gas, desenchufar todo material eléctrico y evacuar de forma ordenada siguiendo instrucciones del docente o persona a cargo.

IV. NORMAS UTILIZACIÓN VIDRIO

- ✓ Cuidado con los bordes y puntas cortantes de los tubos u objetos de vidrio.
- ✓ El vidrio caliente no se diferencia a simple vista del vidrio frío. Para evitar quemaduras, dejar enfriar antes de tocar.
- ✓ Las manos se protegerán con guantes adecuados cuando se introduzca un tapón en un tubo de vidrio.
- ✓ Si tienes que calentar a la llama el contenido de un tubo de ensayo, observa cuidadosamente estas dos normas:
 - Tener sumo cuidado y en cuenta que la boca del tubo de ensayo no apunte a ningún compañero. Puede hervir el líquido y salpicar, por lo que podrías ocasionar un accidente.

V. NORMAS UTILIZACIÓN DE BALANZAS

- ✓ Cuando se determinan masas de productos químicos con balanza, se colocará papel de filtro sobre los platos de la misma y si es necesario porque el producto a pesar fuera corrosivo, se utilizará un vidrio de reloj.
- ✓ Se debe evitar cualquier perturbación que conduzca a un error, como vibraciones debidas a golpes, aparatos en funcionamiento, soplar sobre los platos de la balanza, entre otros.

V. IDENTIFICACIÓN DE SUSTANCIAS EN EL LABORATORIO

Antes de ingresar y comenzar el laboratorio de química analítica el estudiante deberá tener conocimiento pleno de los siguientes símbolos básicos de peligrosidad de reactivos expuestos en el laboratorio.

SUSTANCIAS COMBURENTES



Peligro: Los productos comburentes favorecen la inflamación de las materias combustibles y mantienen los incendios impidiendo su extinción.

Precauciones: Evitar todo contacto con las materias combustibles. Ejemplos: Peróxido sódico, permanganato potásico.

SUSTANCIAS CORROSIVAS



Peligro: El contacto con estos productos destruye tejidos vivos y ciertos materiales.

Precauciones: No respirar los vapores y evitar el contacto con la piel, ojos y vestidos. Ejemplos: Bromo, ácido sulfúrico.

SUSTANCIAS EXPLOSIVAS



Peligro: En ciertas condiciones estos productos presentan un específico peligro de explosión.

Precauciones: Evitar los choques, la fricción, las chispas y el fuego. Ejemplos: Dicromato amónico.

SUSTANCIAS TÓXICAS



Peligro: Estos productos provocan casi siempre lesiones graves o incluso la muerte, sea por inhalación, por ingestión o por contacto con la piel.

Precauciones: Evitar absolutamente todo contacto con el cuerpo. Ejemplo: cloruro mercúrico.

SUSTANCIAS FÁCILMENTE INFLAMABLES



Sustancias auto-inflamables. Precauciones: Evitar todo contacto con el aire. Ejemplos: Fósforo.

Gases fácilmente inflamables. Precauciones: Evitar la formación de mezclas inflamables vapor-aire y el contacto con todas las posibles fuentes de calor. Ejemplos: Butano

Líquidos inflamables. Líquidos cuyo punto de inflamación se sitúa por debajo de 21°C.

Precauciones: Mantener estos productos separados de llamas, chispas y de cualquier clase de fuente de calor. Ejemplos: Benceno, acetona.

SUSTANCIAS IRRITANTES



Peligro: Los productos que llevan este símbolo pueden irritar la piel, ojos y vías respiratorias.

Precauciones: No respirar vapores de estos productos y evitar el contacto con la piel y los ojos. Ejemplo: Amoníaco.

SUSTANCIAS NOCIVAS



Peligro: La absorción de estos productos se manifiesta por lesiones de menor gravedad.

Precauciones: Evitar el contacto con el cuerpo, incluso la inhalación de vapores. Ejemplos: Piridina, tricloroetileno.

SISTEMA DE IDENTIFICACION DE PELIGRO DE LA NATIONAL FIRE PROTECTION ASSOCIATION 704

LA NFPA. de USA., desarrolló un sistema estandarizado, usado básicamente para instalaciones fijas. Utiliza un rombo con cuatro rombos en su interior, con colores y números: Únicamente se utilizará el área blanca y son casos especiales:



ANEXO 1. MATERIAL DE LABORATORIO: FUNCIÓN

Nº	NOMBRE	FUNCIÓN
1	PROBETA GRADUADA	Medir volúmenes de líquidos.
2	PIPETA TOTAL	Medir un volumen exacto de líquido, con bastante precisión, y trasvasarlo de un recipiente a otro.
3	PIPETA PARCIAL	Medir volúmenes parciales de líquidos.
4	BURETA	Medir el volumen exacto de una solución.
5	TERMÓMETRO	Medir temperaturas.
6	BALANZA DE PRECISIÓN	Medir masas de sustancias sólidas.
7	CÁPSULA DE PORCELANA	Calentar o fundir sustancias sólidas o evaporar líquidos.
8	BALÓN DE DESTILACIÓN	Para calentar líquidos, cuyos vapores deben seguir un camino obligado (hacia el refrigerante).
9	REFRIGERANTE	Se utiliza para condensar los vapores de un o más líquidos que intervienen en la destilación.
10	TUBOS DE ENSAYO	Disolver, calentar o hacer reaccionar pequeñas cantidades de sustancia.
11	VASOS DE PRECIPITADO	Preparar, disolver o calentar sustancias.
12	MATRAZ ERLLENMEYER	Para colocar soluciones que se van a titular, almacenar soluciones, disolver sólidos en líquidos, etc.
13	MATRAZ AFORADO	Para preparar soluciones de concentración exacta.
14	MATRAZ KITASATO	Matraz que recibe el líquido y en el que se puede lograr presión reducida.
15	EMBUDO SIMPLE	Trasvasar líquidos de un recipiente a otro, evitando que se derrame líquido; también se utiliza mucho en operaciones de filtración.
16	EMBUDO BÜCHNER	Para filtrar a presión reducida.

Guía de Laboratorio Química Analítica e Inorgánica

Nº	NOMBRE	FUNCIÓN
17	EMBUDO DE DECANTACIÓN	Para separar 2 líquidos inmiscibles, se usa en la Extracción Discontinua.
18	CRISOL	Para calentar sólidos a temperaturas altas.
19	PROPIPETA	Para evitar succionar con la boca líquidos venenosos, corrosivos o que emitan vapores. Se utiliza junto con una pipeta graduada.
20	PISETA	Para colocar agua destilada o soluciones con el fin de dispensar pequeñas porciones de éstas con el fin de lavar, cebar o enrasar.
21	PINZAS PARA TUBO(MOHR)	Sujetar tubos de ensayo.
22	ARO	Para sujetar embudos o matraces.
23	GRADILLA	Apoyar tubos de ensayo.
24	SOPORTE UNIVERSAL	Se utiliza en el armado de muchos equipos de laboratorio.
25	TRÍPODE	Apoyar la lámina metálica.
26	PINZAS PARA BALÓN	Para sujetar balón y apoyarlo en la nuez en el armado de equipos.
27	DOBLE NUEZ	Sujetar aro, pinza para balón y otros soportes similares.
28	MECHERO BUNSEN	Fuente de calor.
29	REJILLA METÁLICA	Para apoyar matraces y vasos de precipitado que se deben calentar sobre el trípode y evitar contacto directo con la llama del mechero.
30	PINZAS DE MADERA	Para sostener tubos de ensayo y tubos de fusión.
31	TRIÁNGULO DE PORCELANA	Sostener un crisol, mientras es sometido a la llama del mechero.

ANEXO 2. MATERIAL DE LABORATORIO: FIGURAS



1. PROBETA



2. PIPETA TOTAL



3. PIPETA PARCIAL



4. BURETA



5. TERMÓMETRO



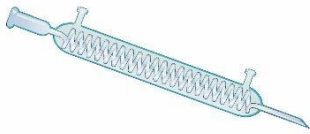
6. BALANZA DE PRECISIÓN



7. CÁPSULA DE PORCELANA



8. BALÓN DE DESTILACIÓN



9. REFRIGERANTE



10. TUBO DE ENSAYO



11. VASO DE PRECIPITADO



12. MATRAZ ERLLENMEYER



13. MATRAZ DE AFORO



14. MATRAZ KITASATO



15. EMBUDO FILTRACION SIMPLE



16. EMBUDO BÜCHNER

Guía de Laboratorio Química Analítica e Inorgánica



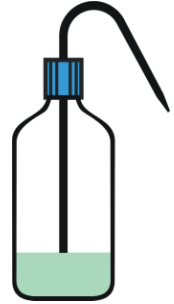
17. EMBUDO DE DECANTACIÓN



18. CRISOL



19. PROPIPETA



20. PISETA



21. PINZAS MORH



22. ANILLO



23. GRADILLA TUBOS



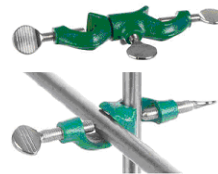
24. SOPORTE UNIVERSAL



25. TRIPODE



26. PINZAS



27. NUEZ DOBLES



28. MECHERO BUNSEN



29. REJILLA METALICA



30. PINZA DE MADERA



31. TRIANGULO PORCELANA

ANEXO 3. CIFRAS SIGNIFICATIVAS

A. PRECISIÓN Y EXACTITUD DE LAS MEDIDAS

1. **Precisión de una medida:** Corresponde a cuán concordantes son varias determinaciones de una misma cantidad.

2. **Exactitud de una medida:** Se refiere a la diferencia entre el valor observado y el valor verdadero. Una medida es más exacta si está más cercana del valor verdadero.

En el Laboratorio intentamos diseñar experimentos a modo de obtener la mayor exactitud y precisión posible. Toda medida experimental está sujeta por cierto error, convencionalmente se ha establecido que el último dígito de un número informado tiene incertidumbre de ± 1 unidad.

Por ejemplo, la longitud de un objeto informado es de 2,015 cm, esto significa realmente que su valor verdadero está en el rango de $2,015 \pm 0,001$ cm, es decir entre los valores 2,014 y 2,016 cm.

☐ El orden de magnitud de la incertidumbre de un número se puede expresar por el Número de Cifras Significativas.

☐ Cifras Significativas: “Corresponde a todos los dígitos que incluyen el primer dígito finito”.

Para los números inexactos o experimentales, determinamos con cuantas cifras significativas están expresados aplicando las siguientes reglas:

1) Los ceros a la izquierda no cuentan como cifras $\rho = 0.958 \text{ g/mL}$ **3 c.s.**

2) Los ceros a la derecha sí cuentan como cifras significativas $M.A. = 16.00 \text{ g/mol}$ **4 c.s.**

¿Cómo operar con cifras significativas?

Adición/sustracción

3) El resultado de una adición/sustracción no puede tener más dígitos significativos a la derecha del punto decimal que el término que menos tenga.

$$\begin{array}{r} 16.00 \\ + 1.007 \\ \hline \end{array} \longrightarrow \boxed{18.01}$$

Guía de Laboratorio Química Analítica e Inorgánica

Multiplicación/división

4) El resultado de una multiplicación/división tiene tantas cifras significativas como el factor que menos tenga

$$\left[(0.958)^* \cdot \frac{1}{(18.01)} * (6.0221367 * 10^{22}) \right] = (\dots\dots)$$

↓ 3 ↓ 4 ↓ 8 ↓ 3

Si el **dígito no significativo** que sigue al último dígito significativo es mayor/menor que 5, se redondea el último dígito significativo hacia arriba/abajo, respectivamente.

$$2.571\dots \longrightarrow 2.57$$

$$2.577\dots \longrightarrow 2.58$$

PRÁCTICO 1

“QUÍMICA ANALÍTICA CUALITATIVA”

INTRODUCCIÓN

El análisis cualitativo inorgánico se centra principalmente en la detección de iones en disolución acuosa, por lo tanto, los materiales en otras formas necesitan necesitar ser llevados a este estado antes de usar métodos estándar. La disolución es después tratada con varios reactivos para probar una reacción química característica de determinados iones, que pueden producir cambio de color, olor, precipitado u otro cambio visible.

Los cambios observados son producto de reacciones químicas específicas (para un único analito) o selectivas (para un grupo de analitos) conocidas. Cuando se presentan reacciones selectivas es posible diferenciar a algunos de los posibles analitos realizando posteriores pruebas que incluyen la modificación del solvente o cambios de pH.

Procedimiento

1. Realizar cada experiencia en unos tubos de ensayo tomando la cantidad adecuada de reactivos y solvente según lo indicado por el docente.
2. Observar las características físicas de reacciones realizadas.
3. Justificar cada reacción química observada mediante la ecuación química correspondiente.
4. Identificar un catión y un anión presente en una muestra problema.

NOTA: Recibirá un set de tubos de ensayo donde realizará sus reacciones los cuales reutilizará durante todo el laboratorio. Como las reacciones son cualitativas, siempre se emplean pequeñas cantidades de cada reactante, las cantidades indicadas en la guía son referenciales. Una buena observación se define desde el momento en que una gota de reactante interacciona con la muestra.

PARTE EXPERIMENTAL

REACCIONES DE HALÓGENOS (8)

Los halógenos constituyen el décimo séptimo grupo de elementos de la tabla periódica y presentan configuración ns^2np^5 . Son solubles con la mayoría de los cationes, pero precipitan con plata iónica con colores característicos.

Reacción con Ag^+

- a) Con Cl⁻: Precipita al estado de AgCl blanco caseoso y fotosensible por lo que el precipitado se oscurece.
- b) Con I⁻: Precipita al estado de AgI blanco amarillento.
Comprobar solubilidad de los precipitados en:
 - i. NH_3 diluido 0,1 mol/L y concentrado.
 - ii. $Na_2S_2O_3$ 1 mol/L
 - iii. HNO_3 diluido 0,1 mol/L

REACCIONES DE TIOSULFATO (3)

- a) Con Ag^+ se forma un precipitado blanco de $\text{Ag}_2\text{S}_2\text{O}_3$, fácilmente hidrolizable. Del color blanco pasa a café hasta llegar a negro debido al Ag_2S .

Comprobar solubilidad en:

1. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 1 mol/L en exceso, luego calentar.

- b) Con Ba^{2+} : en soluciones concentradas se obtiene un precipitado blanco cristalino de BaS_2O_3 . Calentar tubo de ensayo.

REACCIONES DE FOSFATO (8)

- a) Con Ag^+ : En medio neutro (tubo 1) y alcalino (tubo 2, gotas de NaOH) se obtiene precipitado amarillo de Ag_3PO_4 .
- b) Con Ba^{2+} : En medio neutro (tubo 1) y alcalino (tubo 2, gotas de NaOH) se obtiene precipitado blanco de $\text{Ba}_3(\text{PO}_4)_2$.

Comprobar solubilidad de los precipitados en:

- i. HNO_3 diluido 0,1 mol/L
- ii. NH_3 0,5 mol/L

REACCIONES DE CARBONATO (4)

- a) Con Ag^+ : se obtiene precipitado blanco de Ag_2CO_3 . Calentar tubo.
- b) Con Ba^{2+} : se obtiene precipitado blanco de BaCO_3 .

Comprobar solubilidad de los precipitados en:

- i. CH_3COOH 0,1 mol/L diluido
- ii. HCl 1 mol/L

REACCIONES DE TIOCIANATO (2)

- a) Con Ag^+ : se obtiene precipitado blanco de AgSCN en medio neutro. Agregar HCl 1 mol/L.

Comprobar solubilidad de los precipitados en:

- i. HNO_3 diluido 0,1 mol/L

- b) Con Fe^{3+} : Se forma complejo de $[\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}$ de color rojo intenso.

REACCIONES DE DICROMATO Y CROMATO (12)

- a) Ag^+ con CrO_4^{2-} se obtiene precipitado rojo pardo en medio neutro.
- b) Ag^+ con $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ se obtiene precipitado rojo pardo en medio neutro.
- c) Ba^{2+} con CrO_4^{2-} se obtiene precipitado amarillo claro.
- d) Ba^{2+} con $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ se obtiene precipitado amarillo claro.

Comprobar solubilidad de los precipitados en:

1. CH_3COOH 0,1 mol/L
2. HNO_3 0,1 mol/L
3. NaOH 1 mol/L

Muestra Problema Identificación de un anión y un catión:

De la muestra problema tome una pequeña alícuota en varios tubos de ensayo y agregue alguno(s) de los reactivos que le permitan reconocer a un catión y un anión (compare con las observaciones de los resultados obtenidos en los ensayos iniciales). Realice las reacciones necesarias que le permitan identificar y/o descartar algún analito.

Tabla 4.2 Reglas de solubilidad para compuestos iónicos comunes en agua a 25°C

Compuestos solubles	Excepciones
Compuestos que contienen iones de metales alcalinos (Li^+ , Na^+ , K^+ , Rb^+ , Cs^+) y el ion amonio (NH_4^+)	
Nitratos (NO_3^-), acetatos (CH_3COO^-), bicarbonatos (HCO_3^-), cloratos (ClO_3^-) y percloratos (ClO_4^-)	
Halogenuros (Cl^- , Br^- , I^-)	Halogenuros de Ag^+ , Hg_2^{2+} y Pb^{2+}
Sulfatos (SO_4^{2-})	Sulfatos de Ag^+ , Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} , Hg_2^{2+} y Pb^{2+}
Compuestos insolubles	Excepciones
Carbonatos (CO_3^{2-}), fosfatos (PO_4^{3-}), cromatos (CrO_4^{2-}) y sulfuros (S^{2-})	Compuestos que contienen iones de metales alcalinos y el ion amonio
Hidróxidos (OH^-)	Compuestos que contienen iones de metales alcalinos y el ion Ba^{2+}

“MEDICIONES ANALÍTICAS”

INTRODUCCIÓN

En los experimentos químicos se realizan mediciones de distinta naturaleza y con diversos instrumentos. Las mediciones más comunes son las que permiten determinar la cantidad de una sustancia expresada en unidades de masa o volumen, gravimetría y volumetría respectivamente. Estas mediciones, al igual que todas, tienen siempre asociado un error que afecta el resultado final del experimento. El origen de los errores se debe a la imposibilidad de obtener medidas exactas, ya que los aparatos de medición no son absolutamente perfectos y nuestros sentidos tienen una capacidad de percepción limitada. Por lo anterior los números obtenidos a través de mediciones, son siempre inexactos. Entonces nuestro trabajo consiste en cuantificar el error, en ningún caso ignorarlo. En el anexo de esta guía se hace un tratamiento adecuado del manejo de error, así como el manejo correcto de cifras significativas. También está presente el trabajo de gráficos que usted deberá estudiar para el desarrollo óptimo de este trabajo práctico.

Masa y Peso

La masa de un cuerpo es una propiedad característica del mismo, y es una medida de la cantidad de materia que lo compone. La unidad SI para la masa es el kilogramo (kg). El peso de un cuerpo es la fuerza que su masa ejerce por efecto de la gravedad. De acuerdo a la primera ley de Newton la fuerza es el producto de la masa por la aceleración. En la Tierra la aceleración de gravedad es $9,79 \text{ m/s}^2$. El peso se mide en Newtons (N), kg-fuerza, dinas, libras-fuerza, onzas-fuerza, etc. El kg es por tanto una unidad de masa, no de peso. Sin embargo, muchos aparatos utilizados para medir pesos (básculas, balanzas), tienen sus escalas graduadas en kg en lugar de kg-fuerza. Esto no suele representar, normalmente, ningún problema ya que 1 kgfuerza es el peso en la superficie de la Tierra de un objeto de 1 kg de masa. Por lo tanto, una persona de 60 kg de masa pesa en la superficie de la Tierra 60 kg-Fuerza. Sin embargo, la misma persona en la Luna pesaría solo 10 kg-fuerza, aunque su masa seguiría siendo de 60 kg.

Volumen

El volumen de un cuerpo representa la cantidad de espacio que ocupa, y que no puede ser ocupado por otro cuerpo, ya que los cuerpos son impenetrables. El volumen, como la masa, puede medirse en muchas unidades, sobre todo dependiendo de la nación o la comarca en la que se vive. En el Sistema Internacional (SI) el volumen se mide en metros cúbicos (m^3), y representa el volumen de un cubo que mide 1 m por cada lado. En química se usan unidades más pequeñas como el centímetro cúbico (cm^3). Otra unidad de volumen muy utilizada es el litro L, el cual equivale a un decímetro cúbico (dm^3). En un litro hay 1000 mililitros (mL), y cada mL representa el mismo volumen de un cm^3 .

Densidad

La densidad es una propiedad intensiva de la materia que se define como la razón entre la masa de un cuerpo y el volumen que ocupa

$$\text{densidad: } \rho = m/v$$

Guía de Laboratorio Química Analítica e Inorgánica

Las densidades de sólidos y líquidos se expresan en gramos por centímetro cúbico (g/cm^3) o bien gramos por mililitro (g/mL). La densidad de un cuerpo está relacionada con su flotabilidad, una sustancia flotará sobre otra si su densidad es menor. La madera flota sobre el agua y el plomo se hunde en ella. Esto se debe a que el plomo posee mayor densidad que el agua mientras que la densidad de la madera es menor. Ambas sustancias se hundirán en la gasolina, de densidad más baja.

OBJETIVOS

Realizar mediciones de masa y volumen con diferentes aparatos y material volumétrico de laboratorio y en cada caso cuantificar el error. Con los datos obtenidos calcular la densidad de un líquido, el error asociado a la medición y la desviación estándar en la densidad. Comparar el error medido en los diferentes experimentos, discutir su magnitud. Calcular el error relativo, en cada medición.

PARTE EXPERIMENTAL

Experimento N° 1 Determinación de la densidad de un líquido

Medición de masa

Etiquete e identifique los tres vasos de precipitados de 50 mL que recibió en su puesto de trabajo. Verifique que estén limpios y secos. Mese el vaso N° 1 en una balanza analítica, y los otros dos en una balanza granataria. Los valores obtenidos tendrán una diferente cantidad de cifras decimales, y una incerteza característica de cada instrumento. Anote sus resultados en la tabla 1.

Vaso N°	Masa (g)
1	±
2	±
3	±

Medición de volumen

Previo a la medición de volumen determine la temperatura del líquido: _____ °C.

A los vasos 1, 2 y 3 ya masados transfiera 5 mL del líquido asignado usando bureta, probeta de 25 mL y pipeta graduada de 10 mL, respectivamente. Mese nuevamente los vasos y su contenido. El vaso 1 en balanza analítica y los otros dos en balanza granataria.

Repita la operación agregando 5 mL más de líquido de tal manera que el volumen total sea de 10 mL, luego de 15, y finalmente de 20 mL. No olvide masar en la balanza correspondiente cada vez que se agrega una nueva porción de líquido. Anote sus resultados en la tabla 2.

Guía de Laboratorio Química Analítica e Inorgánica

Tabla Nº 2: Medición de volúmenes en los tres materiales volumétricos y de masa en balanza analítica o granataria					
Vaso 1: volumen medido con bureta, masa en balanza analítica		Vaso 2: volumen medido con probeta, masa en balanza granataria		Vaso 3: volumen medido con pipeta graduada, masa en balanza granataria	
Volumen	masa	Volumen	masa	Volumen	masa
±	±	±	±	±	±
±	±	±	±	±	±
±	±	±	±	±	±
±	±	±	±	±	±

Note que cada columna incluye el error máximo, que es igual a la incerteza respectiva a cada medición. Para simplificar los cálculos hemos supuesto que las mediciones consecutivas de volumen y masa en cada vaso son independientes entre sí. Note que en la columna de masa dice masa del líquido, por lo que deberá previamente descontar la masa del vaso vacío. El error de esta medición debe ser calculado de acuerdo a las instrucciones detalladas en el Anexo 1. No olvide anotar la masa medida en la balanza, que corresponde a la suma del líquido más vaso vacío, para luego informar en la tabla el valor solicitado.

Con los datos anteriores deberá calcular la densidad del líquido asignado (Tabla 3).

Tabla Nº 3: Cálculo de densidad del líquido		
densidad 1 [g/mL]	densidad 2 [g/mL]	densidad 3 [g/mL]
±	±	±
±	±	±
±	±	±
±	±	±
±	±	±
±	±	±

En la **penúltima fila** deberá calcular el valor promedio de las 4 mediciones con la incerteza correspondiente. En la **última fila** debe incluir el valor promedio más su desviación estándar. En el anexo 1 encontrará las fórmulas para calcular el cociente de dos cantidades con error, y la forma de calcular la desviación estándar. No olvide informar las unidades correctas y ser consistente en el número de cifras significativas y decimales tanto del error como de la cantidad misma. *Escoja la columna de densidad con menor error y con los datos originales construya un gráfico de masa vs. volumen. Calcule la pendiente de la recta.*

Discusión

En su informe deberá incluir los siguientes aspectos: Discutir los errores individuales de la tabla 2, y como afectan al valor de la densidad y su error en la tabla 3, realice la comparación con la densidad teórica (busque el valor teórico). En el gráfico, ¿qué representa la pendiente de la recta obtenida? Compare el respectivo valor promedio de densidad de la tabla 3, con el valor de la pendiente obtenida de la gráfica.

Tratamiento de datos experimentales

En análisis químico los errores no son muy groseros, pero pueden ejercer efectos muy graves si no se reconocen a tiempo, o no se comprende con claridad lo que representan. Toda medida está sujeta a errores. Para que un resultado sea considerado válido deberá incluir una estimación de los errores inherentes a su determinación. Las fuentes de estos errores pueden ser de carácter instrumental pero también incluyen factores humanos. Los errores en una medida directa o experimental se extenderán a los cálculos que involucran dichas cantidades a través de las fórmulas o ecuaciones matemáticas donde aparecen. Por ejemplo, si quisiéramos determinar la densidad de un líquido determinando su masa y su volumen, usaríamos la fórmula:

$$\text{densidad: } \rho = m/v$$

Para cada medida experimental de masa m y de volumen V existirá un error propio de los instrumentos utilizados Δm y ΔV , y es de esperar que dicha incertidumbre necesariamente se propague al valor calculado de la densidad, $\Delta \rho = f(\Delta m, \Delta V)$.

Los errores suelen ser clasificados en distintas categorías:

Errores accidentales o crasos ocurren de manera ocasional llevando a resultados claramente atípicos. Ejemplos son: tratamiento inadecuado, contaminación de la muestra analizada, errores de operatividad.

Errores sistemáticos o determinados, que pueden encontrarse y posiblemente evitarse o corregirse. Estos afectan los resultados siempre en el mismo sentido. Por ejemplo: impurezas en los reactivos, errores instrumentales (mal calibrado de balanzas, pH-metros), errores de operación, errores de método (co-precipitación de impurezas, ligera solubilidad de precipitados, pobre recuperación). Son justamente los errores sistemáticos los que afectan principalmente a la exactitud del método de medida.

Errores aleatorios o indeterminados, que ocurren al azar y cuya magnitud y signo no pueden predecirse ni calcularse. Se infieren a partir de pequeñas diferencias en mediciones sucesivas efectuadas bajo las mismas circunstancias. Estos errores constituyen la principal fuente de incertidumbre en una determinación. Se atribuyen a: cambios en las condiciones ambientales tales como temperatura, presión o humedad; fluctuaciones en el suministro eléctrico; corrientes de aire cuando se usa una balanza de precisión. Estos errores afectan principalmente a la precisión de la determinación experimental.

La **precisión** cuantifica el grado con que una serie repetida de medidas coinciden o se parecen entre sí. Cuanto menores sean los errores aleatorios mayor precisión tendrá el proceso de medición. La precisión solo afecta la dispersión de los resultados, no a su desviación del valor aceptado como verdadero. Por otra parte, la **exactitud** cuantifica el grado en que una cierta medida se aproxima al valor correcto o aceptado como verdadero. Es claro que una medida precisa no necesariamente es exacta, y por ello el análisis de la dispersión de los datos entre sí o respecto del valor real nos darán información de la calidad del trabajo, métodos, equipos u operadores, y si es necesario su revisión.

Repetibilidad: se refiere al grado de concordancia entre resultados independientes obtenidos con un mismo método, misma muestra, y las mismas condiciones de trabajo.

Reproducibilidad: se asocia con el grado de concordancia entre resultados independientes obtenidos con el mismo método, misma muestra, pero distintas condiciones de trabajo.

Cuantificación de los errores

Exactitud requiere de la existencia de un valor verdadero o considerado como verdadero para establecer una comparación y a partir de este poder evaluar el **Error absoluto** ($E = v_i - v_r$), el **Error relativo** $E = \frac{|v_i - v_r|}{v_r} \times 100$ y el **Error relativo medio** $\bar{E} = \frac{|\bar{v} - v_r|}{v_r} \times 100$.

Precisión compara los datos obtenidos en términos de desviaciones respecto del valor medio, así la **desviación simple** $d_i = (v_i - \bar{v})$, **desviación media** $\bar{d} = \frac{\sum(v_i - \bar{v})}{N}$ que es la suma de las desviaciones

individuales, **desviación estándar** $s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (v_i - \bar{v})^2}{N - 1}}$ donde esta expresa la dispersión de un resultado en torno a la media de dicha muestra y la desviación estándar relativa $DER = \frac{s}{\bar{v}}$ o **Coefficiente de varianza** $CV = \frac{s}{\bar{v}} \times 100$ que dan una relación entre la calidad de los datos.

Informe de resultado, considerando únicamente estas variables el **resultado se expresa como el promedio de las medidas \pm la desviación estándar resultado** $= \bar{v} \pm s$.

Estimación de la desviación estándar de medidas indirectas (resultados calculados)

La Tabla final resume la forma de calcula la desviación estándar de operaciones algebraicas comunes con cantidades procedentes de medidas experimentales. Hay ocasiones en que no se pueden repetir mediciones conducentes a un resultado más de una vez, como ocurre frecuentemente en el laboratorio. En tales casos, sólo se puede informar el error experimental debido a los instrumentos usados (error sistemático), que se denomina error máximo. Dicho error máximo constituye una aproximación al valor de desviación estándar (s) antes discutido. Como error máximo de un instrumento se puede considerar a la mitad de la división más pequeña de la escala usada. Así, por ejemplo, una balanza analítica en miligramos (sensibilidad 1 mg) tiene un error de $\pm 0,0005$ g y una bureta graduada en 0,1 mL tiene un error de $\pm 0,05$ mL. Por lo general el valor de una medida se da

Guía de Laboratorio Química Analítica e Inorgánica

estimando el valor leído más probable x y su error Δx . Escribir $x \pm \Delta x$ significa que cabe esperar que el valor exacto de la cantidad este entre $x - \Delta x$ y $x + \Delta x$, con x como el valor más probable.

Tabla resumen de fórmulas para el cálculo de la propagación de incertidumbres en operaciones matemáticas básicas.

Operación	Ejemplo	Resultado de la operación y estimación del error estándar del resultado (s_x)
Suma y Resta	$(x \pm s_x) = (a \pm s_a) \pm (b \pm s_b)$	$x = a \pm b$; $s_x = [s_a^2 + s_b^2]^{1/2}$
Multiplicaciones y divisiones	$(x \pm s_x) = (a \pm s_a) [(b \pm s_b)/(c \pm s_c)]$	$x = a(b/c)$; $s_x = x [(s_a/a)^2 + (s_b/b)^2 + (s_c/c)^2]^{1/2}$
Potenciación	$(x \pm s_x) = (a \pm s_a)^k$	$x = a^k$; $s_x = x (s_a/a)$
Logaritmos	$(x \pm s_x) = \log_{10}(a \pm s_a)$	$x = \log_{10}(a)$; $s_x = 0,434(s_a/a)$
Antilogaritmos	$(x \pm s_x) = \text{Antilog}_{10}(a \pm s_a) = 10^{(a \pm s_a)}$	$x = 10^a$; $s_x = 2,303 x s_a$

Donde x = resultado de la operación matemática básica; a , b y c son valores medidos; s_x error estándar del resultado, s_a error instrumental de la medición a , s_b error instrumental de la medición b ,...

Se les recomienda revisar el Capítulo 2 “Sustancias químicas aparatos y operaciones unitarias” sobre las consideraciones en las mediciones de masas y volúmenes del libro Fundamentos de Química Analítica. Pág. 18-20 y 34-40.

PRÁCTICO 3

“VOLUMETRIA POR PRECIPITACIÓN”

Introducción

Los métodos volumétricos son aquellos en los cuales los resultados del análisis se obtienen a través de la medición de volúmenes de soluciones de concentración conocida que son consumidos por una cantidad conocida de muestra.

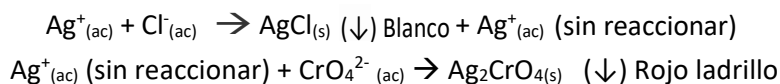
Una titulación consiste en el agregado lento desde una bureta de una solución patrón a una solución con el analito hasta que la reacción sea completa. El punto de equivalencia se alcanza cuando la cantidad de titulante es químicamente equivalente a la cantidad de analito presente en la muestra. La volumetría de precipitación es similar a la ácido-base, los cálculos de equilibrio se basan en el K_{ps} , como producto de la reacción se forma una sal poco soluble que precipita cuando se llega al punto de equivalencia, donde la concentración de la sustancia buscada en la solución es mínima; en ese momento el indicador reacciona con el analito, detectándose de esta manera el punto final de la valoración.

Las reacciones de volumetría por precipitación más importantes se efectúan con nitrato de plata como agente precipitante. Estos métodos que implican el uso de una solución valorada de nitrato de plata se llaman métodos argentométricos.

Los métodos analíticos utilizan tres indicadores, para las valoraciones por precipitación, que se han empleado con éxito, el método de Mohr utiliza ión cromato para precipitar el cromato de plata de color rojo ladrillo. El método de Volhard utiliza ión Fe^{3+} para formar un complejo colorido rojo con el ion tiocianato, SCN^- y el método de Fajans emplea indicadores de adsorción.

El método de Mohr consiste en la determinación de halógenos utilizando como agente titulante de $AgNO_3$. El indicador es una sal soluble de cromato, que reacciona con el agente valorante, cuando todo el halógeno ha precipitado entonces el primer exceso de Ag^+ forma un precipitado de color rojo ladrillo, que es el cromato de plata indicando el punto final de la valoración. La titulación de Mohr se limita a las soluciones cuyo pH va de 7 a 10.

- I. **MÉTODO DE MOHR (TITULACIÓN DIRECTA).** En este método los iones cloruro de titulan con disolución estandarizada de $AgNO_3(ac)$ y se emplea dicromato de potasio como indicador del punto final, el cual detecta el primer exceso de Ag^+ por la aparición de un precipitado color rojo ladrillo.



MATERIALES

1. Pipeta volumétrica 10 mL.
2. Probeta 100 mL
3. Matraz Erlenmeyer 250 mL
4. Matraz aforado de 1L
5. Bureta
6. Piseta con agua destilada.
7. Placa calefactora.
8. Bagueta.
9. Propipetas

REACTIVOS

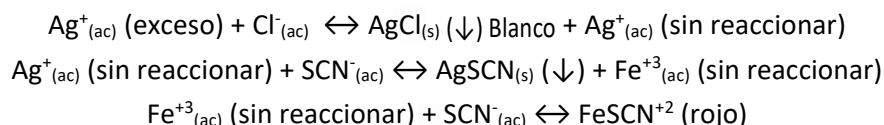
1. Muestra problema de cloruro (a partir de NaCl)
2. AgNO₃ p.a
3. NaCl p.a
4. K₂CrO₄ p.a

PARTE EXPERIMENTAL

a) DETERMINACIÓN DE CLORURO EN MUESTRA

1. Tomar alícuota de la muestra de 10 mL con pipeta aforada y colocarla en un matraz Erlenmeyer de 250 mL.
2. Añadir 1 mL de la solución K₂CrO₄ 1% m/v.
3. Agregue aproximadamente 30 mL de agua destilada y agitar
4. Titular con la solución de AgNO₃ hasta la obtención de un precipitado rojo.
5. Anotar volumen de AgNO₃ gastado.
6. Expresar resultados como %NaCl.

II. MÉTODO VOLHARD (TITULACIÓN INDIRECTA O POR RETROCESO). Los iones cloruros se hacen reaccionar con un exceso de AgNO₃ estandarizado. Luego se titula el AgNO₃ que quedo sin reaccionar con KSCN estandarizado. Empleando Fe³⁺ como indicador, el cual reacciona con SCN⁻_(ac) formando un (complejo de color rojo sangre.



MATERIALES

1. Pipeta volumétrica 10 mL.
2. Pipeta volumétrica 5 mL.
3. Probeta 100 mL
4. Matraz Erlenmeyer 250 mL
5. Matraz aforado de 1L
6. Bureta
7. Piseta con agua destilada.
8. Bagueta.
9. Balanza analítica.
10. Propipetas

REACTIVOS

1. Muestra problema de cloruro (a partir de NaCl)
2. AgNO₃ 0,1000 mol/L estandarizada
3. Nitrato de Hierro (III) p.a al 60% m/v
4. KSCN p.a
5. HNO₃ 70% (d= 1,413 g/L)

b) DETERMINACIÓN DE CLORURO EN MUESTRA

1. Tomar alícuota de la muestra de 10 mL con pipeta aforada y colocarla en un matraz Erlenmeyer de 250 mL.
2. Añadir 20 mL de AgNO_3 0,1000mol/L estandarizada (incluye exceso) y agitar para coagular el precipitado.
3. 1 mL del indicador de Fe^{3+} .
4. Titular el exceso de la solución de AgNO_3 con KSCN hasta la obtención de un color pardo rojiza de la solución.
5. Anotar volumen de KSCN gastado.
6. Expresar resultados como %NaCl.

ANEXO PREPARACIÓN DE SOLUCIONES

Preparación AgNO_3 0,1000mol/L: Se masan 16,99 g de la sal, se disuelve en agua caliente y afora a 1 L. Utilizar frasco color ambar para protegerlo de la luz.

Preparación Indicador K_2CrO_4 1%: se masa 1,000 g de la sal, se disuelve en agua destilada y se agregan en un matraz aforado de 100 mL.

Preparación KSCN 0,1000mol/L: Se masan 9,718 g de la sal, se disuelve en agua destilada para luego completar hasta el aforo en un matraz aforado de 1 L.

Preparación HNO_3 6,0mol/L: Se toman 37,4 mL de HNO_3 70% ($d= 1,413$ g/L), se llevan a un matraz aforado de 100 mL, el que contiene aprox. 50 mL de agua destilada, luego se afora con agua destilada

Preparación $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ p.a. al 60%m/v:** Se masan 60 g, se disuelven con agua destilada en un vaso de precipitado, se transfieren a un matraz aforado de 100 mL y luego se afora a 100 mL.**

PROCEDIMIENTO ESTANDARIZACIÓN DE AgNO_3

1. Masar entre 100 y 120 mg de NaCl p.a y transferir a un matraz Erlenmeyer de 250mL, agregar aprox. 30mL de agua destilada y disolver completamente.
2. Añadir 1 mL de la solución K_2CrO_4 1% m/v.
3. Titular con la solución de AgNO_3 hasta la obtención de un precipitado rojo.
4. Anotar volumen de AgNO_3 gastado.

PROCEDIMIENTO ESTANDARIZACIÓN KSCN 0,1000 mol/L

1. Tomar alícuota de 25 mL de la solución de AgNO_3 0,1000mol/L estandarizada y verter en un matraz Erlenmeyer de 250 mL.
2. Añadir 5 mL de HNO_3 6mol/L y 1 mL del indicador de Fe^{3+} .
3. Titular con KSCN agitando fuertemente hasta aparición de color pardo rojizo en la solución (color debe mantenerse al agitar)
4. Anotar volumen gastado.

**VOLUMETRIA POR COMPLEJOMETRÍA:
“DETERMINACIÓN DE Ca^{2+} y Mg^{2+} CON EDTA”**

INTRODUCCIÓN

Los métodos volumétricos basados en las reacciones de complejación se llaman métodos complejométricos. La más utilizada es la complejometría con compuestos llamados quelatos que son complejos cíclicos de un metal y un ligando o quelante.

La reacción volumétrica para la formación del complejo, debe reunir los requisitos inherentes a cualquier tipo de volumetrías:

- Reacción rápida (no siempre posible)
- Estequiométrica
- Cuantitativa
- Detección del Punto Equivalente

Los compuestos complejos o de coordinación se forman por la reacción de un ion metálico, catión, con un anión o una molécula neutra. Al ion metálico del complejo se le llama átomo central, y al grupo unido al átomo central se le conoce como ligando. El número de enlaces que puede formar el átomo metálico central es el número de coordinación del metal.

Así, la aplicación fundamental de esta técnica está dirigida a la cuantificación de elementos metálicos por medición volumétrica del complejo soluble formado.

Una solución que contiene solamente iones Ca^{2+} y Mg^{2+} y sustancias inertes, desde el punto de vista de formación de complejos con EDTA, se lleva a un pH 12 mediante NaOH concentrado. En estas condiciones el Mg^{2+} se encuentra como $\text{Mg}(\text{OH})_2(\text{s})$ (no complejará) y se puede titular el iones Ca^{2+} de la solución, utilizando murexida como indicador. En otra muestra se titulan ambos iones Ca^{2+} y Mg^{2+} simultáneamente en medio tamponado a pH 10, utilizando negro de eriocromo como indicador. La relación entre las dos titulaciones permite determinar el número de moles de ambas especies.

EDTA no requiere estandarización (es un patrón primario) ya que las reacciones con Ca^{2+} y Mg^{2+} son estequiométricas.

Guía de Laboratorio Química Analítica e Inorgánica

MATERIALES

1. Pipeta volumétrica 10 mL.
2. Probeta 100 mL
3. Matraz Erlenmeyer 250 mL
4. Matraz aforado de 1L
5. Bureta
6. Piseta con agua destilada.
7. Placa calefactora.
8. Bagueta.

9. Balanza analítica.

10. Propipetas

REACTIVOS

1. EDTA x 2 H₂O
2. NaOH p.a
3. Murexida
4. Negro de eriocromo (NET)
5. Tampón pH 10

PARTE EXPERIMENTAL

PROCEDIMIENTO DETERMINACION DE Ca²⁺

1. Tomar una alícuota de 10 mL y transferir a un matraz Erlenmeyer de 250 mL.
2. Agregar 3-4 gotas de NaOH 50% hasta obtener pH 12 y agitar suavemente.
3. Completar con agua destilada hasta aproximadamente 100 mL.
4. Agregar una punta de espátula de indicador murexida (solución se torna color rosado)
5. Titular con EDTA 0,020 hasta que el color de la solución cambie a violeta.
6. Repetir titulación hasta que la diferencia entre dos titulaciones consecutivas tenga una variación de $\pm 0,2$ mL.
7. Registrar volumen y calcular el contenido de Ca²⁺ de la muestra.

PROCEDIMIENTO DETERMINACION DE Ca²⁺ y Mg²⁺

1. Tomar una alícuota de 10 mL y transferir a un matraz Erlenmeyer de 250 mL.
2. Agregar 10 mL de tampón pH 10 y agitar suavemente.
3. Completar con agua destilada hasta aproximadamente 100 mL.
4. Agregar una punta de espátula de indicador NET.
5. Titular con EDTA 0,020 hasta que el color de la solución cambie a color azul sin tinte rosado.
6. Repetir titulación hasta que la diferencia entre dos titulaciones consecutivas tenga una variación de $\pm 0,2$ mL.
7. Registrar volumen y calcular el contenido de Mg²⁺ de la muestra.
8. El volumen de EDTA correspondiente al Mg²⁺ es la diferencia entre el volumen gastado al titular Ca²⁺ y el gastado al titular la suma de ambos.

PREPARACION REACTIVOS (se encuentran preparados en el mesón central)

Preparación EDTA 0,0200 mol/L: Se pesan 7,40 g de la sal, se disuelve en agua hervida y fría y afora a 1 L. Utilizar frasco color ámbar para protegerlo de la luz.

Preparación indicador de NaOH 50%*m/v*: Se masa 50g, se disuelve en agua destilada en un vaso de precipitado y se agregan en un matraz aforado de 100 mL.

Preparación tampón pH 10: Masar 6,56 g de NH_4Cl y disolverlos en 57 mL de amoníaco concentrado bajo campana, luego transferir a un matraz aforado de 100 mL y aforar con agua destilada.

Preparación indicador de murexida: Masar aproximadamente y con precisión 0,1 g de indicador murexida y agregar 25 g de Cloruro de sodio, triturar en el mortero hasta formar una mezcla homogénea. Esta mezcla almacenada en un frasco color ámbar se conserva en buenas condiciones para su uso durante un año.

Preparación indicador NET: Masar aproximadamente y con precisión 0,100 g de indicador negro de eriocromo T y agregar 25 g de cloruro de sodio, triturar en el mortero hasta formar una mezcla homogénea. Esta mezcla almacenada en un frasco color ámbar se conserva en buenas condiciones para su uso durante un año.

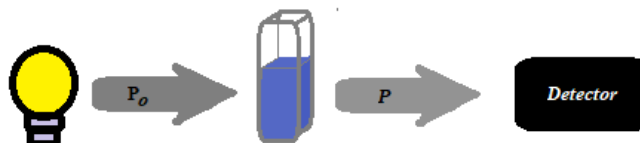
PRÁCTICO 5

“DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE COBRE POR ESPECTROFOTOMETRÍA UV-Vis y ABSORCIÓN ATÓMICA”

INTRODUCCIÓN

El cobre es un metal de color pardo rojizo, blando y dúctil, sus elevadas conductividades térmicas y eléctricas son sólo inferiores a las de la plata, por ello su alto interés industrial. Tiene una configuración electrónica $[\text{Ar}] 4s^1 3d^{10}$. En general, la formación de iones complejos en solución implica una serie de equilibrios en los cuales se encuentran involucrados el catión metálico y los ligandos. El ion Cu^{2+} es el más estable de este metal, que en soluciones acuosas forma el complejo $[\text{Cu}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$, claro que algunos autores lo denotan como $[\text{Cu}(\text{H}_2\text{O})_4]^{2+}$, esto se debe a que dos ligandos H_2O están orientados en el espacio de tal forma que su distancia es un poco mayor a los demás otorgándoles una interacción más débil. La formación del complejo amoniacal de cobre se puede experimentar fácilmente, ya que los complejos de Cu^{2+} son lábiles, es decir, experimentan reacciones rápidas de intercambio de ligandos, además de la gran afinidad que presenta el amoníaco para formar complejos con cationes metálicos en disolución. Los métodos espectroscópicos de análisis están basados en la medida de la radiación electromagnética que es absorbida o emitida por una sustancia. Si se considera que se dispone de una fuente de radiación que hace llegar a la muestra un haz de radiación, de longitud de onda previamente seleccionada, cuya potencia es P_0 , la muestra de espesor b absorbe una parte de esa radiación incidente, de forma que la potencia del haz disminuye después de atravesar la muestra siendo su nueva potencia P .

El cociente entre la potencia de la radiación que sale de la muestra y la de la que incidió sobre ella, se define como transmitancia:



$T = \frac{P}{P_0}$ La transmitancia se puede expresar en tanto por ciento, multiplicando el cociente anterior por 100. $\%T = \frac{P}{P_0} * 100$

Es más frecuente utilizar el concepto de absorbancia: $A = \log \frac{P_0}{P} = -\log \frac{P}{P_0} = -\log T$, u otra manera de expresar más común: $A = 2 - \log \%T$, es decir, $\%T = 10^{2-A}$

La absorbancia es directamente proporcional a la longitud b de la trayectoria a través de la solución y a la concentración c de la especie absorbente. Estas relaciones están expresadas por medio de la ecuación de Beer se conoce como Ley de Lambert-Beer, $A = a b c$, donde a es una constante denominada absorptividad. Su magnitud depende de cómo se expresen las otras unidades, así si b se expresan en cm y si c se expresa en g/L, entonces la absorptividad tiene unidades de $\text{L g}^{-1} \text{cm}^{-1}$.

Cuando la concentración, c , se expresa en mol/L y la longitud de la cubeta, b , en cm la función a toma el nombre de *absortividad molar*, ϵ , con las unidades $\text{L mol}^{-1} \text{cm}^{-1}$, y la ecuación de Lambert-Beer se expresa como $A = \epsilon b c$.

Guía de Laboratorio Química Analítica e Inorgánica

La espectrofotometría, especialmente en la región visible, se utiliza a menudo como método de análisis. Muchas sustancias pueden convertirse en derivados coloreados y, por lo tanto, pueden ser analizados en la región visible del espectro electromagnético.

Este análisis cuantitativo requiere de la medición de la absorbancia a una única longitud de onda de trabajo que presente un α o ϵ lo más alto posible y por ello que se debe realizar es un **espectrograma**, decir, se hace un barrido 350-700nm con una única concentración, con este dato se puede hacer la curva de calibración.

	EAA	EEA
<i>Definición</i>	Absorción de REM por los átomos	Emisión de REM de los átomos
<i>Principio</i>	Ocurre cuando los átomos absorben algunas REM	Ocurre cuando los átomos emiten algunas REM
<i>Fuente de radiación</i>	Requiere de una fuente que emita radiación	Ocurre en ausencia de una fuente de radiación
<i>Excitación del electrón</i>	Los electrones son excitados a un alto nivel de energía	Los electrones se mueven desde el estado basal hacia bajos niveles de energía
<i>Selectividad</i>	Alta (depende de la lámpara)	Mayores interferencias

Ley de Beer, Curva de calibración.

Para comprobar si la sustancia bajo estudio obedece la Ley de Lambert-Beer se grafica la Absorbancia vs Concentración para una serie de soluciones con diferentes concentraciones conocidas o estándar. El ancho de cubeta (1 cm) y la longitud de onda se mantiene constante. El rango de datos que permite un menor error considera transmitancias entre los 20 y 70%. Se consideran relaciones lineales entre absorbancia y concentración que respondan a la relación $A=mC+b$ (A =absorbancia, m =pendiente o sensibilidad de la calibración; C =concentración; b = coeficiente de posición), las cuales también deben responder a la Ley de Lambert-Beer $A = \epsilon b c$.

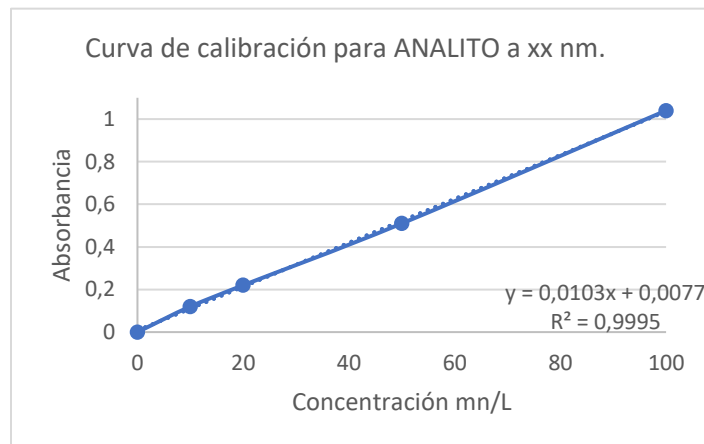
Ejemplo: Los siguientes datos consideran las absorbancias para cuatro concentraciones de un analito más su muestra problema, considerando un 90% de nivel de confianza.

<i>mmol/L</i>	A_1	A_2	A_3	\bar{A}
0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
10,0	0,10	0,08	0,18	0,12
20,0	0,14	0,20	0,32	0,22
50,0	0,68	0,30	0,55	0,51
100,0	1,15	0,87	1,10	1,04
MP	0,036	0,44	0,40	0,40

Guía de Laboratorio Química Analítica e Inorgánica

Asegurándose que sea posible considerar a los datos medidos mediante el Test Q, se puede construir la curva de calibración y hacer los cálculos que permiten calcular los parámetros de la ecuación de la recta (asegurándose que r^2 sea superior a 0,98) y así determinar la concentración de la MP. $A=0,0103C+0,0077$, para una $A=0,40$ la concentración es de: $C = \frac{A-0,0077}{0,0103} = 38,1\text{mn/L}$.

*Calcule ϵ considerando una $MM=50\text{g/n}$ y una cubeta de 1,00cm



OBJETIVOS

Uso del espectrofotómetro y realizar mediciones de absorbancia a diferentes concentraciones de un soluto, evaluar los datos obtenidos para realizar una curva de calibración, determinar los parámetros de la curva de calibración y de la Ley de Lambert-Beer y determinar la concentración de una muestra problema.

EQUIPOS Y MATERIALES

1. Espectrofotómetro UV Vis.
2. Espectrómetro de absorción atómica.
3. Cubetas plástico de 1 cm paso óptico.
4. 4 Matraces aforados de 25.00 mL.
5. Bureta de 25.00 mL.
6. 2 Pipetas aforadas de 10 mL.
7. Propipetas.
8. 2 Vaso de precipitado de 100 mL.
9. Piseta con agua destilada (EEA)
10. Piseta con agua nanopure (EAA)
11. Papel tissue.
12. Micropipeta de 100-1000mL

La solución del complejo de cobre amoniacal se preparará disolviendo, en un matraz aforado de 100mL, 10,00mL una solución de CuSO_4 5,000g/L con un exceso de NH_3 2,5n/L.

PARTE EXPERIMENTAL

Experimento N° 1 Espectrograma del complejo tetraamino cobre (II).

En el mesón central encontrará una bureta con una solución patrón de $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+}$ 0,500g/L, de esta solución tome en una cubeta 1,5mL de la solución patrón y dilúyala a la mitad con agua destilada. En otra cubeta deposite 3,0mL de agua destilada y realice un espectrograma de esta solución blanco, la absorbancia en el rango debería ser cero. Luego de ello repita el espectrograma con la solución patrón, y de ella registre la longitud de onda de trabajo _____nm. Observe el espectrograma de una solución de Cu^{2+} de similar concentración.

Experimento N° 2 Curva de calibración del complejo tetraamino cobre (II) 0,500g/L.

Con sus compañeros de trabajo realicen una curva de calibración que considere 4 concentraciones (además del cero), cada integrante presencial del grupo preparará 2 concentraciones. Complete la tabla siguiente con los datos de las soluciones preparadas, considerando un nivel de confianza del 95%. Todas las soluciones se medirán por triplicado. Los cálculos son realizados por los integrantes online.

Tabla: Curva de calibración de $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+}$ para la determinación de la concentración de Cu^{2+} .

Concentr g/L	Vol $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+}$	Vol solv	A ₁	A ₂	A ₃	A _{prom}
0,000						
0,010						
0,030						
0,100						
0,250						
MP _{original}						
MP _{diluida}						

*Recuerde que su muestra problema de Cu^{2+} debe complejarla con la solución de NH_3 .

Realicen un ejemplo de cálculo de Test de rechazo

Calcule la absorbancia promedio con su desviación estándar

Realice la gráfica de la curva de calibración, determine la ecuación de la recta.

Calcule la concentración de la MP_{original}.

Comparen su curva de calibración con las obtenidas por los otros grupos.

Experimento Nº 3 Curva de calibración para cobre (II) por EAA

Se dispone en el laboratorio de las siguientes soluciones:

- Solución de CuSO₄ 0.079 mol/L = 5.000 g/L Cu²⁺ (solución madre).
- Solución de HNO₃ 1,00% m/v.

Para la cuantificación de Cu²⁺ el equipo EAA dispone de una lámpara de cátodo hueco que funciona a una longitud de onda establecida. La cuantificación se realiza por un ensayo a la llama, para lo cual requiere de la combustión de una mezcla conocida de gases (ver tabla anexa), la cual debe ser ajustada previo al ensayo.

Realizar una curva de calibración a partir de la solución madre en matraces de **25mL** en un rango de 10 a 100ppm. Cada solución debe incluir un 0,1% de HNO₃(ac). Como existe una relación directamente proporcional entre la absorbancia y la concentración, las diluciones se hacen empleando:

$$C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2$$

Tabla: Curva de calibración de para Cu²⁺ por EAA.

<i>Solución</i>	Volumen (mL)			Conc. (ppm)	Absorbancia
	Cu²⁺	HNO₃	H₂O	Cu²⁺	
<i>Blanco</i>	0			0	
<i>1</i>					
<i>2</i>					
<i>3</i>					
<i>4</i>					
<i>5</i>					
<i>MP</i>					

- Mida la A (%T) para cada una de las soluciones preparadas anteriormente.
- Registrar los datos de A vs C en una tabla confeccionada en su cuaderno.
- Preparar muestra problema en manera similar a las soluciones estándares.
- Medir la A de la muestra problema en forma inmediata, un mínimo de tres repeticiones e interpolar su concentración (describa como realizó la dilución).
- Graficar y calcular la ecuación de la recta por ajuste de mínimos cuadrados.
- Determinar el coeficiente de correlación.
- Calcular la concentración de la muestra recibida.

Anexo: Espectroscopía de Absorción atómica

El equipo de absorción atómica requiere, para su óptimo funcionamiento, de una corriente de alimentación eléctrica estable, un flujo continuo y constante del o los gases que permitirán generar la llama y a partir de esta medir la radiación, además de una alta pureza de estos gases. A continuación, se muestran los requerimientos de presión para distintos gases.

Tipo de gas	Presión requerida
Aire	2.2 bar / 32PSI
Acetileno	0.62 bar / 9PSI
Argón	4.8 bar / 70PSI
Óxido Nitroso	2.4 bar / 35PSI
Propano	0.5 bar / 7PSI
Gas Natural	0.5 bar / 7PSI

Este ensayo a la llama presenta una serie de ventajas y desventajas, algunas de las cuales pueden ser mejoradas incorporando otros dispositivos al equipo.

Ventajas	Desventajas
Buena precisión, normalmente inferior al 1% de RSD	Límite de detección alto, solo ppm
Buen rango de trabajo de aprox. 10^3 unidades	Muchas interferencias químicas y de la matriz
Buena sensibilidad	Ionizaciones pueden ocurrir con frecuencia
Prácticamente sin interferencia espectral	Alto volumen de muestra: 0,5 mL muestra
Rendimiento de la muestra de aprox. 10 segundos/muestra	Bajo contenido de sólidos disueltos, solo alrededor del 3% aceptable
Simple de usar	Difícil de automatizar por completo para uso desatendido
Desarrollo de métodos simples	Requiere gases combustibles
Posibilidad de optimizar sencilla	
Bajo costo inicial	
Bajos costos de operación	

Guía de Laboratorio Química Analítica e Inorgánica

La fuente de radiación utilizada en un AAS es una lámpara de cátodo hueco (HCL). La HCL tiene un cátodo que se compone del elemento a analizar y está rodeado por un escudo. También hay un ánodo y tanto el ánodo como el cátodo están sellados en un cilindro de vidrio que se llena con el gas portador de argón o neón. En el extremo del cilindro de vidrio hay una ventana de vidrio cuarzo que se utiliza para una transmisión óptima de la radiación emitida.



El cátodo normalmente se compone de un elemento puro para una lámpara de un solo elemento y hay hasta 60 versiones individuales disponibles según el fabricante de la lámpara. También es posible utilizar una lámpara multielemento que se construye utilizando un cátodo formado por una mezcla o aleación de varios metales. La lámpara multielemento se puede utilizar para analizar todos los metales de la combinación de metales, pero pueden tener un rendimiento inferior y una vida útil más corta que la de un solo elemento. Aunque hay muchas combinaciones de elementos disponibles, no todos los elementos se pueden mezclar debido a las limitaciones metalúrgicas.

ÉXITO EN TODAS TUS ACTIVIDADES