

# **Notas de química analítica con prácticas de laboratorio**



**Cita este libro:**

Ríos-Acevedo JJ y Castro-Narváez SP. Notas de química analítica con prácticas de laboratorio. Cali, Colombia: Editorial Universidad Santiago de Cali; 2021

**Palabras clave / Keywords:**

Productos químicos, material de laboratorio, química verde, tratamiento de estadístico de datos, equilibrio químico, gravimetría. Titulaciones, quimiometría, material volumétrico, preparación de soluciones.

Chemical products, laboratory equipment, green chemistry, statistical data processing, chemical equilibrium, gravimetry, titrations, chemometrics, volumetric equipment, solution preparation.

**Contenido relacionado:**

<https://investigaciones.usc.edu.co/>

# Notas de química analítica con prácticas de laboratorio

Dr. Jhon Jairo Ríos Acevedo  
MSc. Sandra Patricia Castro Narvárez

Autores



EDITORIAL

Ríos Acevedo, Jhon Jairo

Notas de química analítica con prácticas de laboratorio / Jhon Jairo Ríos Acevedo, Sandra Patricia Castro Narváez.  
-- Santiago de Cali: Universidad Santiago de Cali, Sello Editorial, 2021.

220 páginas: ilustraciones; 24 cm. Incluye referencias bibliográficas.

ISBN: 978-628-7501-10-2

ISBN (Libro digital): 978-628-7501-11-9

1. Material laboratorio 2. Química verde 3. Equilibrio químico 4. Gravimetría 5. Tratamiento estadístico de datos.  
I. Jhon Jairo Ríos Acevedo II. Sandra Patricia Castro Narváez. Universidad Santiago de Cali.

SCDD 540 ed. 23

CO-CaUSC

JRGB/2021



Notas de química analítica con prácticas de laboratorio

© Universidad Santiago de Cali

© **Autores:** Jhon Jairo Ríos Acevedo, Sandra Patricia Castro Narváez

1a. Edición 100 ejemplares

Cali, Colombia-2021

**Fondo Editorial**  
**University Press Team**

Carlos Andrés Pérez Galindo  
Rector  
Claudia Liliana Zúñiga Cañón  
Directora General de Investigaciones  
Edward Javier Ordóñez  
Editor en Jefe

**Comité Editorial**  
**Editorial Board**

Claudia Liliana Zúñiga Cañón  
Doris Lilia Andrade Agudelo  
Edward Javier Ordóñez  
Alba Rocío Corrales Ducuara  
Santiago Vega Guerrero  
Milton Orlando Sarria Paja  
Mónica Carrillo Salazar  
Sandro Javier Buitrago Parias  
Claudia Fernanda Giraldo Jiménez

**Proceso de arbitraje doble ciego:**  
“Double blind” peer-review.

**Recepción/Submission:**  
Diciembre (December) de 2020.

**Evaluación de contenidos/  
Peer-review outcome:**  
Febrero (February) de 2021.

**Aprobación/Acceptance:**  
Marzo (Marzo) de 2021.



La editorial de la Universidad Santiago de Cali se adhiere a la filosofía de acceso abierto. Este libro está licenciado bajo los términos de la Atribución 4.0 de Creative Commons (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>), que permite el uso, el intercambio, adaptación, distribución y reproducción en cualquier medio o formato, siempre y cuando se dé crédito al autor o autores originales y a la fuente <https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>

# CONTENIDO

PREFACIO .....	15
----------------	----

## **CAPÍTULO I ..... 17**

1. Introducción .....	17
1.1 Clasificación de los reactivos basada en la pureza .....	18
1.2 Etiquetado de los reactivos .....	19
1.3 Frases R y S .....	20
1.4 Identificación y clasificación de productos químicos según la norma NFPA 704 .....	21
1.5 Sistema globalmente armonizado de clasificación y etiquetado de productos químicos .....	22
1.6 Material de laboratorio .....	22
1.7 Acondicionamiento del material de laboratorio .....	23
1.8 Operaciones que se pueden realizar con el material de laboratorio .....	25
1.9 Preparación de soluciones .....	26
Referencias .....	29

## **CAPÍTULO II ..... 31**

2. Química verde .....	31
2.1 Generalidades .....	31
2.2 Principios de la química verde .....	32
2.3 Estrategia para la determinación de la verdosidad en un procedimiento .....	35
2.4 Ejemplo de evaluación de la “verdosidad” de una práctica de laboratorio ...	37
Referencias .....	42

## **CAPÍTULO III ..... 45**

3. Tratamiento estadístico de datos .....	45
3.1 Media .....	45
3.2 Precisión y exactitud .....	46
3.3 Incertidumbre absoluta y relativa .....	46
3.4 Desviación estándar .....	47
3.5 Intervalos de confianza .....	48

3.6	<i>Pruebas de significancia</i> .....	49
3.7	<i>Prácticas de laboratorio con tratamiento estadístico de datos</i> .....	56
	<i>Referencias</i> .....	67

## **CAPÍTULO IV ..... 69**

4.	Equilibrio químico .....	69
4.1	<i>Constante de equilibrio</i> .....	69
4.2	<i>La constante de equilibrio en función de la presión</i> .....	72
4.3	<i>Factores que afectan el equilibrio químico</i> .....	72
4.4	<i>Tipos de equilibrio</i> .....	74
4.5	<i>Prácticas de laboratorio en equilibrio químico</i> .....	74
	<i>Referencias</i> .....	83

## **CAPÍTULO V ..... 85**

5.	Gravimetría .....	85
5.1	<i>Introducción</i> .....	85
5.2	<i>Gravimetría húmeda</i> .....	86
5.3	<i>Gravimetría seca o de volatilización</i> .....	93
5.4	<i>Estrategias y cálculos gravimétricos</i> .....	93
5.5	<i>Prácticas de laboratorio en gravimetría</i> .....	98
	<i>Referencias</i> .....	111

## **CAPÍTULO VI ..... 113**

6.	Titulaciones .....	113
6.1	<i>Introducción</i> .....	113
6.2	<i>Titulaciones directas</i> .....	122
6.3	<i>Titulaciones indirectas</i> .....	123
6.4	<i>Prácticas de laboratorio con valoraciones</i> .....	125
	<i>Referencias</i> .....	180

## **CAPÍTULO VII ..... 183**

7.	Apéndices .....	183
7.1	<i>Análisis estadístico de datos: comparación de métodos para determinar masa en sobres de alimentos</i> .....	183
7.2	<i>Análisis estadístico de datos: calibración de material volumétrico</i> .....	185

7.3	<i>Quimiometría: calibración de material volumétrico</i> .....	186
7.4	<i>Determinación de la constante de solubilidad de yodato de calcio</i> .....	190
7.5	<i>Equilibrio químico: principio de le châtelier</i> .....	191
7.6	<i>Determinación de humedad y cenizas</i> .....	192
7.7	<i>Determinación gravimétrica de níquel en una aleación</i> .....	193
7.8	<i>Determinación gravimétrica de calcio</i> .....	194
7.9	<i>Titulaciones de precipitación: determinación de cloruros</i> .....	195
7.10	<i>Estandarización de soluciones ácido base</i> .....	196
7.11	<i>Medidas de la acidez en productos alimenticios</i> .....	197
7.12	<i>Titulaciones ácido base para determinar carbonatos y fosfatos</i> .....	198
7.13	<i>Aplicaciones titulaciones ácido base: determinación de nitrógeno por microkjeldahl</i> .....	199
7.14	<i>Preparación de soluciones reguladoras</i> .....	200
7.15	<i>Titulaciones complexométricas: estandarización de edta</i> .....	201
7.16	<i>Aplicaciones de las titulaciones complexométricas: determinación de aluminio y magnesio en tabletas antiácido</i> .....	202
7.17	<i>Aplicaciones de las titulaciones complexométricas: determinación de dureza cálcica y magnésica en agua</i> .....	203
7.18	<i>Prácticas de titulaciones óxido-reducción: oxidabilidad de una muestra</i> ...	204
7.19	<i>Prácticas de titulaciones óxido-reducción: yodimetría y yodometría</i> .....	205
7.20	<i>Material suplementario</i> .....	206

ACERCA DE LOS AUTORES .....	221
-----------------------------	-----

# LISTA DE TABLAS

<b>Tabla 2. 1.</b> Rúbrica de evaluación de la verbosidad de un procedimiento por código de color y escala numérica tipo Likert .....	36
<b>Tabla 2. 2.</b> Diagrama de evaluación de “verdosidad” en la síntesis de catalizador $K_2Ti_6O_{13}$ sin dopaje .....	38
<b>Tabla 2. 3.</b> Diagrama de evaluación de “verdosidad” de la síntesis de catalizador $K_2Ti_6O_{13}$ con 1% de Au .....	39
<b>Tabla 2. 4.</b> Diagrama de evaluación de “verdosidad” de oxidación catalítica de benzaldehído para producir metil benzoato .....	40
<b>Tabla 3.1.</b> Competencias esperadas en comparación estadística de métodos .....	56
<b>Tabla 3.2.</b> Materiales y equipos, práctica comparación estadística de métodos .....	57
<b>Tabla 3.3.</b> Reactivos y soluciones, práctica comparación estadística de métodos ..	57
<b>Tabla 3.4.</b> Competencias esperadas en calibración de material volumétrico .....	58
<b>Tabla 3. 5.</b> Materiales y equipos, práctica calibración de material volumétrico .....	59
<b>Tabla 3. 6.</b> Reactivos y soluciones, práctica calibración de material volumétrico ..	59
<b>Tabla 3. 7.</b> Competencias esperadas, estudio quimiométrico en calibración material de vidrio .....	61
<b>Tabla 3. 8.</b> Materiales y equipos: práctica estudio quimiométrico en calibración material de vidrio .....	62
<b>Tabla 3. 9.</b> Reactivos y soluciones, práctica quimiometría calibración material de vidrio .....	62
<b>Tabla 4. 1.</b> Tipos de equilibrios químicos .....	74
<b>Tabla 4. 2.</b> Competencias esperadas en la determinación de $K_{ps}$ .....	76
<b>Tabla 4. 3.</b> Materiales y equipos, práctica determinación de $K_{ps}$ .....	76
<b>Tabla 4. 4.</b> Reactivos y soluciones, práctica determinación de $K_{ps}$ .....	77
<b>Tabla 4. 5.</b> Competencias esperadas en aplicaciones del Principio de Le Châtelier ..	80
<b>Tabla 4. 6.</b> Materiales y equipos, práctica Principio de Le Châtelier .....	81

<b>Tabla 4. 7.</b>	Reactivos y soluciones, práctica Principio de Le Châtelier .....	81
<b>Tabla 5. 1.</b>	Aplicaciones gravimétricas con agentes precipitantes inorgánicos .....	88
<b>Tabla 5. 2.</b>	Aplicaciones gravimétricas con agentes precipitantes orgánicos .....	90
<b>Tabla 5. 3.</b>	Reactivos más utilizados en las precipitaciones homogéneas .....	92
<b>Tabla 5. 4.</b>	Competencias esperadas en determinaciones gravimétricas secas ....	100
<b>Tabla 5. 5.</b>	Materiales y equipos, práctica determinación de humedad y cenizas ..	101
<b>Tabla 5. 6.</b>	Reactivos y soluciones, práctica determinación de humedad y cenizas ..	101
<b>Tabla 5. 7.</b>	Competencias esperadas en determinación gravimétrica de níquel ..	104
<b>Tabla 5. 8.</b>	Materiales y equipos, práctica determinación gravimétrica de níquel .	105
<b>Tabla 5. 9.</b>	Reactivos y soluciones, práctica determinación gravimétrica de níquel .	105
<b>Tabla 5. 10.</b>	Competencias esperadas en gravimetría húmeda .....	108
<b>Tabla 5. 11.</b>	Materiales y equipos, gravimetría húmeda .....	109
<b>Tabla 5. 12.</b>	Reactivos y soluciones, gravimetría húmeda .....	109
<b>Tabla 6. 1.</b>	Algunos patrones primarios de alto uso .....	115
<b>Tabla 6. 2.</b>	Indicadores ácido-base .....	117
<b>Tabla 6. 3.</b>	Indicadores redox .....	118
<b>Tabla 6. 4.</b>	Indicadores metalocrómicos para titulación de complejación .....	121
<b>Tabla 6. 5.</b>	Competencias esperadas en titulaciones de precipitación .....	127
<b>Tabla 6.6.</b>	Materiales y equipos, titulaciones de precipitación .....	128
<b>Tabla 6. 7.</b>	Reactivos y soluciones, titulaciones de precipitación .....	128
<b>Tabla 6. 8.</b>	Constantes de acidez de algunas sustancias .....	132
<b>Tabla 6. 9.</b>	Constantes de basicidad .....	132
<b>Tabla 6.10.</b>	Competencias esperadas en la práctica en titulaciones ácido-base ...	134
<b>Tabla 6.11.</b>	Materiales y equipos, titulaciones ácido-base .....	135
<b>Tabla 6.12.</b>	Reactivos y soluciones, titulaciones ácido .....	136
<b>Tabla 6.13.</b>	Competencias esperadas en la práctica en titulaciones ácido-base ...	138

<b>Tabla 6.14.</b> Materiales y equipos, titulaciones ácido-base .....	139
<b>Tabla 6.15.</b> Reactivos y soluciones, titulaciones ácido-base .....	139
<b>Tabla 6.16.</b> Reactivos y soluciones, titulaciones ácido-base .....	140
<b>Tabla 6.17.</b> Relaciones de volúmenes para determinación de carbonatos .....	142
<b>Tabla 6.18.</b> Relaciones de volúmenes para determinación de fosfatos .....	142
<b>Tabla 6.19.</b> Competencias esperadas en la práctica determinación de carbonatos y fosfatos .....	143
<b>Tabla 6.20.</b> Materiales y equipos, práctica determinación de carbonatos y fosfatos .....	143
<b>Tabla 6.21.</b> Reactivos y soluciones, práctica determinación de carbonatos y fosfatos .....	144
<b>Tabla 6. 22.</b> Procesos y reacciones en análisis de nitrógeno por Microkjeldahl ...	146
<b>Tabla 6.23.</b> Competencias esperadas en la práctica determinación de nitrógeno por Microkjeldahl .....	146
<b>Tabla 6.24.</b> Materiales y equipos, determinación de nitrógeno por Microkjeldahl .....	147
<b>Tabla 6.25.</b> Reactivos y soluciones, determinación de nitrógeno por Microkjeldahl .....	148
<b>Tabla 6.26.</b> Competencias esperadas en la práctica soluciones amortiguadoras ..	152
<b>Tabla 6.27.</b> Materiales y equipos, práctica soluciones amortiguadoras .....	153
<b>Tabla 6.28.</b> Reactivos y soluciones, práctica soluciones amortiguadoras .....	153
<b>Tabla 6.29.</b> Valores de $\alpha_4$ como función de pH .....	156
<b>Tabla 6.30.</b> Constantes de formación Metal-EDTA a 25 °C .....	157
<b>Tabla 6.31.</b> Competencias esperadas en la práctica de titulaciones complexométricas .....	158
<b>Tabla 6.32.</b> Materiales y equipos, titulaciones complexométricas .....	158
<b>Tabla 6.33.</b> Reactivos y soluciones, titulaciones complexométricas .....	159
<b>Tabla 6.34.</b> Competencias esperadas en la práctica de titulaciones complexométricas .....	162
<b>Tabla 6.35.</b> Materiales y equipos, titulaciones complexométricas .....	162

<b>Tabla 6.36.</b> Reactivos y soluciones, titulaciones complexométricas .....	163
<b>Tabla 6.37.</b> Competencias esperadas en la práctica de titulaciones complexométricas .....	167
<b>Tabla 6.38.</b> Materiales y equipos, titulaciones complexométricas .....	167
<b>Tabla 6.39.</b> Reactivos y soluciones, titulaciones complexométricas .....	168
<b>Tabla 6.40.</b> Potencial de reducción de sistemas más comunes utilizados en titulaciones redox .....	171
<b>Tabla 6.41.</b> Competencias esperadas en la práctica oxidabilidad de una muestra	171
<b>Tabla 6.42.</b> Materiales y equipos, oxidabilidad de una muestra .....	172
<b>Tabla 6.43.</b> Reactivos y soluciones, oxidabilidad de una muestra .....	172
<b>Tabla 6.44.</b> Competencias esperadas en la práctica titulaciones yodométricas y yodimétricas .....	175
<b>Tabla 6.45.</b> Materiales y equipos, titulaciones yodométricas y yodimétricas .....	176
<b>Tabla 6.46.</b> Reactivos y soluciones, titulaciones yodométricas y yodimétricas .....	176
<b>Tabla 7. 1.</b> Datos práctica comparación métodos para determinar masa en sobres de alimentos .....	183
<b>Tabla 7. 2.</b> Datos calibración material volumétrico .....	185
<b>Tabla 7. 3.</b> Calibración pipeta aforada de 25 ml .....	186
<b>Tabla 7. 4.</b> Calibración pipeta graduada de 25 ml .....	187
<b>Tabla 7. 5.</b> Calibración matraz aforado de 100 ml .....	188
<b>Tabla 7. 6.</b> Calibración bureta de 50 ml .....	189
<b>Tabla 7. 7.</b> Datos práctica Determinación de la constante de solubilidad de yodato de calcio .....	190
<b>Tabla 7. 8.</b> Datos práctica equilibrio químico: Principio de Le Châtelier .....	191
<b>Tabla 7. 9.</b> Datos práctica: determinación de humedad .....	192
<b>Tabla 7. 10.</b> Datos práctica: determinación de ceniza .....	192
<b>Tabla 7. 11.</b> Datos práctica: determinación gravimétrica de níquel en una aleación ..	193
<b>Tabla 7. 12.</b> Datos práctica determinación gravimétrica de calcio con calentamiento en estufa (103 °C-105 °C) .....	194

<b>Tabla 7. 13.</b> Datos práctica determinación gravimétrica de calcio con calcinación (500 °C) .....	194
<b>Tabla 7. 14.</b> Datos práctica titulaciones de precipitación: determinación de cloruros .....	195
<b>Tabla 7. 15.</b> Datos práctica estandarización de soluciones ácido-base .....	196
<b>Tabla 7. 16.</b> Datos práctica: determinación de acidez de productos alimenticios ....	197
<b>Tabla 7. 17.</b> Datos práctica: determinación de carbonatos y fosfatos .....	198
<b>Tabla 7. 18.</b> Datos práctica: determinación de nitrógeno por por Microkjeldah .....	199
<b>Tabla 7. 19.</b> Datos práctica: preparación soluciones reguladoras .....	200
<b>Tabla 7. 20.</b> Datos práctica: determinación capacidad tamponante soluciones buffer .....	200
<b>Tabla 7. 21.</b> Datos práctica: comprobación de la capacidad tamponante .....	200
<b>Tabla 7. 22.</b> Datos práctica estandarización de EDTA .....	201
<b>Tabla 7. 23.</b> Datos práctica estandarización de EDTA .....	202
<b>Tabla 7. 24.</b> Datos práctica estandarización de EDTA .....	203
<b>Tabla 7. 25.</b> Datos práctica estandarización de EDTA .....	204
<b>Tabla 7. 26.</b> Datos práctica estandarización $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ y $\text{I}_2$ .....	205
<b>Tabla 7. 27.</b> Datos práctica determinación de hipoclorito .....	205
<b>Tabla 7. 28.</b> Datos práctica determinación de ácido acetil salicílico .....	205
<b>Tabla 7. 29.</b> Tabla t-Student unilateral (una cola) .....	206
<b>Tabla 7. 30.</b> Tabla t-Student bilateral (dos colas) .....	207
<b>Tabla 7. 31.</b> Valores críticos de F para un contraste de una cola ( $P=0.05$ ) .....	209
<b>Tabla 7. 32.</b> Valores críticos de F para un contraste a dos colas ( $P=0.05$ ) .....	210
<b>Tabla 7. 33.</b> Valores críticos para la prueba Q de Dixon para valores atípicos .....	211
<b>Tabla 7. 34.</b> Tabla de valores de probabilidad acumulada Z .....	212
<b>Tabla 7. 35.</b> Indicadores ácido-base .....	213
<b>Tabla 7. 36.</b> Constantes de acidez ( $K_a$ ) y basicidad ( $K_b$ ) a 25 °C .....	214
<b>Tabla 7. 37.</b> Constantes de equilibrio químico en fase gaseosa .....	215

<b>Tabla 7. 38.</b> Constantes de formación de iones complejos .....	216
<b>Tabla 7. 39.</b> Constantes de producto de solubilidad a 25 °C .....	217
<b>Tabla 7. 40.</b> Potenciales de reducción .....	218
<b>Tabla 7. 41.</b> Tabla periódica de los elementos.....	219

# LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1. 1.</b> Métodos cualitativos de análisis químico .....	17
<b>Figura 1. 2.</b> Métodos de análisis cuantitativos en química analítica .....	18
<b>Figura 1. 3.</b> Etiquetado para reactivos sólidos .....	19
<b>Figura 1. 4.</b> Etiquetado para reactivo líquido .....	20
<b>Figura 1. 5.</b> Rombo de seguridad de la norma NFPA 704] .....	21
<b>Figura 1. 6.</b> Pictogramas Sistema Globalmente Armonizado .....	22
<b>Figura 1. 7.</b> Principales unidades de concentración utilizadas en el laboratorio ....	27
<b>Figura 2. 1.</b> Principios de la química verde .....	34
<b>Figura 3. 1.</b> Precisión y exactitud .....	46
<b>Figura 3.2</b> Rotulación material volumétrica (pipeta aforada) .....	63
<b>Figura 5. 1.</b> Diagrama procedimental de una gravimetría .....	85
<b>Figura 5. 2.</b> Esquema de las coprecipitaciones .....	92
<b>Figura 5. 3.</b> Termogramas de algunas especies químicas .....	94
<b>Figura 5. 4.</b> Reacción formación del complejo níquel (dimetilglioxima) <sub>2</sub> .....	104
<b>Figura 6. 1.</b> Montaje básico para la realización de una volumetría .....	113
<b>Figura 6. 2.</b> Estructura esquemática de la adsorción de yodo en almidón .....	120
<b>Figura 6. 3.</b> Esquema de la adsorción de indicador en titulaciones de Fajans ..	126
<b>Figura 6.4.</b> pH y concentraciones de [H <sup>+</sup> ] de algunas sustancias comunes a 25 °C s ..	134
<b>Figura 6.5.</b> Quelato metal- EDTA .....	157

# PREFACIO

El propósito de este libro es la publicación de las prácticas de laboratorio en química analítica por métodos clásico. El documento ofrece un texto de consulta con notas sobre temas generales de estadística, equilibrio químico, gravimetría y titulaciones, que será de gran aplicación no solo para estudiantes de Química, sino también, para estudiantes de áreas afines como Microbiología, Química Farmacéutica, Bioquímica, entre otros.

Este texto entrega, a estudiantes y profesores, material teórico y práctico para el estudio y análisis de la química analítica clásica. Además, fomenta la adquisición de competencias propias de los conceptos, habilidad del trabajo colaborativo, capacidad para resolver problemas y pensamiento crítico, desde métodos relacionados con las ciencias experimentales. De igual manera, estimula la aplicación de buenas prácticas de laboratorio, tales como: normas de seguridad, el acertado uso de sustancias e instrumentos y disposición o tratamiento de residuos generados.

En este mismo sentido, se contribuye al apoyo educativo de las instituciones que utilizan la apropiación de conceptos mediante la práctica. Por tanto, se propendió por una escritura con un enfoque sencillo, mediante ilustraciones; la elaboración de ejercicios pretende que los estudiantes, además de la realización de las prácticas, comprendan de antemano, con claridad, el concepto en que se enmarcan y generen en ellos nuevas expectativas durante el análisis. Nuestro fin es alcanzar un balance adecuado entre principios, con el rigor científico deseado por los profesores, pero con la simplificación que anhelan los estudiantes.

A nivel estructural, cada capítulo cuenta con un desglose teórico que explica las generalidades del tema, desarrolla ejercicios que explican los tópicos, y finalmente se propone una metodología práctica. Aunque las prácticas no pueden catalogarse en cumplimiento estricto de la química verde, se alienta la utilización de una menor cantidad de reactivos con una adecuada manipulación de los residuos.

Respecto a la química verde, en el capítulo II se hace acercamiento a este tema. Para ello se presenta la metodología para determinar la “verdosidad” de las prácticas, que posteriormente deben desarrollar los estudiantes, en el momento de registrar en la bitácora el diagrama de flujo pertinente. En los anexos se podrá acceder a tablas para el manejo de los datos que harán más fácil la interpretación de los resultados.



# CAPÍTULO I

## 1. INTRODUCCIÓN

La química analítica es la rama de la ciencia que estudia la composición química de un material o muestra, aplicando métodos e instrumentos. Aquellos campos que impliquen la investigación de algún compuesto orgánico o inorgánico dependen de la química analítica para la identificación de los componentes que lo constituyen, por lo cual esta desempeña un papel enorme en nuestra sociedad, por ejemplo, en la fabricación de medicamentos, el control de procesos en la industria, el monitoreo ambiental, el diagnóstico médico, la producción de alimentos y en procedimientos forenses. También es de gran importancia en diferentes áreas de investigación [1], [2].

El análisis químico implica separar, identificar y cuantificar la materia. Para realizarlo se utilizan métodos químicos húmedos clásicos, como gravimetrías y volumetrías, y métodos instrumentales modernos, como espectrofotómetros. El análisis químico se divide en dos ramas: el análisis cualitativo y el análisis cuantitativo. El análisis cualitativo determina la presencia o ausencia de un compuesto particular, no obstante, este no da información sobre la concentración del analito buscado; por otra parte, con el análisis cuantitativo se puede saber el valor exacto de la concentración del analito en la muestra [3].



Figura 1. 1. Métodos cualitativos de análisis químico.

Fuente: elaboración propia.

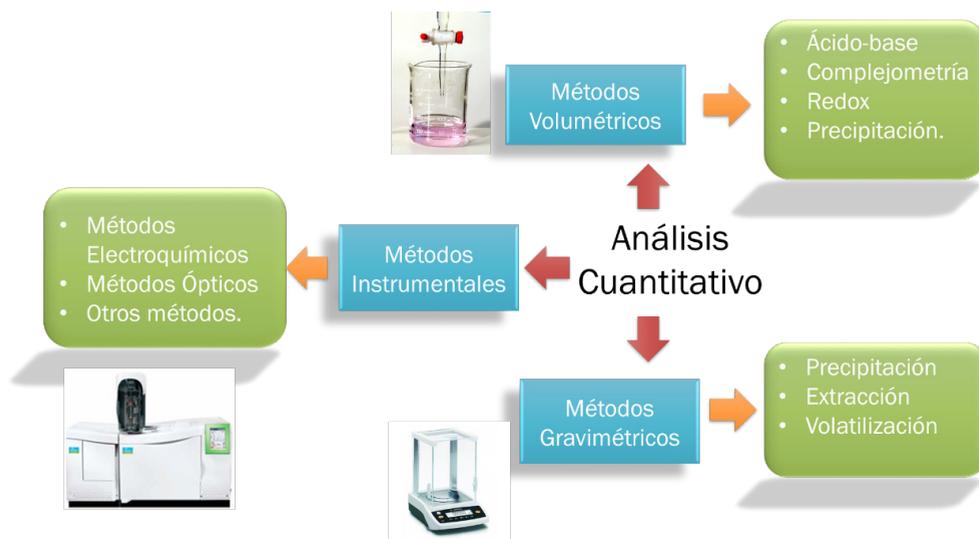


Figura 1. 2. Métodos de análisis cuantitativos en química analítica.

Fuente: elaboración propia.

## 1.1 CLASIFICACIÓN DE LOS REACTIVOS BASADA EN LA PUREZA

Los reactivos utilizados en un análisis químico tienen una gran influencia en los resultados finales, ya que ellos participan directamente en la metodología analítica y de acuerdo con su pureza influirán positiva o negativamente en los resultados de la determinación. Por lo tanto, es esencial la calidad de los reactivos para la exactitud con la que se obtienen los resultados. En general se puede encontrar el mismo reactivo, pero con diferentes purezas, por lo cual es de gran importancia seleccionar un reactivo teniendo en cuenta el uso que se le va a dar en el laboratorio. Los métodos validados especifican el grado de reactivos que se utilizarán. Es importante utilizar grados específicos, de lo contrario pueden surgir errores debido a la contaminación de los reactivos mismos. Por otro lado, puede incurrirse en un costo adicional en el análisis si se utiliza un reactivo de grado superior cuando su análisis no tiene requisitos de pureza tan altos [4].

Dentro de los reactivos analíticos pueden distinguirse tres calidades distintas:

- **Reactivos para análisis (PA):** en este reactivo el contenido en impurezas no debe sobrepasar el número mínimo de sustancias determinables por el método que se utilice. Suelen ser empleados en los procesos industriales.

- **Reactivos estándar:** son reactivos cuya composición es absoluta, de modo tal que no presentan la intervención primaria de ningún otro agente. Son reactivos con un mayor grado de pureza que los reactivos para análisis.
- **Reactivos alta pureza:** son reactivos con calidades específicas para algunas técnicas analíticas, como cromatografía líquida (HPLC), espectrofotometría (UV), etc. Están considerados como reactivos de mayor alto grado de pureza.

Hay reactivos que poseen características y usos específicos como reactivos calidad patrón primario, que se emplean en las técnicas volumétricas, o los patrones de referencia [5].

## 1.2 ETIQUETADO DE LOS REACTIVOS

El envase de todo reactivo químico debe estar rotulado obligatoriamente, de manera legible e indeleble, con una etiqueta bien visible, que contenga las distintas indicaciones que se muestran en las Figuras 1.3 y 1.4.

The diagram shows a chemical label for Sodium Nitrite (PA-ACS) with several callout boxes highlighting specific information:

- Pictogramas:** Points to the hazard pictograms (Oxidizing, Toxic, Environment) on the left side of the label.
- Nombre y calidad:** Points to the product name "Sodio Nitrito (Reag. Ph. Eur.)" and "PA-ACS".
- Pureza:** Points to the "Minimum assay (Perm.) 99.0 %" specification.
- Frases R, Frases S:** Points to the hazard statements "H 302" and "P 201" at the bottom left.
- Fórmula y peso molecular:** Points to the chemical formula "NaNO<sub>2</sub>" and molecular weight "M<sub>r</sub>=69,00".
- Impurezas:** Points to the "MAXIMUM LIMIT OF IMPURITIES" table on the right side of the label.

**Label Content:**

**PA Panreac**  
 131703.1210  
**Sodium Nitrite (Reag. Ph. Eur.)**  
**PA-ACS**  
**Sodio Nitrito (Reag. Ph. Eur.)**  
**PA-ACS**  
**Sodium Nitrite (Reag. Ph. Eur.)**  
**PA-ACS**  
 NaNO<sub>2</sub> M<sub>r</sub>=69,00

**Minimum assay (Perm.) 99.0 %**

**MAXIMUM LIMIT OF IMPURITIES**

Insoluble matter in H <sub>2</sub> O	0.003 %
Chloride (Cl)	0.002 %
Sulphate (SO <sub>4</sub> )	0.005 %
Heavy metals (as Pb)	0.001 %
As	0.00004 %

**Metals by ICP (mg/Kg (ppm))**

Al	5	K	50
Au	5	Li	5
B	5	Mg	25
Ba	5	Mn	5
Be	5	Mo	5
Bi	5	Ni	10
Ca	25	Pb	10
Cd	5	Sb	5
Co	5	Si	5
Cr	5	Sm	5
Cu	10	Sr	5
Fe	10	Ti	5
Ga	5	Tl	5
Ge	5	V	5
Hg	5	Zn	10

**PANREAC QUIMICA SA** E-08211 Castellar del Vallès (Barcelona) España Tel. (+34) 937 489 400  
 LOT 0000057546 Min. Val. 12/2012 **500 g**

Figura 1. 3. Etiquetado para reactivos sólidos.

Fuente: [5].

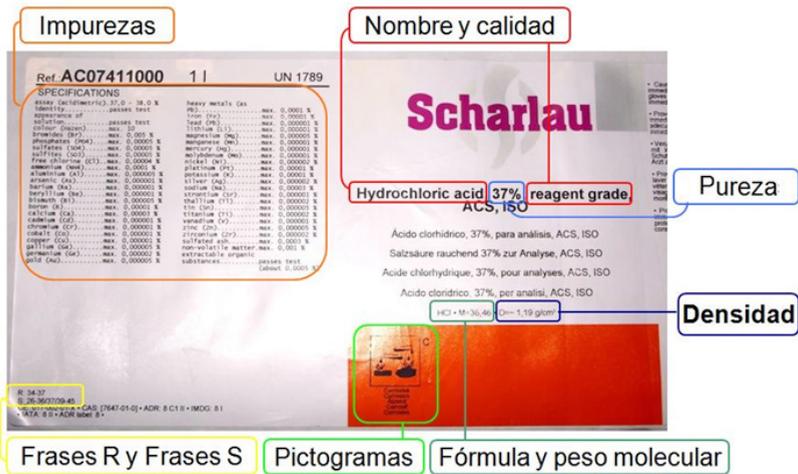


Figura 1. 4. Etiquetado para reactivo líquido.

Fuente: [5]

### 1.3 FRASES R Y S

Las *frases R* indican riesgos especiales que pueden surgir durante el manejo de sustancias o formulaciones peligrosas. La letra “R” es abreviatura de “Riesgo”. Estas frases se seleccionan de acuerdo con la clasificación de la sustancia y deben utilizarse en el etiquetado de sustancias químicas. Las frases R están formadas por la letra R y un código numérico, los cuales tienen una descripción relacionada (por ejemplo, R41: riesgo de daños graves para los ojos).

Las *frases S* proporcionan información de seguridad sobre una sustancia peligrosa. Deben permitir que el usuario evite los riesgos durante la manipulación de sustancias y formulaciones peligrosas y, así mismo, tome medidas para evitar la emisión de tales sustancias, controle las consecuencias de los accidentes y recomiende los primeros auxilios. La letra “S” es abreviatura de “Seguridad”. Análogamente a las frases R, están formadas por una letra y un código numérico, los cuales tienen una descripción relacionada (por ejemplo, S22: no respirar el polvo). A continuación se listan algunas frases R y S [6], [7], [8].

#### Frasas R. Riesgos específicos atribuidos a las sustancias peligrosas

- R1: explosivo en estado seco.
- R10: inflamable.
- R23: tóxico por inhalación.
- R38: irita la piel.

**Frases S. Consejos de prudencia relativos a las sustancias peligrosas**

S3: consérvese en lugar fresco.

S22: no respirar el polvo.

S29: no tirar los residuos por el desagüe.

S50: no mezclar con (especificar producto).

**1.4 IDENTIFICACIÓN Y CLASIFICACIÓN DE PRODUCTOS QUÍMICOS SEGÚN LA NORMA NFPA 704**

La NFPA (National Fire Protection Association) es una entidad internacional creada para promover la protección y prevención contra el fuego, la cual recomienda prácticas seguras, desarrolladas por personal experto en el control de incendios.

NFPA 704 es la norma estadounidense que explica el *diamante de materiales peligrosos*, el cual es utilizado para comunicar los riesgos de los materiales peligrosos. Esta norma, a través de un rombo seccionado en cuatro partes de diferentes colores, indica los grados de peligrosidad de la sustancia a clasificar (ver Figura 1.5).



Figura 1. 5. Rombo de seguridad de la norma NFPA 704.

Fuente: [9].

## 1.5 SISTEMA GLOBALMENTE ARMONIZADO DE CLASIFICACIÓN Y ETIQUETADO DE PRODUCTOS QUÍMICOS

El Sistema Globalmente Armonizado (SGA, o GHS, por sus siglas en inglés) globaliza los sistemas existentes de clasificación, etiquetado y fichas de seguridad de productos químicos. De acuerdo con lo anterior, establece criterios armonizados para clasificar sustancias y mezclas con respecto a sus peligros físicos, para la salud y el medio ambiente. Además, estandariza la comunicación de peligros, con requisitos sobre etiquetas, pictogramas y fichas de seguridad. El SGA se aplica a todos los productos químicos, excepto aquellos que están regulados a través de sus propias leyes o reglamentos, como lo son: productos farmacéuticos, aditivos alimentarios, artículos cosméticos y residuos de plaguicidas en alimentos [10], [11].

Sistema Globalmente Armonizado		
Tipo de riesgo y Pictograma		
 <p><b>SGA 01</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Explosivo</li> <li>• Autorreactivo</li> <li>• Peróxido Orgánico</li> </ul>	 <p><b>SGA 02</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Inflamable</li> <li>• Autorreactivo</li> <li>• Pirofórico</li> <li>• Gases Inflamables</li> <li>• Peróxido Orgánico</li> </ul>	 <p><b>SGA 03</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Comburente</li> </ul>
 <p><b>SGA 04</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Gas a Presión</li> </ul>	 <p><b>SGA 05</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Corrosivo para metales</li> <li>• Corrosivo Cutáneo</li> <li>• Lesiones oculares graves</li> </ul>	 <p><b>SGA 06</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Toxicidad Aguda</li> </ul>
 <p><b>SGA 07</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Toxicidad aguda</li> <li>• Irritación cutánea y ocular</li> <li>• Toxicidad específica de órganos</li> <li>• Daña la capa de Ozono</li> </ul>	 <p><b>SGA 08</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Cancerígeno</li> <li>• Irritación respiratoria</li> <li>• Mutagénico</li> <li>• Toxicidad específica en Órganos</li> <li>• Afecta la reproducción</li> </ul>	 <p><b>SGA 09</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Toxicidad acuática aguda</li> <li>• Toxicidad acuática crónica</li> </ul>

Figura 1. 6. Pictogramas Sistema Globalmente Armonizado.

Fuente: elaboración propia.

## 1.6 MATERIAL DE LABORATORIO

El material de vidrio en el laboratorio es usado para cualquier determinación analítica o desarrollo de un experimento, por lo tanto, es necesario conocer su uso, manejo y limpieza. Este se clasifica en dos tipos, que dan la exactitud que se requiere.

**Material tipo 1:** fabricado con vidrio borosilicato, con un bajo coeficiente de expansión térmica, permite realizar medidas de volúmenes que requieren de una precisión y exactitud alta, tales como tomar una alícuota, diluir a un volumen determinado y/o determinar el punto final en una valoración [12], [13].

Se clasifica como:

- Clase A: material volumétrico de mayor exactitud. La tolerancia está dentro de los límites fijados por las normas ISO y DIN.
- Clase B: son artículos de menor exactitud. La tolerancia está entre el doble de las exigencias para los equipos clase A.
- **Material tipo 2:** fabricado con vidrio calizo, para medición aproximada (vasos de precipitado), permite realizar medidas de volúmenes cuando no es necesaria una gran exactitud o precisión de la medida, como análisis cualitativos, volúmenes mínimos para disolver un sólido, etc. [12], [13].

## 1.7 ACONDICIONAMIENTO DEL MATERIAL DE LABORATORIO

### 1.7.1 Limpieza del material de vidrio

La limpieza perfecta del material de vidrio que se va a utilizar en los laboratorios reviste una gran importancia. Antes de usar cualquier material de laboratorio debe asegurarse de que está limpio. Generalmente este material se limpia con una solución de detergente neutro, seguido del enjuague con agua de grifo y luego con agua destilada. Si quedan gotas adheridas a las paredes del material, es indicio de que no está completamente limpio, por lo que es recomendable el uso de mezcla sulfocrómica o una solución de hidróxido de potasio en etanol, seguido de un enjuague con agua de grifo y, por último, agua destilada. Cuando el experimento lo requiera, es aconsejable secar el material, pero sin contaminarlo. Para tal efecto se recomienda dejar escurrir bien, secarlo en la estufa o mediante el uso de aire comprimido libre de aceite.

### 1.7.2 “Purga” de la pipeta

La “purga” o “curado” de un material de vidrio se realiza siempre que se quiera asegurar que no varíe la concentración de la solución dentro de dicho material. Con este procedimiento se busca “sustituir” los residuos de agua destilada por la solución a utilizar. Para el caso de la pipeta, esta se introduce (a profundidad suficiente) por su extremo inferior, terminado en punta, en el recipiente que contiene el líquido que se

va a medir. Luego se aspira *lentamente* con la propipeta, con el fin de introducir líquido suficiente para llenar el bulbo aproximadamente hasta un tercio de su capacidad. Manteniéndola casi horizontal, se gira la pipeta cuidadosamente hasta que el líquido cubra toda la superficie interior. Luego se deja salir el líquido y se repite la operación dos o tres veces más [14], [15].

### 1.7.3 “Purga” de la bureta

En primer lugar, debe asegurarse que la llave de la bureta esté cerrada. A continuación se añaden de 5 ml a 10 ml de la solución con la que va a titular, y manteniéndola casi horizontal se gira cuidadosamente para cubrir toda la superficie interior. Se descarta el líquido y se repite el procedimiento dos o tres veces más [15].

### 1.7.4 Balanza analítica

Para tener resultados confiables, se necesitan herramientas muy precisas. La balanza analítica es uno de los instrumentos indispensables en análisis químico cuantitativo, sobre todo cuando se trabaja a niveles de analito muy bajos. La balanza analítica presenta una precisión de  $\pm 0.1$  mg. Algunas normas que se deben seguir cuando se utilice la balanza analítica son las siguientes [12], [15]:

- La balanza se debe de calibrar antes de su uso. Para esto se utilizan unos pesos exactos con los cuales se realiza el proceso.
- Las sustancias a pesar no se deben colocar directamente sobre el platillo de la balanza. Utilice un pesa-sustancias o vidrio de reloj y tare (colocar en cero la escala), luego adicione cuidadosamente la sustancia a pesar, así el peso mostrado es el de la sustancia.
- No pesar sustancias higroscópicas, como NaOH, ni sustancias oxidantes, como  $\text{KMnO}_4$ .
- No pese objetos calientes. Espere a que alcancen la temperatura ambiente colocándolos en un desecador.
- No sobrecargue la balanza. El peso máximo que soportan las balanzas está indicado en el instrumento.
- Al momento de la lectura, asegúrese que la balanza esté cerrada para evitar variaciones en la última cifra.

- Al finalizar su tarea de pesada, limpie cuidadosamente el platillo y la base interna de la caja con un pincel, nunca con papel u otro material similar. Cierre la balanza.

## **1.8 OPERACIONES QUE SE PUEDEN REALIZAR CON EL MATERIAL DE LABORATORIO**

### **1.8.1 Transferencia de líquidos desde frascos**

Cuando se transfieren líquidos desde un frasco que contiene un reactivo, la tapa de este debe mantenerse en la mano. La etiqueta del frasco debe quedar cubierta con la palma de la mano, de tal forma que no haya oportunidad de dañarla si el líquido se derrama fuera de la botella. Cuando se vierte algún reactivo, debe hacerse lentamente, evitando así salpicaduras peligrosas. Para tal efecto, es conveniente dirigir el flujo con una varilla de vidrio limpia hacia el interior del recipiente [12], [16].

### **1.8.2 Medida de una alícuota**

Se aspira el líquido utilizando una propipeta, hasta que el volumen esté 1 o 2 centímetros por encima de la señal de enrase (aforo) de la *pipeta volumétrica*. Debe tenerse cuidado de no succionar muy fuerte, pues el líquido puede llegar a la propipeta y contaminarla. Se seca la punta de esta con la ayuda de un papel de filtro, y manteniendo apoyado el extremo inferior en la pared del recipiente que contiene la solución de partida, se deja bajar el menisco del líquido hasta alcanzar la señal de enrase o aforo. Luego de conseguir el enrase en la pipeta se procede al vaciado de la solución contenida en ella al recipiente, manteniendo el extremo inferior de la pipeta apoyado contra la pared de este. Esta operación facilita el drenaje de la solución contenida en la pipeta hacia el recipiente.

Dependiendo de la finalidad para la cual se toma la alícuota, el recipiente puede ser un balón aforado (dilución de soluciones) o un erlenmeyer (titulación) [12].

### **1.8.3 Llenado de la bureta**

Se llena la bureta, de tal forma que el menisco esté por encima del enrase (0.0 ml). Posteriormente se abre la llave para llenar el pico de la bureta de modo que no queden burbujas de aire en la punta y el nivel del líquido se coloca en 0.0 ml, siempre teniendo cuidado de ubicarse enfrente del instrumento de medida, a la altura del enrase, para evitar el error de paralaje.

### 1.8.4 Preparación de soluciones de un determinado volumen

Las soluciones se pueden preparar por varias metodologías, a saber:

- **Por disolución de un sólido:** luego de pesado el sólido se transfiere a un beaker y se agrega agua hasta la disolución completa, mediante la ayuda de un agitador. La solución así preparada se transfiere *cuantitativamente* mediante el uso de un embudo de tallo largo al balón aforado.
- **Por dilución:** usando la pipeta se toma una alícuota de la solución a diluir. El diluyente, que por lo general es agua, se añade directamente al balón hasta llegar a unos cuantos milímetros por debajo de la marca. Para finalizar la dilución, se agrega la cantidad faltante gota a gota, con la ayuda de la peseta, teniendo siempre la marca de aforo a la altura de los ojos.

Debido a lo estrecho del cuello de los balones aforados, una simple agitación no garantiza la homogeneización. Para tal efecto, se sujeta el balón con la mano por el cuello, presionando el tapón con el dedo índice. Se invierte y se vuelve a su posición original cuando menos unas diez veces. Los balones de gran capacidad (500 ml o más) deben sostenerse con la otra mano por el fondo plano, para evitar romper el cuello.

Si la temperatura de la solución preparada es considerablemente superior o inferior a la del medio ambiente, es necesario que se establezca el equilibrio térmico antes de diluir hasta la marca de aforo. Recuerde que la disolución de algunas sustancias provoca considerables variaciones de temperatura [12], [13].

## 1.9 PREPARACIÓN DE SOLUCIONES

Una solución es una mezcla homogénea, cuyas partículas son menores a 10 ángstrom ( $\text{Å}$ ). Estas soluciones están conformadas por soluto y solvente. El soluto es el que está en menor proporción y, por el contrario, el solvente está en mayor proporción. Todas las soluciones son ejemplos de mezclas homogéneas.

- Solución diluida es cuando la cantidad de soluto es muy pequeña.
- Solución concentrada es cuando la cantidad de soluto es muy grande.
- Solución saturada es cuando se aumentó más soluto en un solvente a mayor temperatura de la normal (esto sucede porque cuando ya no se puede diluir, se calienta el solvente y se separan sus partículas para aceptar más soluto).
- Solución sobresaturada es cuando tiene más soluto que disolvente.

La concentración de una solución expresa la cantidad de soluto presente en una cantidad de solvente o de solución. En términos cuantitativos, esto es la relación o proporción matemática entre la cantidad de soluto y la cantidad de solvente, o entre soluto y solución [17], [18].

### 1.9.1 Soluto y disolvente

Las sustancias que están presentes en mayor cantidad se denominan disolvente, que se define como la sustancia en la cual se disuelve otra. Esta última, que es la que disuelve en la primera, se denomina soluto.

### 1.9.2 Solubilidad

La solubilidad de un soluto en un disolvente es la concentración que presenta una disolución saturada, es decir, que está en equilibrio con el soluto sin disolver, porque siempre habrá algunas moléculas o iones que pasen a la disolución. Las sustancias se clasifican en:

- Solubles: si su solubilidad es 0.1 M o mayor a este valor.
- Poco solubles: si su solubilidad se sitúa entre 0.1 M y 0.001 M.
- Insolubles: si su solubilidad no llega a 0.001 M [12], [13], [18].

### 1.9.3 Unidades de concentración

Las disoluciones son mezclas homogéneas. Las disoluciones binarias tienen dos componentes: disolvente (el mayoritario o el que da aspecto a la disolución) y soluto (el minoritario). Las disoluciones más frecuentes son aquellas cuyo disolvente es el agua, llamadas disoluciones acuosas [12], [18].



Figura 1. 7. Principales unidades de concentración utilizadas en el laboratorio.

Fuente: elaboración propia.

## Notas de química analítica con prácticas de laboratorio

La concentración de una disolución puede expresarse de diferentes formas:

$$\text{Gramos por Litro: } g/L = \frac{\text{Masa soluto (g)}}{\text{Volumen de disolución (L)}} \quad \text{Ec. 1.1}$$

$$\% p/p = \frac{\text{Masa soluto (g)}}{\text{Masa de la disolución (g)}} \times 100 \quad \text{Ec. 1.2}$$

$$\% v/v = \frac{\text{Volumen soluto (ml)}}{\text{Volumen de la disolución (ml)}} \times 100 \quad \text{Ec. 1.3}$$

$$\% p/v = \frac{\text{Masa soluto (g)}}{\text{Volumen de la disolución (ml)}} \times 100 \quad \text{Ec. 1.4}$$

$$\text{Molaridad} = M = \frac{\text{Moles soluto}}{\text{Litros de solución}} \quad \text{Ec. 1.5}$$

$$\text{Molalidad} = m = \frac{\text{Moles soluto}}{\text{Kilogramos de disolvente}} \quad \text{Ec. 1.6}$$

$$\text{Normalidad} = N = \frac{\text{N}^\circ \text{ equivalentes de soluto}}{\text{Litros de solución}} \quad \text{Ec. 1.7}$$

$$\text{Fracción Molar} = X = \frac{\text{Moles de soluto}}{\text{Moles totales}} \quad \text{Ec. 1.8}$$

## Referencias

- [1] J. Bergquist and C. Turner, “Analytical chemistry for a sustainable society – trends and implications”, *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, vol. 410, no. 14, pp. 3235-3237, 2018.
- [2] R. Salzer, P. Taylor, N. Majcen, E. Varella and I. Kozaris, “Education and careers of European analytical chemists”, *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, vol. 407, no. 3, pp. 639-643, 2014.
- [3] Y. Arikawa, “Basic Education in Analytical Chemistry. Analytical Sciences”, *The Japan Society for Analytical Chemistry*, vol. 17, pp. 571–573, 2001.
- [4] Sociedad Americana de Química, *Seguridad en los Laboratorios Químicos Académicos*, 7 ed. Washington D. C.: Sociedad Americana de Química, 2002.
- [5] Universitat de València, “Operaciones básicas en análisis químico, farmacéutico y medioambiental”, Uv.es. [en línea]. Disponible: <https://www.uv.es/gammmm/Substitio%20Operaciones/2%20REACTIVOS.htm>.
- [6] E. Sweet y R. Stuart, “Identifying general laboratory ventilation requirements using a control banding strategy”, *Journal of Chemical Health and Safety*, vol. 21, no. 1, pp. 9-14, 2014.
- [7] A. Segura and A. Maurí, “Comparación de dos métodos de evaluación simplificada del riesgo químico por inhalación en un laboratorio universitario (COSHH Essentials y método basado en el INRS)”, *Arch Prev Riesgos Labor*, vol. 19, no. 2, pp. 107-109, 2016.
- [8] G. Ta, M. Mokhtar, H. Mohd Mokhtar, A. Ismail y M. Abu Yazid, “Analysis of the Comprehensibility of Chemical Hazard Communication Tools at the Industrial Workplace”, *Industrial Health*, vol. 48, no. 6, pp. 835-844, 2010.
- [9] Martí-Fernández F., et al., “Comprensión de los pictogramas de peligro”, *Arch Prev Riesgos Labor*, vol. 18, no. 2, pp. 66-71, 2015.
- [10] J. Mora Barrantes, G. Piedra Marín, D. Benavides Ramírez y C. Ruepert Ruepert, “Clasificación de reactivos químicos en los laboratorios de la Universidad Nacional”, *Revista Tecnología en Marcha*, vol. 25, no. 3, 2012.
- [11] A. Mendoza Cantú y I. Ize Lema, “Las sustancias químicas en México. Perspectivas para un manejo adecuado”, *Revista Internacional de Contaminación Ambiental*, vol. 33, no. 4, pp. 719-745, 2017.

- [12] D. Harris, Quantitative chemical analysis, 9 ed. Nueva York: WH Freeman, 2015.
- [13] D. Skoog y D. West, Fundamentos de química analítica, 9 ed. México: Cengage Learning, 2014.
- [14] R. A. Day y A. L. Underwood, Química analítica cuantitativa, 5 ed. México: Prentice-Hall Hispanoamericana, 1989.
- [15] H. Gunzler, Accreditation and quality assurance in analytical chemistry. Nueva York: Springer, 1994.
- [16] Manual de Buenas Prácticas de Laboratorios, 2 ed. México: Centro Nacional de Metrología, 1995.
- [17] A. Vogel, Química analítica cuantitativa, 5 ed. Nueva York: John Willey & Sons Inc., 1989.
- [18] M. Wang, "An introductory laboratory exercise on solution preparation: A rewarding experience", Journal of Chemical Education, vol. 77, no. 2, p. 249, 2000.

# 2. QUÍMICA VERDE

## 2.1 GENERALIDADES

En las últimas décadas la influencia de múltiples organizaciones hacia la concientización ambiental ha contribuido al manejo acertado de residuos generados en las industrias, laboratorios de análisis, centros de enseñanza, de investigación, entre otros. Esta tendencia nace de las investigaciones que demuestran los peligros de salud asociados con la exposición puntual de sustancias químicas y su impacto en el medio ambiente.

La Organización Mundial de la Salud ha catalogado los residuos como inocuos o peligrosos. Los residuos peligrosos son aquellos que dependiendo de las características físicas, químicas o biológicas requieren un manejo especial, de modo que se eviten riesgos para la salud humana e implicaciones adversas al medio ambiente [1].

El concepto de *química verde* propuesto por los químicos Paul Anastas y John Warner, que trabajaban para la EPA a principios de la década de los noventa, presenta doce postulados o principios que buscan cumplir con una química amigable con el medio ambiente [2]. La química verde o sostenible se apropia del cambio que deben hacer todas las personas que utilizan o diseñan procesos relacionados con el uso de sustancias que conlleven una disminución del impacto ambiental y peligrosidad en la salud humana. La propuesta destaca su carácter preventivo.

Algunos autores han realizado revisiones que demuestran el crecimiento de la química verde como consolidación epistémica [3], mediante la apropiación del concepto por encuestas [4], revisión de artículos con planteamientos de química verde y/o mejoramiento de procesos [5].

Se encontró que las producciones de química verde no solo estaban asociadas a los doce principios, sino que también las había en el marco de la promoción de estas temáticas hacia el mejoramiento de la sostenibilidad ambiental [6]. En consonancia, se encuentran trabajos investigativos en niveles escolares de secundaria y

universitarios, en el campo de la didáctica de las ciencias [7], que proponen, desde diferentes contextos, el abordaje de la química ambiental en el currículo, sea mediante la inserción de contenidos teóricos y experimentales en el aula de clase, un curso introductorio, o la apuesta trasversal en las actividades académicas [8].

Un ejemplo que reconoce la enseñanza de los principios de química verde es la síntesis del anhídrido maléico mediante el uso de reactivos no tóxicos, economía atómica mejorada, obtención del producto en una etapa sin uso de solventes y reducción en la producción de residuos [9]. Así mismo, la síntesis de ibuprofeno, propuesta en 1990 por la compañía BHC, rediseñó la ruta sintética y, en consecuencia, presenta una estrategia con menos etapas y mayor eficiencia tanto en tiempo, como en porcentajes de rendimiento y disminución de requerimientos energéticos [10]. Otro ejemplo es la utilización de enzimas en la síntesis, abordando los conceptos de regioselectividad y estereoselectividad que experimentan [11].

En particular, este capítulo apunta a que los estudiantes y profesores presenten una mayor conciencia y reconozcan la forma de cómo determinar la “verdosidad” de un procedimiento químico, concepto que relaciona el nivel de manejo de reactivos y propuestas experimentales que menos impactan al medio ambiente. La rúbrica oscila entre 1-10, siendo el valor más alto el indicador de mayor “verdosidad”. En las prácticas de laboratorio se sugiere a los estudiantes que, con ayuda del diagrama de flujo, determinen el nivel de “verdosidad” y sugieran alternativas para mejorar su puntuación.

## 2.2 PRINCIPIOS DE LA QUÍMICA VERDE

La química verde esta resumida en los doce principios que propician la prevención y buen manejo de los recursos químicos y energéticos. Orienta el uso de disolventes más inocuos y menos agresivos para el medio ambiente. Proyecta la aplicación de tecnologías de extracción como el  $\text{CO}_2$  o sustancias tensoactivas; procesos industriales donde se pueda utilizar el agua como disolvente; uso de materias primas renovables, como el almidón y la celulosa; realización de procesos naturales como la biosíntesis, biocatálisis, o biotransformaciones basadas en la biotecnología; uso de solventes alternativos que replacen los tradicionales; diseño de productos químicos más seguros, bajos en toxicidad y con mayor eficiencia en la función proyectada; disminución de uso energético; descontaminación con alternativas amigables con el medio ambiente, como la oxidación avanzada o la electroquímica, entre otros [12].

La Figura 2.1 muestra los doce principios de la química verde, a saber:

1. **Prevención:** es preferible evitar la producción de un residuo que tratar de limpiarlo una vez que se haya formado.
2. **Economía atómica:** los métodos de síntesis deberán diseñarse de manera que incorporen al máximo, en el producto final, todos los materiales.
3. **Uso de metodologías que generen productos con toxicidad reducida:** siempre que sea posible, los métodos de síntesis deberán diseñarse para utilizar y generar sustancias que tengan poca o ninguna toxicidad, tanto para el hombre como para el medio ambiente.
4. **Generación de productos eficaces, pero no tóxicos:** los productos químicos deberán ser diseñados de manera que mantengan la eficacia a la vez que reduzcan su toxicidad.
5. **Reducción del uso de sustancias auxiliares:** se evitará, en lo posible, el uso de sustancias que no sean imprescindibles (disolventes, reactivos para llevar a cabo separaciones, etcétera), y en el caso de que se utilicen, que sean lo más inocuos posible.
6. **Disminución del consumo energético:** los requerimientos energéticos serán catalogados por su impacto medioambiental y económico, reduciéndose todo lo posible. Se intentarán llevar a cabo los métodos de síntesis a temperatura y presión ambientales.
7. **Utilización de materias primas renovables:** la materia prima ha de ser preferiblemente renovable en vez de agotable, siempre que sea técnica y económicamente viable.
8. **Evitar la derivatización innecesaria:** se evitará, en lo posible, la formación de derivados (grupos de bloqueo, de protección/desprotección, modificación temporal de procesos físicos/químicos).
9. **Potenciación de la catálisis:** se emplearán catalizadores (lo más selectivos posible), reutilizables en lo posible, en lugar de reactivos estequiométricos.
10. **Generación de productos biodegradables:** los productos químicos se diseñarán de tal manera que al finalizar su función no persistan en el medio ambiente, sino que se transformen en productos de degradación inocuos.
11. **Desarrollo de metodologías analíticas para la monitorización en tiempo real:** las metodologías analíticas serán desarrolladas posteriormente, para

permitir una monitorización y control en tiempo real del proceso, previo a la formación de sustancias peligrosas.

12. **Minimización del potencial de accidentes químicos:** se elegirán las sustancias empleadas en los procesos químicos de forma que se minimice el riesgo de accidentes químicos, incluidas las emanaciones, explosiones e incendios.

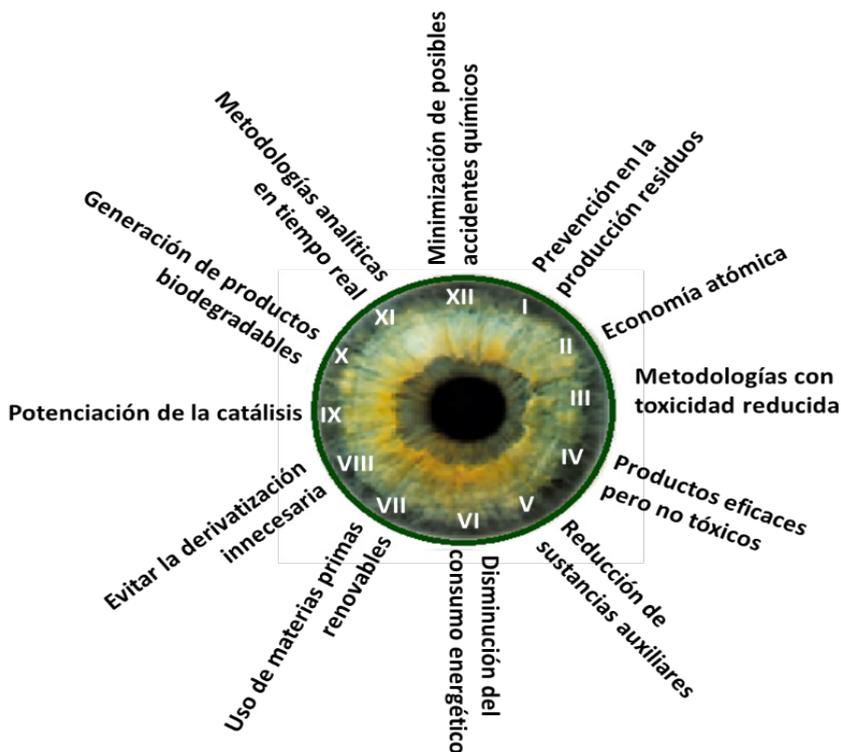


Figura 2. 1. Principios de la química verde.

Fuente: elaboración propia.

Concordamos con algunos autores [13, 14] en que es necesario hacer una preparación a futuros profesionales del área de la química y afines en la utilización y aplicación de los doce principios de la química verde en las prácticas experimentales que realizan durante su formación académica. Proponemos entre las actividades de preparación de las prácticas experimentales las siguientes consideraciones:

- a. Analizar mediante un estudio de “verdosidad” si las prácticas de laboratorio cumplen con los principios de la química verde.
- b. Proponer la sustitución de reactivos tóxicos y peligrosos por otras alternativas que permitan cumplir la apropiación de los conocimientos en las áreas tratadas.
- c. Fomentar la capacidad autónoma que conlleve la preservación del medio ambiente.
- d. Re-escalamiento, si es posible, de la cantidad de reactivos, que conduzca a la disminución de residuos.
- e. Procedimientos que conlleven la disminución del gasto energético.

## **2.3 ESTRATEGIA PARA LA DETERMINACIÓN DE LA VERDOSIDAD EN UN PROCEDIMIENTO**

Muchos autores reportan que sus procesos son verdes o medioambientalmente sostenibles, pero no desarrollan sistemáticamente la determinación de la “verdosidad” del mismo. A continuación presentamos una estrategia reportada por Marina Morales-Galicia et al. (2014) [15], para la determinación de la “verdosidad” de las metodologías de síntesis o procedimientos de análisis. Dentro de las actividades prácticas los estudiantes deberán aplicarla, y fruto del análisis proyectarán alternativas procedimentales que estén orientadas hacia la disminución del impacto ambiental y en la salud.

Como primera medida, se debe comprender y apropiarse de los doce principios de la química verde, de tal manera que se convierta en un ejercicio cotidiano de la actividad experimental.

Para establecer que un proceso sea verde no se ha enfatizado un número mínimo de principios que deben cubrirse, sino que la utilización de los que son potencialmente aplicables obtenga la mayor puntuación posible.

La metodología propone dos tipos de escalas de valoración mediante código de color y escala numérica tipo Likert, que suele colocarse en paréntesis con numeración entre 1 y 10. La evaluación va de un totalmente café (1) a un totalmente verde (10), para posteriormente ponderarse e indicar el grado de acercamiento al protocolo de la química verde o “verdosidad”, como le hemos denominado en este capítulo. La siguiente figura muestra la rúbrica de evaluación.

## Notas de química analítica con prácticas de laboratorio

Tabla 2. 1. Rúbrica de evaluación de la verbosidad de un procedimiento por código de color y escala numérica tipo Likert.

	(10)	Totalmente verde.
	(9)	Gran acercamiento verde.
	(8)	Muy buen acercamiento verde.
	(7)	Buen acercamiento verde.
	(6)	Ligero acercamiento verde.
	(5)	Transición café a verde.
	(4)	Ligeramente café.
	(3)	Medianamente café.
	(2)	Muy café.
	(1)	Totalmente café.

Fuente: elaboración propia.

Para realizar la evaluación se sugiere seguir los pasos propuestos por Morales-Galicia et al. (2014):

1. Leer el documento a evaluar, de tal manera que haya total comprensión del procedimiento.
2. Recopilar la información de la publicación, con todos los contenidos necesarios para realizar una referencia (autores, título, revista, volumen, página).
3. Hacer un resumen en el contexto verde, en el cual se estipule de manera general la proyección de “verdosisidad” del documento.
4. Evidenciar de manera gráfica o mediante ecuaciones químicas las reacciones del proceso.
5. Elaborar un diagrama de flujo del procedimiento, enumerando de manera alfabética cada una de las etapas.
6. Identificar en cada etapa el principio verde que se va a evaluar y el grado de “verdosisidad” obtenido de manera gráfica (color) y numérica, según Likert.
7. Incluir pictogramas del Sistema Globalmente Armonizado (Figura 1.6), donde se especifique la toxicidad, inflamabilidad, corrosión, daño al medio ambiente, daño a la salud humana, etc., de los reactivos, solventes, productos y residuos generados. Se sugiere hacer una búsqueda detallada de las hojas de seguridad.

8. Realizar una tabla en donde se especifique la evaluación de cada uno de los pasos, justificada desde los doce principios de la química verde.
9. Ponderar la evaluación sumatoria del acercamiento verde del procedimiento general y explicar por qué se cumplieron o no los principios de la química verde.
10. Anexar al final del diagrama de flujo el resultado de la rúbrica de evaluación, determinada mediante la sumatoria de cada etapa y dividida por el número de ellas.

## 2.4 EJEMPLO DE EVALUACIÓN DE LA “VERDOSIDAD” DE UNA PRÁCTICA DE LABORATORIO

*Datos del documento para evaluar:* S. Kliggaard, Y. Gorbanov, E. Taarning y C. Christensen, “Preparation of Support. Renewable chemicals by sustainable oxidations using gold catalysts”, in *Experiments in Green and Sustainable Chemistry*, H. Roesky y D. Kennepohl (eds.). Germany: Wiley-VCH, 2020, pp. 57-63.

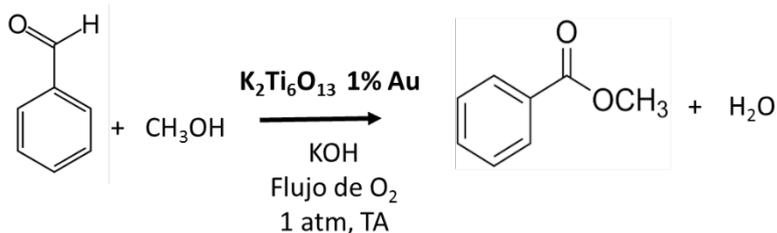
*Abstract:* no tiene.

*Resumen en el contexto verde:* presenta la oxidación catalítica aeróbica de benzaldehído para producir metil benzoato, previa síntesis de catalizador, catalizadores de titanio ( $K_2Ti_6O_{13}$ ) con dopaje de 1 % de Au.

En las Tablas 2.1, 2.2 y 2.3 se muestra el análisis con los principios de química verde de los tres pasos para la catálisis, que incluye:

- I. La síntesis de catalizador  $K_2Ti_6O_{13}$  sin dopaje.
- II. Síntesis del catalizador  $K_2Ti_6O_{13}$  con dopaje del 1 % de Au.
- III. Oxidación catalítica de benzaldehído para producir metil benzoato.

La reacción de oxidación catalítica de benzaldehído para producir metil benzoato se presenta en una sola etapa y es dada por la siguiente reacción:



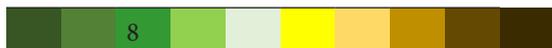
## Notas de química analítica con prácticas de laboratorio

*Evaluación final:* en concordancia con la evaluación de “verdosidad” de la práctica, incluyendo la síntesis de los catalizadores, se estima que el proceso tiene un buen acercamiento verde de 7.

*Tabla 2. 2. Diagrama de evaluación de “verdosidad” en la síntesis de catalizador  $K_2Ti_6O_{13}$  sin dopaje.*

Procedimiento	Pictogramas	Rúbrica	Evaluación
En autoclave de acero y forrado de teflón colocar 1.95 g $TiO_2$ solución concentrada de KOH (10 M) con agitación.		<div style="background-color: #336633; color: white; padding: 5px; text-align: center;">3(10)</div> <div style="background-color: #339933; color: white; padding: 5px; text-align: center;">4(8)</div> <div style="background-color: #336633; color: white; padding: 5px; text-align: center;">5(10)</div>	<p>Utiliza metodología limpia en la síntesis. Principio 3 se califica con un puntaje de 10.</p> <p>Se emplean sustancias con bajo impacto ambiental, y aunque el KOH es corrosivo, el producto de la síntesis <math>K_2Ti_6O_{13}</math> no reporta riesgos ni para la salud, ni para el medio ambiente.</p> <p>Se califica el principio 5 con un puntaje de 10, debido a que utiliza agua como solvente.</p>
↓			
Someter a calentamiento a 150 °C por tres días.		<div style="background-color: #ffff00; color: black; padding: 5px; text-align: center;">6(5)</div> <div style="background-color: #336633; color: white; padding: 5px; text-align: center;">12(10)</div>	<p>Requiere calentamiento, pero no a altas temperaturas. El principio 6 se califica con un puntaje de 5, al hacerlo de manera segura, en autoclave sellada que no genera gases volátiles. Se califica el principio con un puntaje de 10.</p>
↓			
Filtrar y lavar con agua destilada hasta pH neutro.		<div style="background-color: #ffff00; color: black; padding: 5px; text-align: center;">1(5)</div>	<p>Se genera residuos consistentes en soluciones alcalinas que pueden ser corrosivas.</p>
↓			

Procedimiento	Pictogramas	Rúbrica	Evaluación
Secar las nanorods de $K_2Ti_6O_{13}$ al aire toda la noche.		6(10)	No requiere consumo energético.
↓			
Caracterizar área superficial por BET y por XRPD.		11(6)	Técnicas de análisis no se hacen <i>in situ</i> , pero de bajo impacto ambiental.



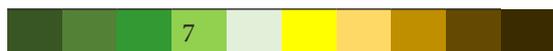
Fuente: elaboración propia.

Tabla 2. 3. Diagrama de evaluación de “verdosidad” de la síntesis de catalizador  $K_2Ti_6O_{13}$  con 1% de Au.

Procedimiento	Pictogramas	Rúbrica	Evaluación
Disolver 0.10 g de $H[AuCl_4].3H_2O$ en agua. Adicionar 30 gotas de solución saturada de $NaHCO_3$ hasta pH 9.0.		5(10) 4(8)	Utiliza solvente agua. Principio 5 se califica con un puntaje de 10. Se generan residuos de bajo impacto. Los reactivos presentan bajo impacto ambiental y a la salud humana.
↓			
Adicionar 4.95 g catalizador $K_2Ti_6O_{13}$ , agitar y calentar a $50\text{ }^\circ\text{C}$ por una hora (precipitado amarillo claro).		6(5) 12(9)	Requiere calentamiento, pero no a altas temperaturas. El principio 6 se califica con 5. Se genera $CO_2$ como volátiles. Se califica el principio 12 con un puntaje de 9.
↓			

Notas de química analítica con prácticas de laboratorio

Procedimiento	Pictogramas	Rúbrica	Evaluación
Filtrar y lavar con agua destilada hasta filtrados libres de Cl <sup>-</sup> , verificando con solución de AgNO <sub>3</sub> posible precipitación		1(1)	Utiliza AgNO <sub>3</sub> como verificador de cloruros, y se genera un residuo innecesario, aunque las cantidades son pequeñas.
↓			
El óxido resultante es reducido usando H <sub>2</sub> en N <sub>2</sub> a 300°C por dos horas con rampa de calentamiento 5 °C/min. (formación polvo purpura oscuro).		6(10)	Utiliza gases inocuos en la reducción. Gasto energético.



Fuente: elaboración propia.

Tabla 2. 4. Diagrama de evaluación de “verdosidad” de oxidación catalítica de benzaldehído para producir metil benzoato.

Procedimiento	Pictogramas	Rúbrica	Evaluación
Mezclar 0.408 ml (4 mmol) benzaldehído, metanol (4.45 ml, 110 mmol), KOH en metanol (0.400 ml, 0.40 mmol de KOH) y 0.098 g de catalizador de K <sub>2</sub> Ti <sub>6</sub> O <sub>13</sub> con 1 % de Au en un matraz de fondo redondo.		5(2) 9(8)	Utiliza solvente metanol de baja toxicidad, pero parte de benzaldehído, que es explosivo y tiene toxicidad. Principio 5 se califica con un puntaje de 2. Utiliza catalizador de baja toxicidad que es recuperable en el sistema. El principio 9 se califica con un puntaje de 8.
↓			

Procedimiento	Pictogramas	Rúbrica	Evaluación
Con condensador acoplado al matraz, dejar reaccionar en reflujo de O <sub>2</sub> a presión atmosférica y temperatura ambiente con agitación de la suspensión por una hora.		<b>6(10)</b>	No requiere calentamiento. Se trabaja a presión atmosférica y con un gas inocuo como O <sub>2</sub> . El principio 6 se califica con un puntaje de 10.
↓			
Filtrar el catalizador. El metil benzoato es separado por destilación bajo vacío.		<b>7(10)</b> <b>5(4)</b> <b>1(9)</b>	Se recupera el catalizador. El principio 7 se califica como verde (10). Se utiliza una destilación que requiere calentamiento para la separación del compuesto. El principio 5 es ligeramente café (4). Residuos de fácil tratamiento. El principio 1 se califica con buen gran acercamiento verde (9).
↓			
Caracterización por cromatografía de gases y determinación del punto de ebullición.		<b>12(6)</b>	Utiliza gases inocuos en el análisis, requiere patrones. El principio 12 se califica como ligero acercamiento verde (6). La determinación del punto ebullición requiere gasto energético. El punto 5 se califica como ligeramente café (4).



Fuente: elaboración propia.

## Referencias

- [1] J. Reyes-Cuellar, “Química Verde y la problemática de los residuos químicos de los laboratorios”, *Ciencia en Desarrollo*, vol. 2, no. 2, pp. 131-146, 2006.
- [2] P. Anastas, J. y J. Warner, *Green chemistry: Theory and practice*. Nueva York: Oxford University Press, 1998.
- [3] M. Epicoco, V. Oltra y M. Saint Jean, “Knowledge dynamics and sources of eco-innovation: Mapping the Green Chemistry community”, *Technological Forecasting and Social Change*, vol. 81, pp. 388-402, 2014.
- [4] E. Sousa-Aguiar, J. Almeida, P. Romano, R. Fernandes y Y. Carvalho, “Green chemistry: The Evolution of a concept”, *Química Nova*, 2014.
- [5] V. Zuin y C. Marques, “Green chemistry in Brazil: Contemporary tendencies and challenges and its reflections on high school level”, in *Worldwide trends in green chemistry*, V. Zuin y L. Mammimo, Ed. Inglaterra: RSC, 2015, pp. 27-44.
- [6] D. A. Costa, M. G. T. C. Ribeiro y A. A. S. C. Machado, “Uma revisão da bibliografía sobre o ensino da química verde”, *Boletim da Sociedade Portuguesa de Química*, vol. 109, pp. 47-51, 2008.
- [7] L. Mascarell Borreda y A. Vilches Peña, “Química verde y sostenibilidad en la educación en ciencias en secundaria”, *Enseñanza de las Ciencias*, vol. 34, no. 2, pp. 25-42, 2016.
- [8] C. A. Marqués y A. Machado, “Una visión sobre propuestas de enseñanza de la química verde”, *Revista Electrónica de Enseñanza de las Ciencias*, vol. 17, no. 1, pp. 19-43, 2018.
- [9] G. Centi y S. Perathoner, “Catalysis and sustainable (green) chemistry”, *Catal. Today*, vol. 77, pp. 287-297, 2003.
- [10] P. Anastas, M. Kirchoff and T. Williamson, “Catalysis as a foundational pillar of green chemistry”, *Applied Catalysis A: General*, vol. 221, no. 1-2, pp. 3-13, 2001.
- [11] P. Lozano, “Enzymes in neoteric solvents: From one-phase to multiphase systems”, *Green Chem.*, vol. 12, pp. 555-569, 2010.
- [12] R. Vilar Compte, *Catálisis: la magia de la química*. México: Universidad Nacional Autónoma de México, 2000.

[13] L. Reyes-Sánchez, “Aporte de la química verde a la construcción de una ciencia socialmente responsable”, *Educ. Quím.*, vol. 23, no. 2, pp. 222-229, 2012.

[14] N. Pájaro Castro and J. Olivero Verbel, “Química verde: Un nuevo reto”, *Ciencia e Ingeniería Neogranadina*, vol. 21, no. 2, pp. 169-182, 2011.

[15] M. Morales Galicia et al., “¿Qué tan verde es un experimento?”, *Educ. Quím.*, vol. 22, no. 3, pp. 240-248, 2011.



## 3. TRATAMIENTO ESTADÍSTICO DE DATOS

Todas las medidas experimentales obtenidas en el laboratorio tienen asociados errores o incertidumbres inherentes al proceso de medida, y solo en algunos casos se deben a errores del experimentador. Dichos errores por lo general derivan de calibraciones o estandarizaciones deficientes, o de variaciones e incertidumbres aleatorias en los resultados, produciendo una dispersión de los resultados y llevando a desconocer el verdadero valor para una cantidad determinada. Los errores siempre van a estar presentes en todos los análisis y eliminarlos completamente es imposible. Lo único que se puede hacer es minimizarlos y estimar su tamaño lo más exactamente posible. En este sentido, la estadística es necesaria en el laboratorio para determinar la calidad de los datos cuantitativos. No obstante, es posible evaluar la magnitud del error de una determinada medición, dentro de un cierto nivel de probabilidad, si se definen los límites entre los cuales está el verdadero valor de la cantidad medida. Para ello se debe estimar la exactitud y precisión de los datos experimentales [1], [2].

### 3.1 MEDIA

En una determinación analítica. El realizar un solo análisis no aporta información acerca de la variabilidad de los resultados, por ello es necesario someter la muestra a varias mediciones. Cada uno de los resultados de un conjunto de medidas (análisis) tiende a ser distinto a los demás, por lo que se calcula la “mejor” estimación de los datos como el valor central del conjunto. La media es el resultado alrededor del cual se distribuyen por igual los demás; la mitad son numéricamente mayores y la otra mitad numéricamente más pequeños. La media se define como:

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^N X_i}{N} \quad \text{Ec. 3.1}$$

Donde:  $X_i$  se refiere a cada uno de los datos y  $N$  es el número de datos [3].

### 3.2 PRECISIÓN Y EXACTITUD

La precisión describe la reproducibilidad de una serie de datos repetidos. Para determinar la precisión se utilizan tres términos: la desviación estándar, la varianza y el coeficiente de variación. Estos términos son función de la desviación de los datos respecto de la media. La precisión indica la reproducibilidad de un dato en un procedimiento analítico. La precisión describe qué tan cerca está un valor medido del valor “verdadero”. La exactitud se expresa en términos de error absoluto y error relativo.

**Precisión:** reproducibilidad.

**Precisión:** cercanía al “valor verdadero”.

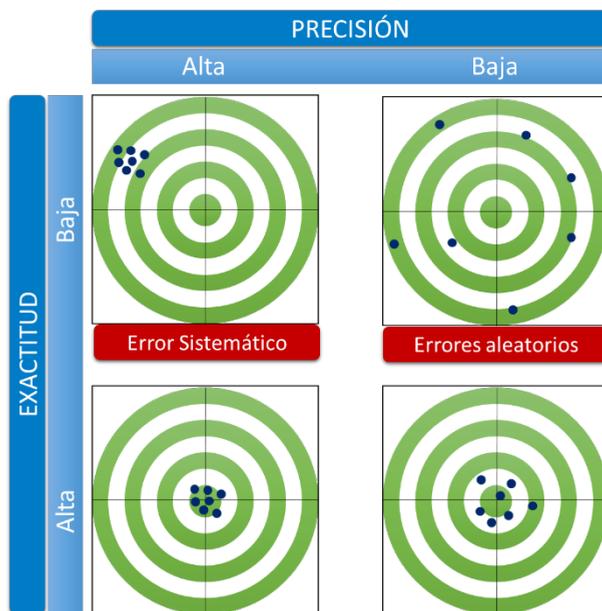


Figura 3. 1. Precisión y exactitud.

Fuente: elaboración propia.

### 3.3 INCERTIDUMBRE ABSOLUTA Y RELATIVA

La **incertidumbre absoluta** ( $e_a$ ) expresa el margen de incertidumbre o error asociado con una medición. Por ejemplo, si la incertidumbre estimada en la lectura de una bureta calibrada es  $\pm 0.02$  ml, decimos que es  $\pm 0.02$  ml la incertidumbre absoluta asociada a la lectura.

La **incertidumbre relativa** ( $e_r$ ) compara el tamaño de la incertidumbre o error absoluto con el tamaño de su medición asociada. La incertidumbre relativa de una lectura de bureta  $\pm 12.35 \pm 0.02$  ml, en este caso la medición asociada, sería 12.35, y la incertidumbre absoluta sería de  $\pm 0.02$  ml. La incertidumbre relativa es un cociente sin dimensiones [2]:

$$e_y = \frac{\text{Incertidumbre absoluta } (e_a)}{\text{Magnitud de la medida}} \quad \text{Ec. 3.2}$$

$$\% e_r = e_r \times 100 \quad \text{Ec. 3.3}$$

### 3.4 DESVIACIÓN ESTÁNDAR

El análisis de la variación de un conjunto de datos permite estimar la incertidumbre relacionada con el resultado central (media). La desviación estándar ( $s$ ) expresa qué tan dispersos están los datos alrededor de la media. Cuanto más pequeña sea la desviación estándar, más agrupados están los datos alrededor de la media. La desviación estándar muestral se define [1], [2]:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (X_i - \bar{X})^2}{N-1}} \quad \text{Ec. 3.4}$$

Donde:  $X_i$  se refiere a cada uno de los datos,  $\bar{X}$  es la media y  $N$  es el número de datos.

Para un conjunto infinito de datos la media se representa por  $\mu$  (media de la población o poblacional) y la desviación estándar por  $\sigma$  (desviación estándar de la población). Como los datos son infinitos, nunca se pueden medir  $\mu$  y  $\sigma$ , sin embargo, los valores de  $s$  y  $s$  tienden a  $\mu$  y  $\sigma$  conforme el número de mediciones aumenta. La desviación estándar poblacional se calcula:

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (X_i - \mu)^2}{N}} \quad \text{Ec. 3.5}$$

Donde:  $X_i$  se refiere a cada uno de los datos,  $\mu$  es la media y  $N$  es el número de datos.

**Ejemplo:**

En un análisis de hierro en una solución acuosa de concentración  $20.00 \text{ mgL}^{-1}$  se obtuvieron los siguientes resultados:

$19.4 \text{ mgL}^{-1}$ ,  $19.5 \text{ mgL}^{-1}$ ,  $19.6 \text{ mgL}^{-1}$ ,  $19.8 \text{ mgL}^{-1}$ ,  $20.1 \text{ mgL}^{-1}$  y  $20.3 \text{ mgL}^{-1}$ .

Calcule el promedio y la desviación estándar.

**Solución:**

Aplicando las ecuaciones 3.1 y 3.4 tenemos:

Promedio  $\bar{X} = 19.8 \text{ mgL}^{-1}$  Desviación estándar:  $s = 0.324 \text{ mgL}^{-1}$

Para establecer la forma en la cual están distribuidos los resultados, se requiere hacer un histograma y/o una curva normal de error.

### 3.5 INTERVALOS DE CONFIANZA

El intervalo de confianza describe la variabilidad entre la medida y la medida real de la población (el valor real). Corresponde a un rango de valores, cuya distribución es normal y en el cual se encuentra, con alta probabilidad, el valor real de una determinada variable. Para explicar la variabilidad de la desviación estándar ( $s$ ) se usa el parámetro estadístico  $t$ . En el caso de una sola medida cuyo resultado es  $x$ , se puede definir  $t$  como:

$$\mu = x \pm ts \quad \text{Ec. 3.6}$$

Cuando se tienen la media de  $N$  medidas de la muestra:

$$\mu = \bar{x} \pm \frac{ts}{\sqrt{N}} \quad \text{Ec. 3.7}$$

Donde  $s$  es desviación estándar,  $N$  es la cantidad de observaciones y  $t$  el parámetro estadístico de la  $t$  de *Student*. Presenta dependencia respecto al número de grados de libertad usados en el cálculo de  $s$  y del nivel de confianza que interese [4].

**Ejemplo:**

En un laboratorio forense un analista químico evalúa el contenido de alcohol etílico en sangre,  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$  (en %), obteniendo las siguientes

concentraciones: 0.094 %, 0.096 %, 0.099 %. Al presentar el informe se le pide que exprese el resultado con los intervalos de confianza al 95 % para la media, en el supuesto de que los tres resultados son la única indicación de la precisión del método.

**Solución:**

Aplicando las ecuaciones 3.1, 3.4 y 3.7:

Calculando  $s$  y  $\bar{x}$  se tiene  $s = 0.0025 \%$  y  $\bar{x} = 0.098 \%$ .

El valor de  $t$  tomado de la tabla al 95 % y 2 grados de libertad,  $t = 4.30$ .

$$0.098 \% \pm 0.006 \% \text{ C}_2\text{H}_5\text{OH en sangre}$$

### 3.6 PRUEBAS DE SIGNIFICANCIA

#### 3.6.1 Comparación de medias con la $t$ de Student

Utilizamos la prueba  $t$  para decidir si dos conjuntos de datos son o no “iguales”. Estadísticamente probamos la hipótesis nula, que establece que los valores medios de dos conjuntos de mediciones no son diferentes. Esta hipótesis se rechaza si hay menos del 5 % de posibilidades de que la diferencia observada tenga de un error aleatorio. Con este criterio tenemos un 95 % de posibilidades de que nuestra conclusión sea correcta.

#### 3.6.2 Comparación entre una media experimental y un valor conocido

Esta prueba evalúa si un conjunto de datos experimentales es igual a un valor aceptado como verdadero, obtenido de la literatura, una especificación, conocimientos previos o un valor umbral usado en la toma de decisiones. En todos los casos se usa una prueba de significación para llegar a la conclusión acerca de la media poblacional  $\mu$  y su cercanía al valor conocido, que se simboliza como  $\mu_0$ .

Para poblaciones mayores a 30 datos se utiliza el parámetro  $z$ :

$$Z_{\text{Calculado}} = \frac{\bar{x} - \mu_0}{\sigma / \sqrt{N}} \quad \text{Ec. 3.8}$$

Para muestras menores a 30 datos utilizamos el parámetro  $t$ :

$$t_{\text{Calculado}} = \frac{\bar{x} - \mu_0}{s/\sqrt{N}} \quad \text{Ec. 3.9}$$

Se concluye que no hay diferencias significativas entre la media de los datos y el valor conocido, si el valor de  $z$  o la  $t$  calculada es menor al valor de  $z$  o  $t$  crítico obtenido en tablas para  $N-1$  grados de libertad [4], [5], [6].

### 3.6.3 Comparación de las medias de dos muestras independientes

En ocasiones queremos evaluar si dos métodos difieren entre sí en sus resultados. En este caso se mide una cantidad varias veces por los dos métodos diferentes que dan dos respuestas diferentes, cada una con su propia desviación estándar. ¿Los dos resultados están de acuerdo uno con otro “dentro del error experimental”?

Para confirmar si los métodos son diferentes mediante la prueba  $t$ , primero debemos evaluar si hay diferencias significativas en las varianzas. Para ello aplicamos la prueba de la  $F$  de Fisher [4], [5], [6].

### 3.6.4 Prueba F para la comparación de varianzas

La prueba de varianza por medio de la  $F$  de Fisher evalúa los errores aleatorios de dos conjuntos de datos. Esta comparación puede tener dos formas: a) probar si el método A es más preciso que el método B (prueba de una cola) o b) si los métodos A y B difieren en su precisión (prueba de dos colas).

En la prueba F se considera la razón de las dos varianzas muestrales, es decir, la razón de los cuadrados de las desviaciones estándar. La cantidad calculada ( $F$ ) está dada por:

$$F_{\text{Calculada}} = \frac{s_1^2}{s_2^2} \quad \text{Ec. 3.10}$$

Los valores  $s_1^2$  y  $s_2^2$  se disponen de tal manera que  $F$  sea siempre  $\geq 1$ . Si el valor calculado de  $F$  excede un cierto valor «F crítico» a un nivel de confianza determinado (obtenido de las tablas), entonces se concluye que hay diferencias

significativas en las varianzas “desiguales”. De lo contrario se afirma que no hay diferencias en las varianzas “similares” de los métodos [4], [5], [6].

**Ejemplo:**

En un proceso industrial la resistencia a la rotura de un polímero es un parámetro fundamental en la calidad del producto final. El fabricante desea utilizar un polímero nuevo más económico para sustituir al clásico. Se le encarga a usted evaluar si existen diferencias significativas al 95 % de confianza en las varianzas de las pruebas con los dos polímeros, para lo cual se recoge una muestra de diez piezas fabricadas con el polímero convencional (A) y otra muestra de diez elementos en los que se usó el nuevo polímero (B).

Polímero convencional (A)	Polímero nuevo (B)
11.65	12.30
11.20	12.43
8.01	13.05
11.15	12.80
11.32	12.66
11.84	12.55
11.76	13.02
11.95	12.70
11.39	12.76
11.37	12.95

1. Evaluación de las varianzas y planteamiento de las hipótesis estadísticas:

Hipótesis para contraste bilateral (a dos colas):

$$H_0: s_A^2 = s_B^2$$

$$H_1: s_A^2 \neq s_B^2$$

Prueba F:

	Polímero antiguo (A)	Polímero nuevo (B)
Media	12.92	14.16
Desviación estándar (s)	0.2479	1.142
Varianzas (s <sup>2</sup> )	0.06146	1.304

Utilizando la ecuación 3.10 obtenemos el valor de  $F_{\text{cal}}$  y lo comparamos con la  $F_{\text{crítica}}$ :

$$F_{\text{cal}} = 21.22.$$

$$F_{\text{crítica}} = 4.026 \text{ (9 g.l. numerador y 9 g.l. denominador).}$$

Como  $F_{\text{cal}}$  es mayor que  $F_{\text{crítica}}$ , se concluye que la hipótesis alternativa ( $H_1$ ) es verdadera, encontrando diferencias significativas en las varianzas al 95 % de confianza.

### 3.6.5 Prueba t para comparación de medias con varianzas “similares”

Una vez evaluadas las varianzas de los dos conjuntos de datos y que no se encuentren diferencias significativas en las varianzas, se evaluarán los dos *sets* de datos con medias  $\bar{x}_1$  y  $\bar{x}_2$  para  $N_1$  y  $N_2$  mediciones, utilizando la siguiente prueba *t*:

$$t_{\text{calculada}} = \frac{|\bar{x}_1 - \bar{x}_2|}{s_{\text{combinada}} \cdot \sqrt{\frac{N_1 + N_2}{N_1 N_2}}} \quad \text{Ec. 3.11}$$

Donde  $S_{\text{combinada}}$  es la desviación estándar combinada para los dos conjuntos de datos:

$$S_{\text{combinada}} = \sqrt{\frac{(N_1 - 1)s_1^2 + (N_2 - 1)s_2^2}{(N_1 + N_2 - 2)}} \quad \text{Ec. 3.14}$$

Luego la variable estadística de prueba *t* calculada se compara frente al valor crítico obtenido con la tabla, para el nivel de confianza específico que interesa. El número de grados de libertad para calcular el valor crítico de *t* en la tabla es  $N_1 + N_2 - 2$ .

Cuando el valor de prueba *t* calculado es mayor que el valor de *t* crítico, el resultado indica una diferencia significativa entre las medias [4], [5], [6].

### 3.6.6 Prueba *t* para comparación de medias con varianzas “desiguales”

Si no es válido suponer que las desviaciones estándar de las poblaciones son iguales, un método aproximado consiste en aplicar la siguiente ecuación para el cálculo de *t*:

$$t_{\text{Calculada}} = \frac{|\bar{x}_1 - \bar{x}_2|}{\sqrt{\left(\frac{s_1^2}{N_1} + \frac{s_2^2}{N_2}\right)}} \quad \text{Ec. 3.15}$$

Donde el número de grados de libertad se calcula a partir de:

$$\text{grados de libertad} = \left\{ \frac{\left(\frac{s_1^2}{N_1} + \frac{s_2^2}{N_2}\right)^2}{\frac{\left(\frac{s_1^2}{N_1}\right)^2}{N_1+1} + \frac{\left(\frac{s_2^2}{N_2}\right)^2}{N_2+1}} \right\} - 2 \quad \text{Ec. 3.16}$$

Cuando el valor de prueba *t* calculado es mayor que el valor de *t* crítico, el resultado indica una diferencia significativa entre las medias.

**Ejemplo:**

Realizar la prueba *t* para determinar si existen diferencias significativas al 95 % de confianza para las pruebas realizadas a los dos polímeros del ejemplo anterior.

**Solución:**

La selección de la prueba *t* adecuada se realiza partiendo de la evaluación del  $F_{\text{cal}}$  del ejemplo anterior, el cual mostró diferencias significativas entre las varianzas de las pruebas realizadas a ambos polímeros.

Considerando que en las varianzas hay diferencias significativas, se aplica la ecuación 3.15 para hallar el valor de *t* calculado para varianzas desiguales, y la ecuación 3.16 para encontrar los grados de libertad.

Hipótesis para contraste bilateral (a dos colas):

$$H_0: \mu_1 = \mu_2$$

$$H_1: \mu_1 \neq \mu_2$$

$$g.l. = 10$$

$$t_{cal} = -4.2167$$

El  $t_{crítico}$  al 95 % evaluado a dos colas es de -2.228, por lo cual se puede concluir que se acepta la hipótesis alternativa, encontrando diferencias significativas entre los dos polímeros a un nivel de confianza del 95 %.

### 3.6.7 Prueba $t$ apareada o por parejas

Este método se utiliza para reducir al mínimo las fuentes de variabilidad que no interesan. Se pueden comparar dos métodos de análisis por medio del estudio de muestras que contienen, de manera sustancial, diferentes cantidades de analito.

$$t_{Calculada} = \frac{\bar{d}}{s_d/\sqrt{N_d}} \quad \text{Ec. 3.17}$$

Donde  $\bar{d}$  es la media de la diferencia de los pares de los conjuntos de datos,  $s_d$  es la desviación estándar de las diferencias y  $N_d$  es el número de datos de las diferencias. Cuando el valor de prueba  $t$  calculada es mayor que el valor de  $t$  crítico para  $n-1$  grados de libertad, el resultado indica que existen diferencias significativas entre las medias de los dos métodos [4], [5], [6].

#### Ejemplo:

En un laboratorio se implementa un nuevo procedimiento automatizado para determinar glucosa en el suero (método A). Para validar la metodología se compara con el método establecido (método B). Ambas técnicas se aplican al suero de los mismos seis pacientes, para eliminar la variabilidad entre ellos. Con los resultados obtenidos en los análisis determinar si hay una diferencia entre los métodos para un nivel de confianza del 95 %.

(mgL <sup>-1</sup> )	Paciente					
	1	2	3	4	5	6
Glucosa método A	1 008	699	805	800	1 021	752
Glucosa método B	928	684	795	801	1 023	746

**Solución:**

Considerando que los dos métodos de análisis que contienen muestras con cantidades diferentes de analito, que fueron medidas por los métodos A y B para cada paciente, se aplica una prueba *t* en parejas, para lo cual se utiliza la ecuación 3.17 para hallar el valor de *t* calculado.

Hipótesis para contraste bilateral (a dos colas):

$$H_0: \mu_1 = \mu_2$$

$$H_1: \mu_1 \neq \mu_2$$

$$\text{g.l.} = 5$$

$$t_{\text{cal}} = 1.420$$

El  $t_{\text{crítico}}$  al 95 % evaluado a dos colas es de 2.571, por lo cual se puede concluir que se acepta la hipótesis nula, no encontrando diferencias significativas entre los dos métodos a un nivel de confianza del 95 %.

### 3.6.8 Manejo de datos dudosos

La prueba de *Q* (*Q de Dixon*) permite determinar si un dato no es congruente con el resto de las medidas y decide si se conserva o descarta el punto sospechoso.

El valor experimental de  $Q_{\text{exp}}$  se define como la diferencia que existe entre el valor sospechoso y su vecino más cercano, dividido por el intervalo que existe entre los valores. Si *N* es el número de observaciones, los valores se arreglan en orden ascendente.

$$X_1 < X_2 < \dots < X_N$$

En esta prueba se divide el valor absoluto de la diferencia del dato anómalo  $x_q$  y el valor más cercano a él,  $x_n$ , entre la dispersión, calculado de la diferencia entre el dato más alto  $x_N$  y el dato más bajo  $x_1$ , de todo el conjunto, para obtener así la cantidad *Q*:

$$Q_{\text{exp}} = \frac{|x_q - x_n|}{x_N - x_1} \quad \text{Ec. 3.18}$$

En caso de que el valor de  $Q_{\text{exp}}$  exceda ciertos valores críticos de  $Q_{\text{crit}}$  para un nivel de confianza determinado, entonces el valor sospechoso se puede rechazar [7].

### 3.7 PRÁCTICAS DE LABORATORIO CON TRATAMIENTO ESTADÍSTICO DE DATOS

#### 3.7.1 Análisis estadístico de datos: Comparación de métodos para determinar masa en sobres de alimentos

La determinación de la masa de producto en una empresa es una variable que se controla a diario, dependiendo del lote, el operador y la maquina llenadora. Generalmente se hace un muestreo y se valora el contenido mediante mediciones en balanza analítica [8], [9].

Un fabricante desea saber si es posible determinar la masa del producto en los diferentes sobres, sin abrirlo. Para ello recomienda hacer un estudio estadístico y comparar los métodos con y sin empaque. A su vez, solicita que, en caso de haber diferencias significativas en las mediciones, se establezca una alternativa de análisis de la masa sin abrir el producto.

*Tabla 3.1. Competencias esperadas en comparación estadística de métodos.*

<b>Competencias esperadas en comparación estadística de métodos</b>	
<b>Conceptuales</b>	<b>Conoce los conceptos asociados con la estadística.</b>
	Familiariza al estudiante con el manejo adecuado de la balanza analítica, herramienta indispensable en el análisis químico cuantitativo.
	Realiza un estudio estadístico del comportamiento del contenido en masa en producto alimenticio.
<b>Procedimentales</b>	Aplica los conceptos estadísticos para verificar si existen diferencias en las masas de un producto alimenticio con y sin empaque.
	Analiza mediante un estudio de “verdosidad” si la práctica de laboratorio cumple con los principios de la química verde y propone la sustitución o re-escalamiento de reactivos tóxicos y peligrosos por otras alternativas que permitan cumplir la apropiación de los conocimientos en las áreas tratadas.
<b>Actitudinales</b>	Trabaja colaborativamente en equipo hacia la resolución de problemas prácticos que conllevan el reconocimiento y aplicación de conceptos.
	Fomenta la capacidad autónoma que conlleve preservación del medio ambiente.
	Reconoce y aplica las buenas prácticas de laboratorio.

Fuente: elaboración propia.

Tabla 3.2. *Materiales y equipos, práctica comparación estadística de métodos.*

Material	Cantidad
Vidrio reloj	2
Balanza analítica	1
Beaker de 100 ml	1
Espátula de acero	1

Cantidad necesaria para cada grupo.

Fuente: elaboración propia.

Tabla 3.3. *Reactivos y soluciones, práctica comparación estadística de métodos.*

Reactivo o solución	UM
Sobres de un producto alimenticio*	Mínimo 50

\* Suministrado por los estudiantes. UM: unidad de medida.

Fuente: elaboración propia.

## Determinación de la masa

Proceda a prender y calibrar las balanzas. Un integrante del grupo debe tomar el peso por triplicado de 50 sobres de azúcar con empaque. Repita la operación anterior pero solo el contenido de cada empaque. Pese el empaque de cada sobre. Para un adecuado manejo de las muestras, estas deben ser manipuladas con guantes de látex sin polvo, libres de humedad.

## Actividad preliminar a la práctica

Realizar en la bitácora del laboratorio la “verdosidad” de la práctica, acorde a metodología planteada en el capítulo II.

## Tratamiento de residuos

La práctica no genera residuos peligrosos.

## Actividades posteriores a la práctica

- Encuentre: media, desviación estándar, coeficiente de varianza de las masas de los sobres completos, contenido y solo empaque.

- Realice los cálculos estadísticos para determinar si existen diferencias significativas de las masas de los sobres con y sin empaque.
- Examine si al quitar la media de los empaques en cada medida de sobre completo persisten las diferencias significativas.
- Determine cuáles pueden ser las principales causas de error en este estudio estadístico.
- Proponga la sustitución o re-escalamiento de reactivos tóxicos y peligrosos por otras alternativas que permitan cumplir la apropiación de los conocimientos y conlleven mejoramiento de la evaluación de los principios de química verde.

### 3.7.2 Análisis estadístico de datos: calibración de material volumétrico

La medición de volúmenes es una rutina diaria en los laboratorios. El material volumétrico forma parte del equipo básico en cualquier laboratorio, siendo una herramienta importante en el análisis químico de una muestra. Dicho material está diseñado para contener, extraer o entregar un volumen conocido con exactitud y precisión.

En la rutina diaria del laboratorio, la precisión en la medición tiene una importancia máxima y depende del material utilizado para realizar la medida. En esta práctica se realizará una calibración directa utilizando el método gravimétrico, que se basa en la medición de las masas de agua entregada, para evaluar si existen diferencias significativas en el uso entre material volumétrico y graduado.

*Tabla 3.4. Competencias esperadas en calibración de material volumétrico.*

<b>Competencias esperadas en calibración de material volumétrico</b>	
<b>Conceptuales</b>	<b>Conoce los conceptos asociados con la estadística.</b>
	Familiariza al estudiante con el manejo adecuado de la balanza analítica, herramienta indispensable en el análisis químico cuantitativo.
	Aplica los conceptos estadísticos para verificar si existen diferencias en la comparación de dos métodos.
<b>Procedimentales</b>	Analiza mediante un estudio de “verdosidad” si la práctica de laboratorio cumple con los principios de la química verde y propone la sustitución o re-escalamiento de reactivos tóxicos y peligrosos por otras alternativas que permitan cumplir la apropiación de los conocimientos en las áreas tratadas.

<b>Competencias esperadas en calibración de material volumétrico</b>	
<b>Conceptuales</b>	<b>Conoce los conceptos asociados con la estadística.</b>
<b>Actitudinales</b>	Trabaja colaborativamente en equipo hacia la resolución de problemas prácticos que conllevan el reconocimiento y aplicación de conceptos. Reconoce y aplica las buenas prácticas de laboratorio (BPL).

Fuente: elaboración propia.

Tabla 3. 5. *Materiales y equipos, práctica calibración de material volumétrico.*

<b>Material</b>	<b>Cantidad</b>
Matraz volumétrico de 25 ml con tapa	1
Erlenmeyer de 125 ml	1
Termómetro	1
Gotero	1
Frasco lavador	1
Pipeta volumétrica de 5.00 ml	1
Beaker 100 ml	1

Cantidad necesaria para cada grupo.

Fuente: elaboración propia.

Tabla 3. 6. *Reactivos y soluciones, práctica calibración de material volumétrico.*

<b>Reactivo o solución</b>	<b>UM</b>
Agua destilada	500 ml

UM: unidad de medida.

Fuente: elaboración propia.

### • **Calibración de un matraz volumétrico de 25 ml**

Se realizará la calibración de un matraz volumétrico de 25 ml usando el método de pesaje de agua destilada.

Para ello debe pesar, mínimo tres veces, el matraz con tapa, limpio y seco, usando una balanza analítica. Posteriormente, enrase con agua destilada el matraz y péselo

posteriormente con la misma precisión con la que realizó el pesaje del matraz vacío, preferiblemente utilizando la misma balanza. Repita el procedimiento anterior diez veces, teniendo en cuenta que cada vez debe vaciar y enrasar de nuevo el matraz.

- **Calibración de una pipeta volumétrica de 5 ml**

Pese mínimo tres veces, con una precisión de 0.1 mg, un vaso limpio y seco (recipiente 1).

Pese mínimo tres veces otro vaso, lleno tres cuartas partes con agua destilada y a temperatura ambiente (recipiente 2). Mida la temperatura del agua. Llène hasta el aforo la pipeta volumétrica de 5 ml que se desea calibrar, con agua del recipiente 2. Vierta el contenido de la pipeta en el recipiente 1 y obtenga su peso correspondiente. Pese el recipiente 2 después de sacar el volumen de agua. Repita este procedimiento mínimo diez veces, acumulando los volúmenes de agua en el recipiente 1.

### **Tratamiento de residuos**

La práctica no genera residuos peligrosos.

### **Actividad preliminar a la práctica**

- Realizar en la bitácora del laboratorio la “verdosidad” de la práctica, acorde a metodología planteada en el capítulo II.
- Actividades posteriores a la práctica
- Calcule el volumen del material volumétrico para cada medición.
- Calcule: promedio, error relativo, rango, desviación promedio y estándar.
- Determine el límite de confianza del volumen con un grado de certidumbre del 95 %.
- Calcule el volumen promedio del material volumétrico calibrado en el laboratorio, utilizando los promedios de los diferentes grupos. Dibuje una curva normal de los promedios.
- Proponga la sustitución o re-escalamiento de reactivos tóxicos y peligrosos por otras alternativas que permitan cumplir la apropiación de los conocimientos y conlleven mejoramiento de la evaluación de los principios de química verde.

- ¿Existe diferencia estadísticamente significativa entre el volumen certificado (real) y el promedio obtenido?
- Explique la diferencia entre el material volumétrico triple A, tipo A y tipo B

### 3.7.3 Quimiometría: calibración de material volumétrico

El material volumétrico es una herramienta importante en el análisis químico. Dicho material está diseñado para contener, extraer o entregar un volumen conocido con exactitud y precisión. El volumen medido en un material volumétrico de vidrio se ve afectado por factores como la densidad del líquido y del aire, la temperatura, presión atmosférica y humedad relativa del medio; variables que deben ser tenidas en cuenta en la determinación de la incertidumbre y calibración de dicho material, para reportar resultados confiables de acuerdo con ASTM e ISO [10], [11].

En esta práctica se realizará una calibración por un método gravimétrico y se determinará la incertidumbre para una bureta, pipeta aforada o volumétrica, pipeta graduada y un matraz aforado.

*Tabla 3. 7. Competencias esperadas, estudio quimiométrico en calibración material de vidrio.*

<b>Competencias esperadas, estudio quimiométrico en calibración material de vidrio</b>	
<b>Conceptuales</b>	<b>Conoce los conceptos asociados con la estadística.</b>
<b>Procedimentales</b>	Familiariza al estudiante con el manejo adecuado de la balanza analítica, herramienta indispensable en el análisis químico cuantitativo.
	<p>Aplica los conceptos estadísticos para verificar si existen diferencias en la comparación de dos métodos.</p> <p>Analiza mediante un estudio de “verdosidad” si la práctica de laboratorio cumple con los principios de la química verde y propone la sustitución o re-escalamiento de reactivos tóxicos y peligrosos por otras alternativas que permitan cumplir la apropiación de los conocimientos en las áreas tratadas.</p>
<b>Actitudinales</b>	<p>Trabaja colaborativamente en equipo hacia la resolución de problemas prácticos que conllevan el reconocimiento y aplicación de conceptos.</p> <p>Reconoce y aplica las buenas prácticas de laboratorio (BPL).</p>

Fuente: elaboración propia.

## Notas de química analítica con prácticas de laboratorio

Tabla 3. 8. Materiales y equipos: práctica estudio quimiométrico en calibración material de vidrio.

Material	Cantidad
Pipeta volumétrica de 10 ml	1
Pipeta graduada de 10 ml	1
Bureta de 50 ml	1
Matraz aforado de 50 ml	1
Beaker de 100 ml	2
Erlenmeyer de 100 ml	1
Pipeta volumétrica de 5.00 ml	1
Pinza para bureta	1
Picnómetro	1
Termómetro	1
Frasco lavador	1
Gotero	1
Propipeta	1

Cantidad necesaria para cada grupo.

Fuente: elaboración propia.

Tabla 3. 9. Reactivos y soluciones, práctica quimiometría calibración material de vidrio.

Reactivo o solución	UM
Agua destilada	500 ml

UM: unidad de medida.

Fuente: elaboración propia.

Para todas las calibraciones es importante reconocer y evaluar las características impresas de cada material de vidrio, comparando los valores con las características de la Figura 3.2.

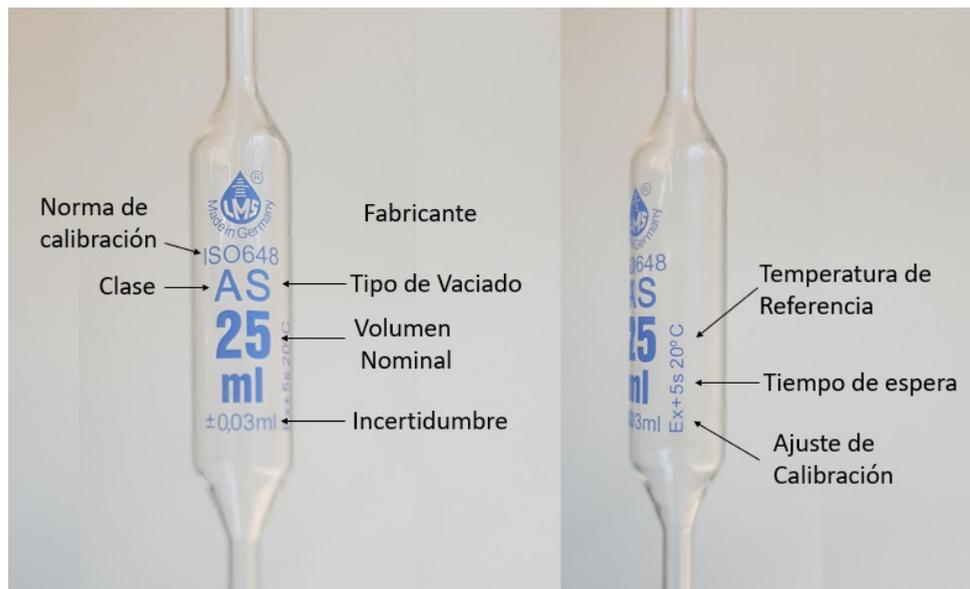


Figura 3.2 Rotulación material volumétrica (pipeta aforada).

Fuente: elaboración propia.

### Calibración de pipeta aforada de 10 ml

Adicionar 50 ml de agua destilada en un beaker de 100 ml limpio y seco. Medir la temperatura del agua. Llenar una pipeta aforada de 10 ml utilizando una propipeta, hasta que coincida con la marca de calibrado con el aforo. Eliminar cualquier gota de agua externa de la pipeta. Dispensar el agua libremente en el beaker, previamente pesado de 100 ml, limpio y seco. Dejar que escurra libremente durante 5 segundos, medir con un cronometro el tiempo de vertido de la pipeta. Pesar el beaker con la muestra de agua destilada. Realizar el procedimiento cinco veces y registrar los datos.

### Calibración de pipeta graduada de 10 ml

Adicionar 50 ml de agua destilada en un beaker de 100 ml limpio y seco. Medir la temperatura del agua. Llenar una pipeta graduada de 10 ml utilizando una propipeta, hasta que coincida con la marca 0,00 ml. Eliminar cualquier gota de agua externa de la pipeta. Luego dispensar el agua en el beaker previamente pesado, midiendo con un cronometro el tiempo de vertido de la pipeta. Pesar el beaker con la muestra. Realiza el procedimiento cinco veces y registrar los datos.

### Calibración de bureta de 50 ml

Lavar la bureta con una solución de hidróxido de potasio en etanol. Verificar que la llave de paso este lubricada. Purgar con agua destilada y llenar la bureta hasta la marca 0.00ml. Eliminar las burbujas de aire y leer el volumen inicial con precisión. Pesar un erlenmeyer de 100 ml previamente limpio y seco. Dispensar desde la bureta 1 ml de agua destilada al erlenmeyer y pesarlo con la muestra de agua. Sobre la muestra anterior repetir el procedimiento hasta haber adicionado 10 ml. Una vez adicionados los 10 ml descargar volúmenes de 5 ml y pesar hasta completar 50.00 ml. Tomar la temperatura de la muestra de agua. La velocidad de adición debe ser menor o igual 20 ml/min. Una vez terminado el procedimiento anterior, llenar la bureta hasta la marca 0.00 ml. Determinar el tiempo de vertido, abriendo completamente la llave de la bureta y dejando vaciar libremente. Anotar los resultados. Realizar el procedimiento por duplicado.

### Calibración matraz aforado de 50 ml

Llenar un beaker de 100 ml con 80 ml de agua destilada. Medir la temperatura de la muestra de agua. Llenar el matraz aforado con agua destilada hasta la marca de aforo. Eliminar cualquier gota de agua externa del matraz. Dispensar el agua en un beaker de 100 ml previamente pesado. Seguidamente, pesar el beaker con la muestra. Realizar el procedimiento cinco veces, registrando los datos.

### Cálculos

Para calcular el volumen corregido o volumen de calibración [12] utilizar la ecuación 3.19.

$$V_{cal} = M_{agua} \left[ \frac{1}{\rho_{agua} - \rho_{aire}} \right] \left[ 1 - \frac{\rho_{aire}}{\rho_{pesas}} \right] [1 - \alpha(T - T_{ref})] \quad \text{Ec. 3.19}$$

En el caso que no se tengan los datos de densidad de las pesas de la balanza, utilizar la ecuación 3.20:

$$V_{cal} = M_{agua} \left[ \frac{1}{1 - \frac{\rho_{aire}}{\rho_{agua}}} \right] \left[ \frac{1}{\rho_{agua}} \right] [1 - \alpha(T - T_{ref})] \quad \text{Ec. 3.20}$$

Para calcular densidad del aire utilizar la ecuación 3.21.

$$\rho_{aire} = \frac{0.3484 P_{atm} - 0.009 \left( \frac{H_r}{100} \right) e^{0.061 T_{aire}}}{100(273.15 + T_{aire})} \quad \text{Ec. 3.21}$$

Para calcular la incertidumbre absoluta utilizar la ecuación 3.22.

$$e_{abs} = s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad \text{Ec. 3.22}$$

Para calcular la incertidumbre relativa utilizar la ecuación 3.23:

$$e_{rel}(\%) = \frac{e_{abs}}{V_{cal}} \times 100 \quad \text{Ec. 3.23}$$

Para calcular el factor de corrección utilizar la ecuación 3.24:

$$F_c = V_{real} - \bar{V}_{cal} \quad \text{Ec. 3.24}$$

Donde:

$V_{cal}$ : volumen de calibración del instrumento ( $\text{cm}^3$ ).

$V_{real}$ : volumen de medición del instrumento ( $\text{cm}^3$ ).

$F_c$ : factor de corrección.

$M_{agua}$ : masa de agua (g).

$\rho_{agua}$ : densidad del agua ( $\text{g}/\text{cm}^3$ ).

$\rho_{aire}$ : densidad del aire ( $\text{g}/\text{cm}^3$ ).

$\rho_{pesas}$ : densidad de las pesas de la balanza ( $\text{g}/\text{cm}^3$ ).

$T$ : temperatura de la muestra de agua ( $^{\circ}\text{C}$ ).

$T_{ref}$ : temperatura de referencia (Temperatura de calibración del material  $20^{\circ}\text{C}$ ).

$\alpha$ : coeficiente de dilatación térmica del vidrio  $= 0.00001 (^{\circ}\text{C})^{-1}$ .

$H_r$ : humedad relativa (%).

$T_{aire}$ : temperatura del aire (°C).

$P_{atm}$ : presión atmosférica en hPa.

s: desviación estándar.

$e_{abs}$ : incertidumbre absoluta.

$e_{rel}$ : incertidumbre relativa.

## Tratamiento de residuos

La práctica no genera residuos peligrosos.

## Actividad preliminar a la práctica

- Realizar en la bitácora del laboratorio la “verdosidad” de la práctica, acorde a metodología planteada en el capítulo II.

## Actividades posteriores a la práctica

- ¿El error obtenido en cada uno de los ensayos depende del equipo o la técnica? ¿Qué medidas puede tomar para disminuir los errores en cuanto a la técnica?
- Si se tiene en cuenta la magnitud del factor de corrección en comparación con los volúmenes que puede medir con cada material volumétrico, ¿en qué casos es importante tener en cuenta la corrección y cuando se puede ignorar?
- Realizar una gráfica de volumen vs porcentaje de incertidumbre relativa para la calibración de la bureta.
- ¿Qué se puede analizar de la gráfica obtenida de volumen vs. porcentaje de incertidumbre relativa para el caso de la bureta? ¿Qué es el tiempo de vertido en una pipeta y para qué se utiliza en una medición de un volumen?

## Referencias

- [1] D. Skoog y D. West, Fundamentos de química analítica, 9 ed. México: Cengage Learning, 2014.
- [2] D. Harris, Quantitative chemical analysis, 9 ed. Nueva York: WH Freeman, 2015.
- [3] D. Harvey, Química analítica moderna, 1 ed. España: McGraw-Hill, 2000.
- [4] J. Miller y J. Miller, Estadística y quimiometría para química analítica, 4 ed. España: Prentice Hall, 2000.
- [5] E. Flores-Ruiz, M. Miranda-Navales and M. Villasís-Keever, “El protocolo de investigación VI: cómo elegir la prueba estadística adecuada. Estadística inferencial”, Revista Alergia México, vol. 64, no. 3, pp. 364-370, 2017.
- [6] P. Ingrand, “Student’s t test”, Journal d’imagerie diagnostique et interventionnelle, vol. 1, no. 2, pp. 81-83, 2018.
- [7] J. Cuadros, “Lógica central de los principales métodos estadísticos: el anova, la prueba t, la correlación y la regresión”, Cultura Científica, vol. 3, pp. 73-79, 2005.
- [8] C. E. Efstathiou, “Stochastic calculation of critical Q-Test for the detection of outliers in measurements”, J. Chem. Educ., vol. 69, no. 9, pp. 733-736, 1992.
- [9] Centro Nacional de Metrología, Guía Técnica sobre Trazabilidad Metrológica e Incertidumbre de Medida en los Servicios de Calibración de Recipientes Volumétricos por el Método Gravimétrico. Ciudad de México: Centro Nacional de Metrología, 2016.
- [10] Icontec, Norma ISO 4787-2011. Vidrio para laboratorio. Instrumentos volumétricos. Métodos para el ensayo de la capacidad y su uso. Icontec, 2016.
- [11] Instituto Nacional de Metrología de Colombia, Guía Técnica sobre Trazabilidad metrológica e Incertidumbre de medida en los Servicios de Calibración de Recipientes Volumétricos por el Método Gravimétrico. Colombia: Instituto Nacional de Metrología de Colombia, 2016.
- [12] ASTM International, ASTM E287-02(2012), Standard Specification for Laboratory Glass Graduated Burets. West Conshohocken: ASTM International, 2012.



## 4. EQUILIBRIO QUÍMICO

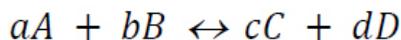
Todo cambio químico involucra una reacción entre diferentes sustancias, produciendo la formación de sustancias nuevas. Podemos decir, entonces, que una reacción química es un proceso en el que una o más sustancias se transforman en otra u otras de diferente naturaleza. Las sustancias originales (las que se transformarán) se denominan reactantes o reactivos y las finales se llaman productos.

Los procesos químicos evolucionan desde los reactantes a la formación de productos a una determinada velocidad, hasta que la reacción se completa. En ese momento la velocidad de formación de los productos es igual a la velocidad de descomposición de estos, para formar nuevamente los reactantes de los que proceden, permaneciendo las concentraciones de todas las especies reaccionantes (reactantes y productos) constantes. Para que esto ocurra la reacción debe suceder a una temperatura y presión constantes en un recipiente cerrado, en el que ninguna sustancia pueda entrar o salir. Ese estado se conoce con el nombre de equilibrio químico.

### 4.1 CONSTANTE DE EQUILIBRIO

Gilbert y Waage, en 1864, encontraron experimentalmente la ley que relacionaba las concentraciones de los reactivos y productos en el equilibrio. A esta se le denominó la Ley de Acción de Masas, la cual establece que “en un proceso elemental, el producto de las concentraciones en el equilibrio de los productos elevadas a sus respectivos coeficientes estequiométricos, dividido por el producto de las concentraciones de los reactivos en el equilibrio elevadas a sus respectivos coeficientes estequiométricos, es una constante para cada temperatura, llamada constante de equilibrio” [1].

Para la reacción:



La constante de equilibrio en función de la concentración de los reactivos y productos  $K_c$  se escribirá:

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

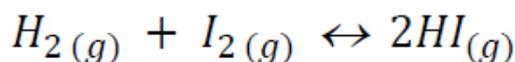
Donde los superíndices indican los coeficientes estequiométricos y cada letra mayúscula representa una especie química. El símbolo  $[A]$  representa la concentración de A. Por definición, en una reacción se favorece la formación de productos siempre que  $K > 1$ . Si el  $K$  es menor que 1 la eficiencia de la reacción será baja, formándose muy pocos productos [2].

Las especies que intervienen en la constante de equilibrio  $K_c$  son aquellas que pueden variar su concentración. Por lo tanto, son sustancias gaseosas o en disolución para equilibrios homogéneos y heterogéneos.

La  $K_c$  es adimensional, es decir, no tiene unidades, pero los valores que se emplean para su cálculo están relacionados únicamente con concentraciones molares. Partiendo de la expresión de la constante de equilibrio podemos conocer las concentraciones molares cuando el sistema se encuentra en equilibrio.

Se mezclan en un reactor de 1.00 L 0.250 moles de  $H_2$  y 0.250 moles de  $I_2$  a 703.15 K. ¿Cuáles serán las concentraciones de  $H_2$ ,  $I_2$  y HI cuando se alcanza el equilibrio?

$K_c$  a esta temperatura es de 54.3 para la reacción:

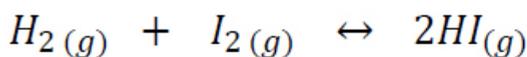


1. Se coloca las concentraciones analíticas de los reactivos:

$$[H_2] = \frac{0.250 \text{ moles } H_2}{1.00 \text{ L}} = 0.250 \text{ M}$$

$$[I_2] = \frac{0.250 \text{ moles } I_2}{1.00 \text{ L}} = 0.250 \text{ M}$$

2. Se establece las concentraciones en el equilibrio:



Inicio	0.250M	0.250M	0
Cambio	-x	-x	+2x
<b>Equilibrio</b>	<b>0.250-x</b>	<b>0.250-x</b>	<b>2x</b>

3. Se escribe la expresión para la constante de equilibrio y se reemplazan las concentraciones en equilibrio.

$$K_c = \frac{[HI]^2}{[H_2][I_2]} \quad \text{Reemplazando:} \quad 54.3 = \frac{(2x)^2}{(0.250-x)(0.250-x)}$$

$$\Rightarrow 54.3 = \frac{4x^2}{0.0625 - 0.500x + x^2}$$

4. Se organiza términos y se aplica la cuadrática:

$$50.3x^2 - 27.15x + 3.39 = 0$$

$$x_{1,2} = \frac{-b \pm \sqrt{b^2 - 4ac}}{2a} \Rightarrow x_{1,2} = \frac{-(-27.15) \pm \sqrt{(-27.15)^2 - 4(50.3 \cdot 3.39)}}{2 \cdot 50.3}$$

$$x_1 = 0.196$$

$$x_2 = 0.344$$

Se escoge la concentración 0,196 M ( $x_1$ ) debido a que la concentración  $x_2$  es mayor que las concentraciones iniciales.

5. Finalmente se reemplaza la concentración encontrada en las concentraciones en equilibrio:

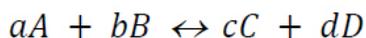
$$[H_2] = 0.250 M - 0.196 M = 0.054 M$$

$$[I_2] = 0.250 M - 0.196 M = 0.054 M$$

$$[HI] = 2 \cdot 0.196 M = 0.392 M$$

## 4.2 LA CONSTANTE DE EQUILIBRIO EN FUNCIÓN DE LA PRESIÓN

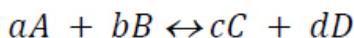
En aquellas reacciones cuyos componentes son gaseosos, pueden tener en cuenta las presiones parciales de las sustancias gaseosas que intervienen en el equilibrio. A esta nueva constante de equilibrio la llamaremos  $K_p$ . Si en la siguiente reacción todas las especies son gases, la  $K_p$  será:



$$K_p = \frac{P_C^c P_D^d}{P_A^a P_B^b}$$

La  $K_p$  es adimensional, es decir, no tiene unidades, pero los valores que se emplean para su cálculo están relacionados únicamente con la presión en atmosferas. Si se trata de equilibrios en sistemas heterogéneos, en la  $K_p$  solo intervienen las especies en estado gaseoso.

La constante de equilibrio en términos de presión,  $K_p$ , se relacionan con la constante de equilibrio en términos de concentración,  $K_c$ , para la reacción:



$$K_c = K_p \left( \frac{1}{RT} \right)^{\Delta n}$$

$$\text{Siendo } \Delta n = (c + d) - (a + b)$$

## 4.3 FACTORES QUE AFECTAN EL EQUILIBRIO QUÍMICO

El equilibrio químico representa un balance entre las reacciones hacia la derecha y hacia la izquierda. Los cambios en las condiciones experimentales pueden alterar el balance y desplazar la posición del equilibrio para que se forme mayor o menor cantidad de producto deseado.

Las variables que se pueden controlar en forma experimental son la concentración, la presión, el volumen, la temperatura y el efecto de un catalizador sobre el equilibrio [3].

### 4.3.1 Principio de Le Châtelier

Existe una regla general que ayuda a predecir en qué dirección se desplazará una reacción en equilibrio cuando hay un cambio de concentración, presión, volumen o temperatura. Esta regla, conocida como el Principio de Le Châtelier, establece que, “Si se presenta una perturbación externa sobre un sistema en equilibrio, el sistema se ajustará de tal manera que se cancele parcialmente dicha perturbación en la medida que el sistema alcanza una nueva posición de equilibrio” [4].

- **Cambios en la concentración**

Si aumentamos la concentración de un sistema que se encuentra en equilibrio químico, el equilibrio se desplazará hacia el lado contrario de la ecuación que ha sido afectada, mientras que, si la disminuimos, este se desplazará hacia el lado de la ecuación que ha sido afectada.

- **Cambios en la presión**

Los cambios de presión normalmente no alteran las concentraciones de las especies reactivas en fase condensada (por ejemplo, en disolución acuosa), ya que los líquidos y sólidos son prácticamente incompresibles. En cambio, las concentraciones de los gases son muy susceptibles a los cambios de presión.

Si se aumenta la presión, el sistema se desplazará hacia donde exista menor número de moles gaseosas (según la estequiometría de la reacción), para así contrarrestar el efecto de disminución del volumen, y viceversa.

- **Cambios en la temperatura**

Los cambios de concentración, presión o volumen pueden alterar la posición de equilibrio, es decir, las cantidades relativas de reactivos y productos, pero no modificar el valor de la constante de equilibrio. Esta solo se altera con los cambios en la temperatura.

Por tanto, un incremento en la temperatura favorece la dirección endotérmica de la reacción (de izquierda a derecha en la ecuación de equilibrio), mientras que un descenso en la temperatura favorece la dirección exotérmica de la reacción (de derecha a izquierda en la ecuación de equilibrio).

## 4.4 TIPOS DE EQUILIBRIO

Se pueden escribir constantes de equilibrio para muchos tipos de procesos químicos. Los equilibrios pueden representar disociación (ácido/base, solubilidad), formación de productos (complejos), reacciones (redox), una distribución o reparto entre dos fases (agua y disolvente no acuoso: extracción por disolvente; adsorción de un compuesto desde una fase acuosa por una superficie activa, como en cromatografía, etc.).

Tabla 4. 1. Tipos de equilibrios químicos.

Equilibrio	Reacción	Constante de equilibrio
Disociación ácido-base	$\text{HA} + \text{H}_2\text{O} \leftrightarrow \text{H}_3\text{O}^+ + \text{A}^-$	$K_a$ : constante de acidez.
	$\text{B}^- + \text{H}_2\text{O} \leftrightarrow \text{HB} + \text{OH}^-$	$K_b$ : constante de basicidad.
Solubilidad	$\text{MA} \leftrightarrow \text{M}^{n+} + \text{A}^{n-}$	$K_{ps}$ : producto de solubilidad.
Formación de complejos	$\text{M}^{n+} + a\text{L}^{b-} \leftrightarrow \text{ML}^{(n-ab)+}$	$K_f$ : constante de formación.
Reducción-oxidación	$\text{A}_{red} + \text{B}_{oxi} \leftrightarrow \text{A}_{oxi} + \text{B}_{red}$	$K_{eq}$ : constante equilibrio de reacción.
Distribución de fase	$\text{A}_{\text{H}_2\text{O}} \leftrightarrow \text{A}_{\text{orgánico}}$	$K_D$ : coeficiente de reparto.

Fuente: elaboración propia.

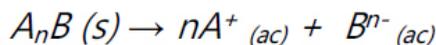
## 4.5 PRÁCTICAS DE LABORATORIO EN EQUILIBRIO QUÍMICO

### 4.5.1 Determinación de la constante de solubilidad de yodato de calcio

Cuando los compuestos iónicos solubles se disuelven en agua, la solución contiene generalmente solo los iones que estaban presentes en la sal sólida. Cuando una sal es poco soluble, sugiere que las fuerzas de atracción entre los iones en el sólido son comparables a las fuerzas de atracción entre los iones y el disolvente (normalmente agua). Muchas sales poco solubles no se disocian completamente en sus iones constituyentes. En su lugar, los iones en solución interactúan entre sí para formar agregados solubles, llamados complejos, o reaccionar con agua para formar nuevas especies [5].

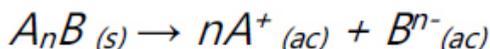
En el equilibrio de solubilidad, la identidad de todas las especies de la solución en equilibrio con el sólido debe ser determinada por la experiencia. No es seguro asumir que todas las sales se disocian completamente en sus iones constituyentes, y la constante del producto de solubilidad puede calcularse directamente a partir de la solubilidad molar únicamente si los iones resultantes no reaccionan con otros para formar complejos, ni reaccionan con el agua para formar ácidos o bases débiles.

La constante de producto de solubilidad de una sal que se disocia es:



$$K_{ps} = [A^+]^n [B^{n-}]$$

La solubilidad en agua de la sal viene dada por:



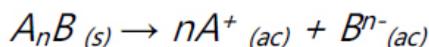
Solubilidad equilibrio  $ns \quad s$

Entonces: 
$$K_{ps} = (ns)^n s$$

La solubilidad sería:

$$s = \sqrt[n+1]{\frac{K_{ps}}{n^n}}$$

Si la sal se disocia en un ion común, la solubilidad está dada en función de la concentración ( $C$ ) del ion común. Para la reacción que se trata en el ejemplo, si el ion común es el  $A^+$ :



$$ns + C \quad s$$

Entonces: 
$$K_{ps} = (ns + C)^n s$$

Si se trata de una sal poco soluble y la concentración del ion común es mayor a  $ns$ , se tiene que la solubilidad viene dada por:

$$s = \frac{K_{ps}}{C^n}$$

## Notas de química analítica con prácticas de laboratorio

*Tabla 4. 2. Competencias esperadas en la determinación de Kps.*

<b>Competencias esperadas en la determinación de Kps</b>	
<b>Conceptuales</b>	Comprende la relación entre la solubilidad molar y el producto de solubilidad constante de una sal poco soluble.
<b>Procedimentales</b>	Mide la solubilidad molar de yodato de calcio en agua pura y determina la constante del producto de solubilidad.
	Investiga el efecto de ion común mediante la medición de la solubilidad molar de yodato de calcio en una solución que contiene yodato de potasio añadido.
	Analiza mediante un estudio de “verdosidad” si la práctica de laboratorio cumple con los principios de la química verde y propone la sustitución o re-escalamiento de reactivos tóxicos y peligrosos por otras alternativas que permitan cumplir la apropiación de los conocimientos en las áreas tratadas.
<b>Actitudinales</b>	Trabaja colaborativamente en equipo hacia la resolución de problemas prácticos que conllevan el reconocimiento y aplicación de conceptos. Reconoce y aplica las buenas prácticas de laboratorio (BPL).

Fuente: elaboración propia.

*Tabla 4. 3. Materiales y equipos, práctica determinación de Kps.*

Material	Cantidad
Bureta 25 ml	1
Pinza para bureta	1
Plancha de agitación y de calentamiento	1
Erlenmeyer 250 ml	2
Agitador magnético	2
Matraz aforado 50 ml	1
Matraz aforado 100 ml	1
Matraz aforado 25 ml	1
Vaso de precipitado 250 ml	1
Frasco lavador	1

Material	Cantidad
Vidrio reloj	2
Varilla de agitación	1
Vaso de precipitado 100 ml	2
Pipeta volumétrica 5 ml	3
Probeta 25 ml	1
Pipeta graduada 5 ml	1
Espátula	1

Cantidad necesaria para cada grupo.

Fuente: elaboración propia.

Tabla 4. 4. Reactivos y soluciones, práctica determinación de Kps.

Reactivo o solución	UM
Tiosulfato de sodio ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ )	1.0 g
Yoduro de potasio (KI)	6.0 g
Yodato de potasio ( $\text{KIO}_3$ )	0.15 g
Ácido clorhídrico (HCl)	2.2 ml
Almidón*	1.0 g
Yodato de calcio ( $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$ )	0.5 g

Cantidad necesaria para cada grupo. UM: unidad de medida.

\* Cantidad necesaria para todos los grupos.

Fuente: elaboración propia.

## Preparación de soluciones

- *Solución de  $\text{KIO}_3$  0.010 M:* seque por una hora a 110 °C  $\text{KIO}_3$ . Posteriormente páselo a un desecador y deje enfriar. Seguidamente pese la cantidad necesaria para preparar 50 ml de  $\text{KIO}_3$  0.010 M y proceda a preparar la solución.
- *Solución de tiosulfato de sodio 0.05 M:* pese la cantidad necesaria para preparar 100ml de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0.05 M y proceda a preparar la solución.

## Notas de química analítica con prácticas de laboratorio

- *Solución de KI*: por cada 50 ml de agua agregue 2 g de KI.
- *Solución saturada de  $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$  en agua*: disuelva yodato de calcio en 20 ml de agua desionizada hasta que quede sobresaturada. Posteriormente, por decantación, elimine el sólido remanente.
- *Solución saturada de  $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$  en  $\text{KIO}_3$* : disuelva yodato de calcio en 20 ml de  $\text{KIO}_3$  0.01 M hasta que quede sobresaturada. Posteriormente, por decantación, elimine el sólido remanente.
- *Solución de HCl 1.0 M*: con los datos de pureza y densidad del HCl concentrado prepare 25 ml de HCl 1.0 M.
- *Almidón 1 %*: pese 1 g de almidón y agréguele 99 ml de agua fría. Homogenice y posteriormente colóquela en la estufa hasta que la solución hierva. Deje enfriar la solución antes de su uso.

### Estandarización del tiosulfato de sodio

Llene la bureta con solución de tiosulfato de sodio 0,050 M, teniendo cuidado de enjuagar la bureta para expulsar todas las burbujas de la punta de la bureta.

Tome con una pipeta volumétrica 2 ml de la solución de yodato de potasio 0.01 M y transfírela a un erlenmeyer de 250 ml. Agréguele 25 ml de la solución de KI y 2 ml de HCl 1.0 M. Una vez se forme la solución marrón proceda a titular con tiosulfato 0.05 M hasta obtener una coloración amarilla clara. Posteriormente agregue 2 ml de almidón 1 %. Homogenice hasta obtener una coloración azul y proceda la titulación hasta que la solución quede incolora. Repita el procedimiento.

### Solubilidad molar de $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$ en agua pura

Con una pipeta volumétrica transfiera 2 ml de la solución saturada de yodato de calcio en agua a un erlenmeyer de 250 ml. Agregue 25 ml de la solución de KI y 2 ml de HCl 1.0 M. Sin demora, valore la solución con 0.05 M de tiosulfato de sodio hasta que esta sea de color amarillo. A continuación añada 5 ml de indicador de almidón al 1 % (la solución debe girar azul-negro). Continúe la valoración hasta que llegue un fuerte cambio de azul a incoloro. Repita por triplicado la titulación. Repita el procedimiento.

**Solubilidad molar de  $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$  en yodato de potasio 0.010 M**

Titule 2 ml de una solución saturada de  $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$  en  $\text{KIO}_3$  0.010 M, según el procedimiento del apartado C. Repita el procedimiento.

**Tratamiento de residuos**

Reúna todos los residuos de titulación y establezca si queda yodo en exceso. Agregue tiosulfato de sodio. Posteriormente neutralice y diluya una relación 1/10 y viértala. Las soluciones sobrantes deben rotularse y guardar en frascos apropiados para su reutilización.

**Actividad preliminar a la práctica**

- Realizar en la bitácora del laboratorio la “verdosidad” de la práctica, acorde a metodología planteada en el capítulo II.

**Actividades posteriores a la práctica**

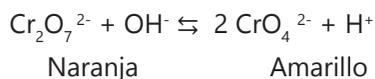
- Exprese las reacciones involucradas en la reacción del ion yodato y el tiosulfato en presencia de KI e iones  $\text{H}^+$ .
- Exprese la constante de solubilidad de  $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$  en agua y en  $\text{KIO}_3$  0.01 M.
- Calcule la concentración de ion yodato en la muestra de solución saturada en agua.
- Teniendo en cuenta que la concentración del ion calcio será igual a la mitad de la concentración de yodato, calcule la constante del producto de solubilidad de calcio yodato y la solubilidad del  $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$  en agua.
- Para la determinación de la solubilidad del  $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$  en  $\text{KIO}_3$  0.01 M, calcule la concentración de yodato y réstele 0,0100 M. Tenga en cuenta que la solubilidad es igual a la mitad del ion yodato libre.
- Determine la constante de solubilidad en el sistema  $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$  en  $\text{KIO}_3$  0.01 M y compárelo con el obtenido en agua y el reportado en la literatura. Estime los porcentajes de error y establezca cuales pueden ser las principales fuentes de error.
- Proponga la sustitución o re-escalamiento de reactivos tóxicos y peligrosos por otras alternativas que permitan cumplir la apropiación de los conocimientos y conlleven mejoramiento de la evaluación de los principios de química verde.

## Equilibrio químico: Principio de Le Châtelier

El equilibrio químico establece un balance entre las reacciones directa e inversa. Las alteraciones en las condiciones experimentales pueden alterar este balance y desplazar el equilibrio, para favorecer que se forme mayor o menor cantidad del producto deseado.

El Principio de Le Châtelier establece que, si un sistema en equilibrio se somete a un cambio de condiciones, este se desplazará hacia una nueva posición a fin de contrarrestar el efecto que lo perturbó y recuperar el estado de equilibrio [4].

En esta práctica se estudiará a través de reacciones químicas, los factores externos que modifican el equilibrio y cómo se desplaza la reacción para contrarrestarlo. Para ello se utilizará el equilibrio ácido base cromato/dicromato, el cual es rápido y presenta colores intensos.



Al añadir protones ( $\text{H}^+$ ) sobre el cromato amarillo, el equilibrio se desplaza hacia la izquierda, formándose dicromato naranja. De la misma forma, al añadir hidroxilos ( $\text{OH}^-$ ) sobre el dicromato naranja, el equilibrio se desplaza hacia la derecha produciendo cromato amarillo.

*Tabla 4. 5. Competencias esperadas en aplicaciones del Principio de Le Châtelier.*

<b>Competencias esperadas en aplicaciones del Principio de Le Châtelier</b>	
<b>Conceptuales</b>	Comprende el Principio de Le Châtelier.
<b>Procedimentales</b>	Estudia el desplazamiento del equilibrio químico al variar la concentración de las sustancias que intervienen en dicho equilibrio. Investiga los factores que afectan el equilibrio químico. Analiza mediante un estudio de “verdosidad” si la práctica de laboratorio cumplen con los principios de la química verde y propone la sustitución o re-escalamiento de reactivos tóxicos y peligrosos por otras alternativas que permitan cumplir la apropiación de los conocimientos en las áreas tratadas.
<b>Actitudinales</b>	Trabaja colaborativamente en equipo hacia la resolución de problemas prácticos que conllevan el reconocimiento y aplicación de conceptos. Reconoce y aplica las buenas prácticas de laboratorio (BPL).

Fuente: elaboración propia.

Tabla 4. 6. *Materiales y equipos, práctica Principio de Le Châtelier.*

Material	Cantidad
Tubos de ensayo	4
Gradilla	1
Pipeta graduada de 5 ml	2
Gotero	2
Matraz aforado de 50 ml	4
Frasco lavador	1
Varilla de agitación	1
Vaso de precipitados 100 ml	1
Vidrio de reloj	1
Espátula	1

Cantidad necesaria para cada grupo.

Fuente: elaboración propia.

Tabla 4. 7. *Reactivos y soluciones, práctica Principio de Le Châtelier.*

Reactivo o solución	UM
Cromato de potasio ( $K_2CrO_4$ )	0.098 g
Dicromato de potasio ( $K_2Cr_2O_7$ )	0.147 g
Hidróxido de sodio (NaOH)	0.0200 g
Ácido clorhídrico al 37 % (HCl)	0.05 ml

Cantidad necesaria para cada grupo. UM: unidad de medida.

\* Cantidad necesaria para todos los grupos.

Fuente: elaboración propia.

### Preparación de soluciones

- *Solución de  $K_2CrO_4$  0.010 M:* pese la cantidad necesaria de cromato de potasio para preparar 50 ml de solución 0.010 M y proceda a preparar la solución.
- *Solución de  $K_2Cr_2O_7$  0.010 M:* pese la cantidad necesaria de dicromato de potasio para preparar 50 ml de solución 0.010 M y proceda a preparar la solución.

## Notas de química analítica con prácticas de laboratorio

- *Solución de NaOH 0.010 M:* pese la cantidad necesaria de hidróxido de sodio para preparar 50 ml de solución 0.010 M y proceda a preparar la solución.
- *Solución de HCl 0.010 M:* con los datos de pureza y densidad del HCl concentrado, prepare 50 ml de HCl 0.010 M.

### Procedimiento

Numerar cuatro tubos de ensayo y añadir 1 ml de  $K_2CrO_4$  a dos de los tubos (1 y 2) y 1 ml de  $K_2Cr_2O_7$  a los otros dos tubos (3 y 4). Anotar el cambio de color.

En los tubos de ensayo rotulados como 1 y 3 añadir gota a gota NaOH con una pipeta graduada, hasta observar un cambio de color. Anotar los ml de NaOH. Seguidamente, añadir HCl (la misma cantidad añadida de NaOH). Reportar el color producido. Seguir añadiendo HCl a estos mismos tubos hasta observar un cambio de color en los dos tubos. Apuntar los ml de HCl que producen el cambio de color.

A continuación añadir HCl gota a gota con una pipeta graduada a los tubos 2 y 4 hasta observar un cambio de color en alguno de los dos tubos. Reportar los ml de HCl requeridos para el cambio de color en uno de los tubos. Seguidamente, añadir NaOH (la misma cantidad añadida de HCl) en los tubos 2 y 4. Reportar el color producido. Seguir añadiendo NaOH a estos mismos tubos hasta observar un cambio de color en los dos tubos. Apuntar los ml de NaOH que producen el cambio de color.

### Tratamiento de desechos

Reunir todos los desechos de los tubos de ensayo y establecer si queda solución de color naranja (iones dicromato). En tal caso, agregue hidróxido de sodio para convertir los iones cromo en cromato, que es menos tóxico. Posteriormente disponga los residuos en el envase destinado para metales.

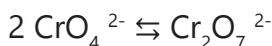
Las soluciones sobrantes deben rotularse y guardar en frascos apropiados para su reutilización.

### Actividad preliminar a la práctica

- Realizar en la bitácora del laboratorio la “verdosidad” de la práctica, acorde a metodología planteada en el capítulo II.

**Actividades posteriores a la práctica**

- Establezca el equilibrio en medio ácido, ajustando con iones  $H^+$  y  $H_2O$  el siguiente equilibrio:



- Establezca el equilibrio en medio básico, ajustando con iones  $OH^-$  y  $H_2O$  en el siguiente equilibrio:



- Aplicando el Principio de Le Châtelier, indicar como influye el medio sobre cada uno de los equilibrios, razonando cuál de las dos especies es más estable dependiendo del medio.
- Proponga la sustitución o re-escalamiento de reactivos tóxicos y peligrosos por otras alternativas que permitan cumplir la apropiación de los conocimientos y conlleven mejoramiento de la evaluación de los principios de química verde.

**Referencias**

- [1] D. Skoog y D. West, Fundamentos de química analítica, 9 ed. México: Cengage Learning, 2014.
- [2] D. G. Christian, Química analítica. Madrid: McGraw-Hill Interamericana de España, 2013.
- [3] A. Díaz, A. Fundamentos de química analítica. Equilibrio iónico y análisis químico. Bogotá: Universidad Nacional de Colombia, 2002.
- [4] J. Quílez-Pardo y J. J. Solaz-Portolés, “Evolución histórica del Principio de Le Chatelier”, Cad. Cat. Ens. Fís., vol. 12, no. 2, pp. 123-133, 1995.
- [5] D. Harris, Quantitative chemical analysis, 9 ed. Nueva York: WH Freeman, 2015.



# CAPÍTULO V

## 5. GRAVIMETRÍA

### 5.1 INTRODUCCIÓN

La técnica gravimétrica se basa en dos principios: el conocimiento de la masa o volumen de la muestra que contiene el analito (especie química objeto de estudio) y la masa de un producto que es formado en una reacción de precipitación del anión o catión en presencia de un agente precipitante o del producto, cuando la muestra es sometida a calentamiento controlado.

Existen dos tipos de gravimetrías: húmeda (precipitación) y seca (volatilización). En la primera se utiliza un agente precipitante para la formación del precipitado y en la segunda la muestra es sometida a calentamiento controlado para la eliminación de impurezas o la formación de una nueva especie, que es cuantificable por su masa y composición [1].

A continuación se muestra el procedimiento de una gravimetría. Posteriormente se amplían los conocimientos de las características y/o aspectos a controlar en cada una de ellas.

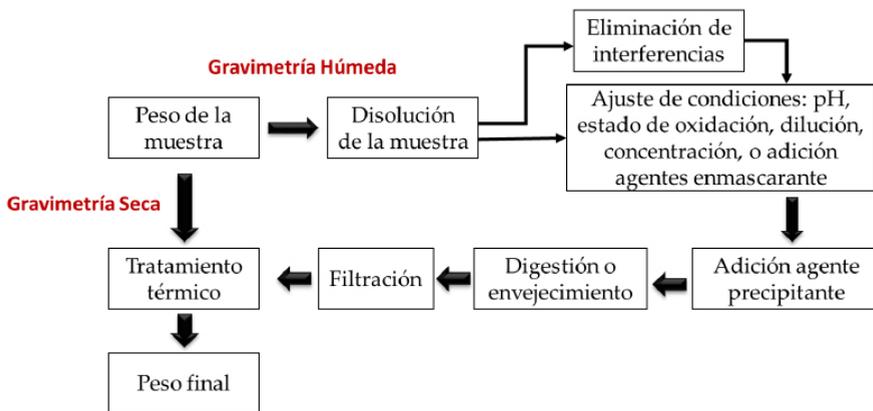


Figura 5. 1. Diagrama procedimental de una gravimetría.

Fuente: elaboración propia.

Los alcances de la gravimetría dependen de factores propios del analista, por ejemplo, la selectividad, asociada con la elección adecuada del agente precipitante, y la precisión, referida a la experticia para hacer del proceso lo más repetitivo posible. Por otro lado, hay aspectos propios de la muestra que permiten obtener buenos resultados. Concentraciones superiores al 1 % del contenido de analito en la muestra propenden por una mejor sensibilidad. En exactitud, valores entre el 1 %-2 % permiten asegurar los cálculos estequiométricos [2].

Algunos aspectos que se resaltan de la gravimetría es que no requiere la utilización de estándares, calibración o usar equipos instrumentales de alto costo. En contraposición, los procedimientos son lentos y requieren de altas cantidades de reactivos.

Se han desarrollado métodos gravimétricos para determinar aniones inorgánicos, tales como sulfato, fosfato, cloruro, silicatos, etc. De igual manera, se pueden analizar cationes inorgánicos, como calcio, magnesio, hierro, aluminio, potasio, entre otros. Las especies neutras pueden ser estudiadas utilizando tratamientos térmicos adecuados. Algunos ejemplos son la determinación de humedad, dióxido de azufre, dióxido de carbono y halógenos. Si se utilizan adecuados agentes quelantes, que permitan obtener precipitados, se puede hacer un análisis de sustancias orgánicas, como lactosa, colesterol, benzaldehído, por mencionar algunas [3].

Las aplicaciones de la gravimetría permiten hacer análisis de rutina a nivel industrial, como son la determinación de humedad, fibra bruta en diversos alimentos, sulfatos en aguas de diversas procedencias, calcio y lactosa en productos lácteos, colesterol en cereales y benzaldehído en extractos de almendras.

### 5.2 GRAVIMETRÍA HÚMEDA

El producto gravimétrico debe ser insoluble, fácilmente filtrable, presentar una alta pureza y, fundamentalmente, se debe conocer con certeza la composición. Por lo general la técnica gravimétrica se optimiza desde diferentes miradas, pero la más importante es la utilización del agente precipitante más adecuado. Acorde con las condiciones objeto de estudio se busca que el precipitado presente partículas grandes, cuya filtración sea favorecida en papel filtro tipo cuantitativo, cuyos cristales presenten diámetros superiores a los 100 nm.

La formación de los cristales puede seguir varias rutas dependiendo de las condiciones intrínsecas del producto a formar y de las que le acompañan. El tamaño de la partícula del precipitado está relacionado con una propiedad del sistema, llamada

*sobresaturación relativa (SR)*. Modificar este parámetro permite el control del tamaño de las partículas y la facilidad para su filtración. *SR* viene dado por:

$$SR = \frac{Q-S}{S}$$

Donde *Q* es la concentración soluto en un instante dado y *S* la solubilidad soluto en el equilibrio. Valores altos de *SR* generan que el producto de la reacción forme sistemas coloidales de baja filtrabilidad y, por el contrario, valores bajos favorecen la formación cristales.

El mejoramiento en la formación de cristales se puede lograr aumentando la solubilidad del soluto con incrementos de temperatura y control del pH. Así mismo, se puede optar por disminuir la concentración del soluto trabajando soluciones diluidas, en constante agitación, y haciendo la adición del agente precipitante lo más lento posible para que los pseudo equilibrios que se van formando favorezcan el incremento de *SR*.

La formación de un cristal comienza con una semilla o nucleación, que corresponde al agrupamiento de una cantidad mínima de átomos, iones o moléculas que forman un sólido estable denominado “*núcleo*”. Este proceso se puede lograr de manera espontánea o induciéndolo. Posteriormente, dependiendo de las condiciones, se presenta el crecimiento, el cual se realiza de manera tridimensional al núcleo, creando una estructura sólida con características cristalinas; su geometría y empaquetamiento estarán asociadas con los tamaños de las sustancias que le constituyen y de los intersticios que se crean entre ellos.

La técnica gravimétrica busca la formación de cristales durante el proceso de precipitación, dado que un favorecimiento de la nucleación genera especies no sedimentables, de pequeños tamaños, denominados coloidales de baja filtrabilidad. Se sugiere hacer la adición del agente precipitante de manera lenta, en caliente y constante agitación, y posteriormente hacer digestiones largas en quietud, donde la velocidad de formación del precipitado sea lenta. La digestión consiste en calentar la disolución durante un tiempo largo, una vez que se ha formado el precipitado para eliminar el agua enlazada, y a su vez, mantener el precipitado en las aguas madres para aumentar su tamaño de partícula.

### 5.2.1 Características del agente precipitante

Los agentes precipitantes suelen ser tanto de características inorgánicas como orgánicas. Los primeros son poco selectivos y obligan a la realización de diseños de esquemas de separación, pero con el analito forman óxidos o sales poco solubles, que en gran parte de ellos requieren calcinaciones que generan material muy estable a condiciones ambientales, como en la determinación de su masa. Los agentes precipitantes orgánicos son más selectivos y específicos. Utiliza habitualmente agentes quelantes que forman productos de coordinación sin carga, de características poco solubles. No requieren utilizar tratamientos térmicos a altas temperaturas; habitualmente el calentamiento está asociado con la eliminación de humedad. En la Tabla 5.1 se evidencian precipitaciones analíticas representativas para algunos iones.

Tabla 5. 1. Aplicaciones gravimétricas con agentes precipitantes inorgánicos.

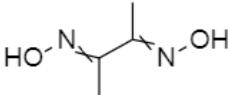
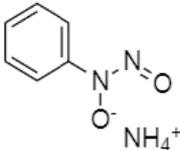
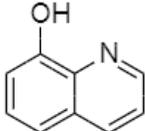
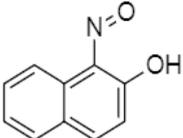
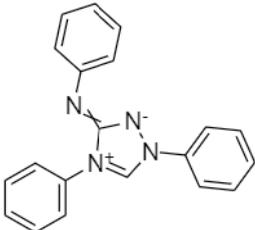
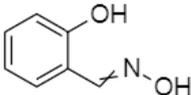
Analito	Forma precipitada	Forma pesada	Tratamiento térmico (°C)	Interferencias
Al <sup>3+</sup>	Alq <sub>3</sub>	Alq <sub>3</sub>	100	Muchos metales
Ba <sup>2+</sup>	BaSO <sub>4</sub>	BaSO <sub>4</sub>	100	Na <sup>+</sup> , K <sup>+</sup> , Li <sup>+</sup> , Ca <sup>+2</sup> , Al <sup>3+</sup> , Cr <sup>3+</sup> , Fe <sup>3+</sup> , Sr <sup>2+</sup> , Pb <sup>2+</sup> , NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>
Br <sup>-</sup>	AgBr	AgBr	100	Cl <sup>-</sup> , I <sup>-</sup> , SCN <sup>-</sup> , S <sup>2-</sup> , S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>2-</sup> , CN <sup>-</sup>
Ca <sup>2+</sup>	CaC <sub>2</sub> O <sub>4</sub> , H <sub>2</sub> O	CaCO <sub>3</sub> CaO	200-600 >600	Muchos metales excepto Mg <sup>2+</sup> , Na <sup>+</sup> , K <sup>+</sup>
Cr <sup>3+</sup>	PbCrO <sub>4</sub>	PbCrO <sub>4</sub>	100	Ag <sup>+</sup> , NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>
Ce <sup>4+</sup>	Ce(IO <sub>3</sub> ) <sub>4</sub>	CeO <sub>2</sub>		Th <sup>4+</sup> , Ti <sup>4+</sup> , Zr <sup>4+</sup>
ClO <sub>4</sub> <sup>-</sup>	KClO <sub>4</sub>	KClO <sub>4</sub>	100	
Co <sup>2+</sup>	Co(1-nitroso-2-naftolato) <sub>3</sub>	CoSO <sub>4</sub> por reacción con H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>		Fe <sup>3+</sup> , Pd <sup>2+</sup> , Zr <sup>4+</sup>
CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	CO <sub>2</sub> (acidificación)	CO <sub>2</sub>	>200	
Cu <sup>2+</sup>	CuSCN	CuSCN	100	NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> , Pb <sup>2+</sup> , Hg <sup>2+</sup> , Ag <sup>+</sup>

Analito	Forma precipitada	Forma pesada	Tratamiento térmico (°C)	Interferencias
F <sup>-</sup>	(C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>3</sub> SnF	(C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>3</sub> SnF	100	Muchos metales excepto los alcalinoterreros, SiO <sub>4</sub> <sup>4-</sup> , CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>
Fe <sup>3+</sup>	Fe(HCO <sub>2</sub> ) <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		Muchos metales
K <sup>+</sup>	KB(C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>4</sub>	KB(C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>4</sub>	100	NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> , Hg <sup>2+</sup> , Ag <sup>+</sup> , Tl <sup>+</sup> , Rb <sup>+</sup> , Cs <sup>+</sup>
Mg <sup>2+</sup>	Mg(NH <sub>4</sub> )PO <sub>4</sub> ·6H <sub>2</sub> O	MgP <sub>2</sub> O <sub>7</sub>		Muchos metales como Zn <sub>2+</sub> , Mn <sub>2+</sub> , excepto Na <sup>+</sup> , K <sup>+</sup>
Ni <sup>2+</sup>	Ni(dmg) <sub>2</sub>	Ni(dmg) <sub>2</sub>	100	Pd <sup>2+</sup> , Pt <sup>2+</sup> , Bi <sup>3+</sup> , Au <sup>3+</sup>
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	Nitron nitrato	Nitron nitrato	100	ClO <sub>4</sub> <sup>-</sup> , I <sup>-</sup> , SCN <sup>-</sup> , CrO <sub>4</sub> <sup>-</sup> , ClO <sub>3</sub> <sup>-</sup> , NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> , Br <sup>-</sup> , C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> <sup>2-</sup>
Pb <sup>2+</sup>	PbSO <sub>4</sub>	PbSO <sub>4</sub>	100	Ca <sup>2+</sup> , Sr <sup>2+</sup> , Ba <sup>2+</sup> , Hg <sup>2+</sup> , Ag <sup>+</sup> , HCl, HNO <sub>3</sub>
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	Mg(NH <sub>4</sub> )PO <sub>4</sub> ·6H <sub>2</sub> O	MgP <sub>2</sub> O <sub>7</sub>		Muchos metales excepto Na <sup>+</sup> , K <sup>+</sup>
Sn <sup>4+</sup>	Sn(cupferron) <sub>4</sub>	SnO <sub>2</sub>	500	Cu <sup>2+</sup> , Pb <sup>2+</sup> , As <sup>3+</sup>
Ti <sup>4+</sup>	TiO(5,7-dibromo-8hidroxiquinolina) <sub>2</sub>	TiO(5,7-dibromo-8hidroxiquinolina) <sub>2</sub>	100	Fe <sup>3+</sup> , Zr <sup>4+</sup> , Cu <sup>2+</sup> , C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> <sup>2-</sup> , HF
VO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	Hg <sub>3</sub> VO <sub>4</sub>	V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>		Cl <sup>-</sup> , Br <sup>-</sup> , I <sup>-</sup> , SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> , CrO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> , AsO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> , PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>

Alq<sub>3</sub> = Al(8-hidroxiquinolato)<sub>3</sub>  
 Ni(dmg)<sub>2</sub> = Ni(dimetilglioximato)<sub>2</sub>  
 Fuente: [1-5].

En la Tabla 5.2 se observan algunos agentes precipitantes orgánicos.

Tabla 5. 2. Aplicaciones gravimétricas con agentes precipitantes orgánicos.

Nombre	Estructura	Algunos iones que precipita
Dimetilglioxima		$\text{Ni}^{2+}$ , $\text{Pd}^{2+}$ , $\text{Pt}^{2+}$
Cupferron		$\text{Fe}^{3+}$ , $\text{VO}_2^+$ , $\text{Ti}^{4+}$ , $\text{Zr}^{4+}$ , $\text{Ce}^{4+}$ , $\text{Ga}^{3+}$ , $\text{Sn}^{4+}$
8-Hidroxiquinolina		$\text{Mg}^{2+}$ , $\text{Zn}^{2+}$ , $\text{Cu}^{2+}$ , $\text{Cd}^{2+}$ , $\text{Pb}^{2+}$ , $\text{Al}^{3+}$ , $\text{Fe}^{3+}$ , $\text{Bi}^{3+}$ , $\text{Ga}^{3+}$ , $\text{Th}^{4+}$ , $\text{Zr}^{4+}$ , $\text{UO}_2^{2+}$ , $\text{TiO}^{2+}$
1-Nitro-2-naftol		$\text{Co}^{2+}$ , $\text{Fe}^{3+}$ , $\text{Pd}^{2+}$ , $\text{Zr}^{4+}$
Nitron		$\text{NO}_3^-$ , $\text{ClO}_4^-$ , $\text{BF}_4^-$ , $\text{WO}_4^{2-}$
Salicilaldoxima		$\text{Cu}^{2+}$ , $\text{Pb}^{2+}$ , $\text{Bi}^{3+}$ , $\text{Zn}^{2+}$ , $\text{Ni}^{2+}$ , $\text{Pd}^{2+}$

Fuente: [1-5].

### 5.2.2 Características del precipitado

El precipitado formado durante la gravimetría debe cumplir ciertos requerimientos fisicoquímicos que garanticen la confiabilidad analítica del método. Prevalcen los siguientes [4]:

- Exhibir una reacción específica (selectiva en condiciones adecuadas) entre agente precipitante y analito.
- Precipitado fácilmente filtrable (tamaño partícula adecuado) y lavable para quedar libre de contaminantes.
- El precipitado debe tener una constante de solubilidad ( $K_s$ ) muy baja para que las pérdidas del analito durante la filtración y el lavado sean despreciables.
- Ser estable ante agentes atmosféricos (humedad,  $O_2$ ,  $CO_2$ ) que no incrementen o disminuyan su masa.
- El precipitado debe tener una composición estequiométrica perfectamente conocida después de secar o calcinar, si fuera necesario.

### 5.2.3 Coprecipitación

En la reacción de precipitación suelen darse el fenómeno de coprecipitación, el cual está asociado, como su nombre lo detalla, a la precipitación de sustancias indeseables con el precipitado de interés. Los tipos de coprecipitación varían acorde a los mecanismos de cristalización que evidencia el precipitado y de las condiciones en las cuales se realizó la reacción [5].

Entre el tipo de impurezas se tienen:

- **Oclusión:** un contraión de características similares y competitivas toma posicionamiento en la red cristalina. Este tipo de impureza es difícil de eliminar con lavados al filtrado, por lo cual requiere hacer redisoluciones del cristal.
- **Atrapamiento:** una sustancia extraña al sistema cristalino es atrapado entre uno o más sólidos. Normalmente esta impureza es la más fácil de eliminar con la utilización de un líquido de afinidad en polaridad o afinidad.
- **Adsorción:** el contaminante presenta, por fuerzas intermoleculares, atracción a la superficie del sólido. Normalmente se puede extraer utilizando solventes que logren romper las fuerzas intermoleculares por criterios de afinidad en polaridad. El precipitado no requiere, en los mayores de los casos, una redisolución.
- **Cristal mixto:** este tipo de coprecipitación está asociada a la baja selectividad que presenta el agente precipitante, que hace que el cristal tenga características asimétricas en la composición. No es apto para la técnica gravimétrica, exceptuando que se realice un diseño de análisis que permita estimar la composición de una de las especies para poder restarla a la masa del precipitado formado.

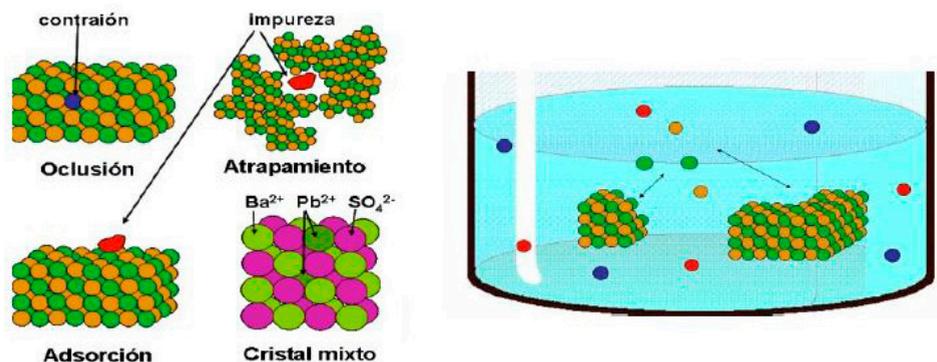


Figura 5. 2. Esquema de las coprecipitaciones.

Fuente: [6].

Como se ha mencionado con anterioridad, una forma de eliminar la coprecipitación es la redisolución del precipitado; sin embargo, se puede optar por la precipitación homogénea, la cual mediante una reacción química se genera *in situ* el agente precipitante. Esta técnica permite formar precipitados con buen tamaño de partícula y poco contaminados, al presentar un alto RS y una baja oclusión, dado que al formar *in situ* el agente precipitante se inhibe la captura de contraiones en el sistema cristalino (Tabla 5.3).

Tabla 5. 3. Reactivos más utilizados en las precipitaciones homogéneas.

Precipitante generado	Reactivo de procedencia	Reacción de formación <i>in situ</i>	Elementos precipitados
$C_2O_4^{2-}$	Dimetil oxalato	$C_4O_4H_6 + 2H_2O \rightarrow 2CH_3OH + C_2O_4^{2-} + 2H^+$	Ca, Mg, Zn
$CrO_4^{2-}$	Ion crómico con bromato	$2Cr^{3+} + BrO_3^- + 5H_2O \rightarrow 2CrO_4^{2-} + Br^- + 10H^+$	Pb
$OH^-$	Urea	$(H_2N)_2CO + 3H_2O \rightarrow CO_2 + 2NH_4^+ + 2OH^-$	Al, Ga, Th, Bi, Fe, Sn
$OH^-$	Cianato de potasio	$HOCN + 2H_2O \rightarrow NH_4^+ + CO_2 + OH^-$	Cr, Fe
$PO_4^{3-}$	Trimetil fosfato	$(CH_3O)_3PO + 3H_2O \rightarrow 3CH_3OH + PO_4^{3-} + 3H^+$	
$S^{2-}$	Tioacetamida	$C_2NSH_5 + H_2O \rightarrow C_2NOH_5 + H_2S$	Sb, Mo, Cu, Cd
$SO_4^{2-}$	Ácido sulfámico	$H_3NSO_3 + H_2O \rightarrow NH_4^+ + SO_4^{2-} + H^+$	Ba, Ca, Sr, Pb

Fuente: [1-5].

Todo precipitado debe someterse a lavado para eliminar contaminantes atrapados a adsorbidos. La selección debe estar acorde a las necesidades del precipitado formado, pero en un contexto analítico eficiente, se debe garantizar que el líquido de lavado no reaccione con el precipitado, de tal manera que dé lugar a contaminaciones indeterminadas de cristales mixtos. En este sentido, debe ser susceptible a ser eliminado por calentamiento térmico, tener un electrolito inerte y no presentar ion común con el precipitado.

La filtración del precipitado debe garantizar que el sólido formado sea colectado en su totalidad. Para ello se utilizan filtros de vidrio que previamente han sido térmicamente tratados, para evitar cambios en el peso durante el secado de este, o se utiliza papel filtro de calidades cuantitativas, de poro pequeño, inferior a 30  $\mu\text{m}$ . Los métodos clásicos de filtración, como la filtración al vacío y la succión por gravedad, son aplicables, aunque se sugiere realizar la succión a gravedad cuando se trabaja con material particulado de diámetros pequeños, de tal manera que el vacío no propicie la evacuación del precipitado en las aguas filtrantes.

### 5.3 GRAVIMETRÍA SECA O DE VOLATILIZACIÓN

En la gravimetría seca se somete la muestra a tratamientos térmicos controlados, donde experimenta pérdida de masa debido a la volatilización de especies [1]. Es de crucial importancia conocer los termogramas para establecer específicamente a qué temperaturas presenta desprendimiento de las moléculas volátiles.

En la Figura 5.3 es observable la pérdida de  $\text{H}_2\text{O}$  y  $\text{CO}_2$  del  $\text{MgC}_2\text{O}_4$  y  $\text{CaC}_2\text{O}_4$ , la pérdida de agua del  $\text{AgCl}$  y la reorganización alotrópica del  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ .

### 5.4 ESTRATEGIAS Y CÁLCULOS GRAVIMÉTRICOS

En las gravimetrías se distinguen diferentes estrategias para realizar las determinaciones del analito. En todas ellas es necesario conocer la reacción involucrada para establecer la estequiometría.

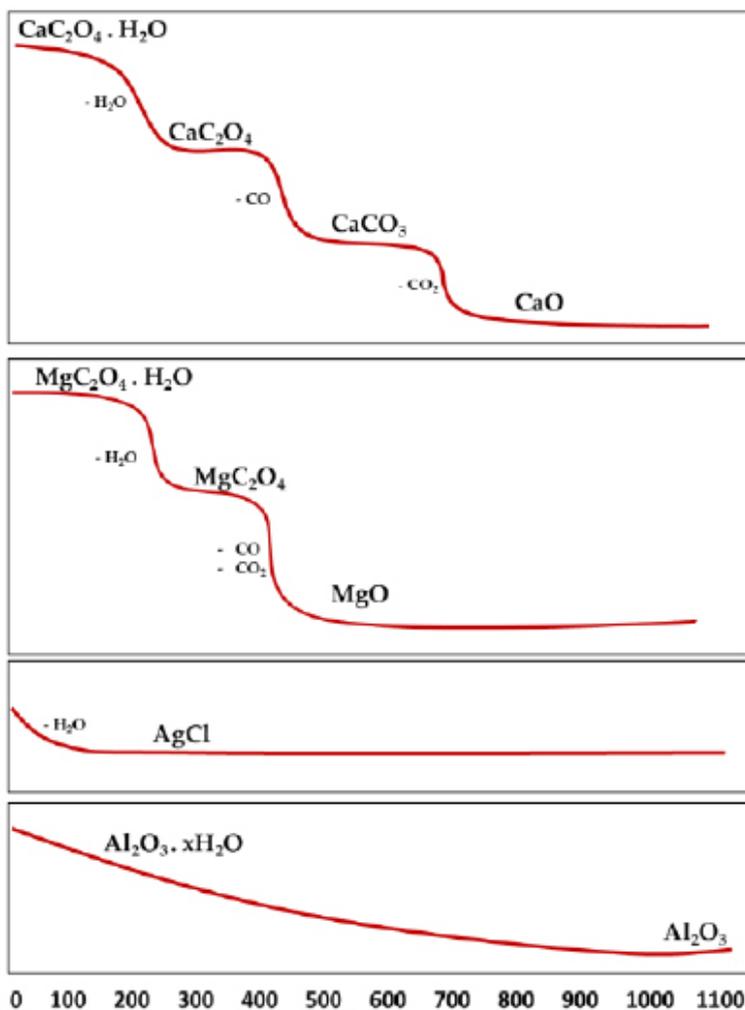


Figura 5. 3. Termogramas de algunas especies químicas.

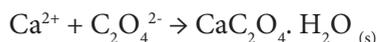
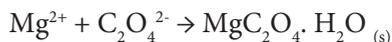
Fuente: elaboración propia.

**a. Precipitación simultánea con tratamiento térmico diferente:** un agente precipitante reacciona con dos analitos, pero se distinguen por la pérdida de masa en el tratamiento térmico.

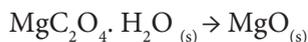
Una muestra que contiene *únicamente* calcio y magnesio se sometió a precipitación con oxalato de amonio. Los precipitados se calentaron a 500 °C para obtener carbonato de calcio y óxido de magnesio con una

masa de 0.5776 g. Posteriormente se sometió a calcinación a 900 °C, obteniendo un residuo de los óxidos de calcio y magnesio de 0.3407 g. Calcule la masa de óxido de calcio en la muestra.

Las reacciones de precipitación son las siguientes:



Las reacciones para el primer tratamiento térmico a 500°C son:



Finalmente, las reacciones en la calcinación son:



Los datos establecen que:

$$0.5776 \text{ g} = \text{g CaCO}_3 + \text{g MgO}$$

$$0.3407 \text{ g} = \text{g CaO} + \text{g MgO}$$

La pérdida de peso que hay entre los dos tratamientos térmicos se debe al  $\text{CO}_2$  que libera el  $\text{CaCO}_3$ , dado que el  $\text{MgO}$  no sufre cambios a 900 °C. La cantidad de  $\text{CO}_2$  es de 0.2369 g.

Se puede pasar estequiométricamente la masa de  $\text{CO}_2$  a masa  $\text{CaO}$  de la siguiente manera:

$$g \text{ CaO} = 0.2369 \text{ g CO}_2 \left( \frac{56 \text{ g CaO}}{44 \text{ g CO}_2} \right) \left( \frac{1 \text{ mol CaO}}{1 \text{ mol CO}_2} \right) = 0.3015 \text{ g CaO}$$

Factor      Factor  
Gravimétrico   Estequiométrico

**Una muestra contiene varios analitos:** realizan varios procedimientos gravimétricos de tal manera que se esgrime el contenido en la muestra.

## Notas de química analítica con prácticas de laboratorio

Una muestra de 0.6800 g da un residuo que pesa 0.2202 g de  $\text{CaCO}_3$ . El análisis del residuo indica que tiene 2.10 % de magnesio en forma de  $\text{MgCO}_3$ . Calcular el porcentaje de  $\text{CaO}$  en la muestra.

Para resolver este ejercicio se debe, en primera instancia, establecer la masa de  $\text{MgCO}_3$  en el residuo y posteriormente restársela al valor del  $\text{CaCO}_3$ .

$$\frac{2.10 \text{ g MgCO}_3}{100 \text{ residuo}} \times 0.2202 \text{ g residuo} = 4.62 \times 10^{-3} \text{ g MgCO}_3$$

Con este valor se establece la masa real de  $\text{CaCO}_3$  en el residuo:

$$0.2202 \text{ g Residuo} - 4.62 \times 10^{-3} \text{ g MgCO}_3 = 0.2156 \text{ g CaCO}_3$$

Por estequiometría se puede convertir la masa de  $\text{CaCO}_3$  en g de  $\text{CaO}$ .

$$0.2156 \text{ g CaCO}_3 \times \left( \frac{56.08 \text{ g CaO}}{100.09 \text{ g CaCO}_3} \right) \times \left( \frac{1 \text{ mol CaO}}{1 \text{ mol CaCO}_3} \right) = 0.1208 \text{ g CaO}$$

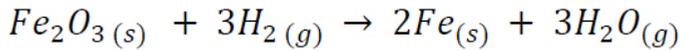
$$\frac{0.1208 \text{ g CaO}}{0.6800 \text{ g muestra}} \times 100 = 17.76 \% \text{ de CaO}$$

Otro ejemplo de este sistema:

Una mezcla que solo contiene  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  pesa 2 019 g. Cuando se calienta en flujo de  $\text{H}_2$ , el  $\text{Al}_2\text{O}_3$  permanece sin cambio, pero el  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  se convierte en  $\text{Fe}$  metálico y  $\text{H}_2\text{O}$  (g). Si el residuo pesa 1 774 g, determine:

- El porcentaje en peso de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  en la mezcla original.
- La cantidad de  $\text{Fe}$  metálico obtenido.
- El porcentaje de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  en la muestra.

La resolución de este ejercicio se hace en varias etapas. Primero se debe reconocer que el cambio de masa es debido a la reacción que sufre el  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  a  $\text{Fe}$ , dado que el agua se evapora.



Es decir que la cantidad de oxígenos que se pierden en el sistema en forma de agua está asociada con la pérdida de peso del sólido.

$$2.019 \text{ g mezcla} - 1.774 \text{ g residuo} = \text{g O perdidos}$$

$$0.245 \text{ g O} \times \left( \frac{1 \text{ mol O}}{16 \text{ g O}} \right) \left( \frac{1 \text{ mol } Fe_2O_3}{3 \text{ mol O}} \right) \left( \frac{159.66 \text{ g } Fe_2O_3}{1 \text{ mol } Fe_2O_3} \right) = 0.815 \text{ g } Fe_2O_3$$

$$\frac{0.815 \text{ g } Fe_2O_3}{2.019 \text{ g muestra}} \times 100 = 40.37 \% Fe_2O_3$$

La cantidad de Fe metálico obtenido sería:

$$0.815 \text{ g } Fe_2O_3 \times \left( \frac{1 \text{ mol } Fe_2O_3}{159.66 \text{ g } Fe_2O_3} \right) \left( \frac{2 \text{ mol Fe}}{1 \text{ mol } Fe_2O_3} \right) \left( \frac{55.85 \text{ g Fe}}{1 \text{ mol Fe}} \right) = 0.570 \text{ g Fe}$$

Dado la muestra solo contiene  $Al_2O_3$  y  $Fe_2O_3$ , el porcentaje del óxido de aluminio es:

$$100 \% - 40.37 \% Fe_2O_3 = 59.63 \% Al_2O_3$$

**Una muestra contiene dos analitos que reaccionan con el mismo agente precipitante:** solo se miden la masa inicial de la muestra y el precipitado final producto de la reacción.

0.5000g de una muestra de LiCl y KCl se convierten en 0.6227 g de  $Li_2SO_4$  y  $K_2SO_4$ . Determine el porcentaje de Cl en la muestra original.

Este tipo de ejercicios requiere plantear dos ecuaciones con dos incógnitas, dado que se desconoce el porcentaje de LiCl y KCl en la muestra original. De tal manera que:

$$0.5000 \text{ g} = X \text{ g LiCl} + Y \text{ g KCl}$$

Seguidamente se convierten con los factores gravimétrico y estequiométrico los X g de LiCl en  $Li_2SO_4$ , y los Yg de KCl en  $K_2SO_4$ .

## Notas de química analítica con prácticas de laboratorio

$$0.6227 \text{ g} = X \text{ g LiCl} \left( \frac{109.94 \text{ g Li}_2\text{SO}_4}{42.39 \text{ g LiCl}} \right) \left( \frac{1 \text{ mol Li}_2\text{SO}_4}{2 \text{ mol LiCl}} \right) + Y \text{ g KCl} \left( \frac{174.22 \text{ g K}_2\text{SO}_4}{74.56 \text{ g KCl}} \right) \left( \frac{1 \text{ mol K}_2\text{SO}_4}{2 \text{ mol KCl}} \right)$$
$$0.6227 \text{ g} = 1.2968 X \text{ g Li}_2\text{SO}_4 + 1.1683 Y \text{ g K}_2\text{SO}_4$$

Los dos sistemas con dos incógnitas se pueden resolver de múltiples formas. Aquí expresaremos por determinantes:

$$0.5000 = X + Y$$

$$0.6227 = 1.2968 X + 1.1683 Y$$

$$X = \frac{\begin{vmatrix} 0.5000 & 1 \\ 0.6227 & 1.1683 \end{vmatrix}}{\begin{vmatrix} 1 & 1 \\ 1.2968 & 1.1683 \end{vmatrix}}$$

$$X = \frac{(0.5000 \times 1.1683) - (0.6227 \times 1)}{(1 \times 1.1683) - (1.2968 \times 1)} = 0.3000 \text{ g LiCl}$$

$$0.5000 \text{ g} - 0.3000 \text{ g LiCl} = 0.2000 \text{ g KCl}$$

Con los valores de KCl y LiCl se puede determinar el contenido de Cl en la muestra:

$$0.3000 \text{ g LiCl} \left( \frac{35.45 \text{ g Cl}}{42.39 \text{ g LiCl}} \right) \left( \frac{1 \text{ mol Cl}}{1 \text{ mol de LiCl}} \right) + 0.2000 \text{ g KCl} \left( \frac{35.45 \text{ g Cl}}{74.56 \text{ g LiCl}} \right) \left( \frac{1 \text{ mol Cl}}{1 \text{ mol de KCl}} \right) = 0.3460 \text{ g Cl}$$

Luego el porcentaje de Cl es:

$$\frac{0.3460 \text{ g Cl}}{0.5000 \text{ g muestra}} \times 100 = 69.20 \% \text{ de Cl}$$

## 5.5 PRÁCTICAS DE LABORATORIO EN GRAVIMETRÍA

### 5.5.1 Determinación de humedad y cenizas

El contenido de humedad influye en las propiedades físicas de una sustancia: peso, densidad, viscosidad, índice de refracción, conductividad eléctrica y muchas otras. Para determinar este contenido se utilizan técnicas químicas, termogravimétricas o de desecación [7].

La mayoría de los productos naturales contienen humedad. El contenido de agua por sí mismo es raramente interesante. Por el contrario, muestra si un producto que se pretende comercializar y producir tiene propiedades estándares como:

- Aptitud para almacenamiento.
- Aglomeración, en el caso de tratarse de un polvo.
- Estabilidad microbiológica.
- Propiedades de flujo y viscosidad.
- Peso en seco.
- Concentración o pureza.
- Grado comercial (cumplimiento de los acuerdos de calidad).
- Valor nutricional del producto.
- Conformidad legal (regulaciones normativas en cuanto a alimentación).

Existen varios métodos para determinar la humedad. En esta práctica se utilizará el método de secado al horno (horno convencional a 130 °C y calcinado en mufla). En general, la muestra se calienta bajo condiciones específicas y su pérdida de peso se utiliza para calcular el contenido de humedad de esta. El valor del contenido de humedad obtenido es alto, dependiente del tipo de horno que se va a utilizar, las condiciones del horno y el tiempo, así como la temperatura de secado [8]. Estos métodos de secado son simples y muchos hornos permiten el análisis simultáneo de grandes números de muestras. El tiempo requerido para el análisis puede ser de unos cuantos minutos hasta más de 24 horas.

El porcentaje de humedad se calcula según la siguiente fórmula:

$$\% \text{ humedad} = \frac{P_h - P_s}{P_h} * 100$$

Siendo:

$P_h$  = peso de la muestra húmeda.

$P_s$  = peso de la muestra seca.

Tanto la leche condensada como la leche evaporada se clasifican como leches concentradas y se definen como aquellas que han sido privadas parcialmente de su contenido de agua (entre el 55 % y el 60 % en ambos los casos), con la consiguiente disminución de peso y volumen y el incremento de la densidad y viscosidad del producto final. La diferencia esencial entre ambos tipos de leches concentradas radica en el hecho de que el proceso de elaboración de la leche condensada incluye, además la adición de sacarosa y dextrosa, en otras palabras, de azúcar; de ahí que este producto se conozca también con el nombre de leche concentrada azucarada [9].

El porcentaje de cenizas es un indicador del contenido de óxidos metálicos que contiene una muestra después de un calentamiento en mufla de altas temperatura (superiores a 600 °C), y es un criterio de calidad del producto. Algunas normas nacionales e internacionales exigen que el contenido de cenizas se encuentre en un rango determinado.

El porcentaje de cenizas viene dado por:

$$\% \text{ cenizas} = \frac{P_{cc} - P_c}{\text{peso muestra}} * 100$$

Donde:

$P_{cc}$  = peso del crisol con cenizas.

$P_c$  = peso del crisol.

Tabla 5. 4. Competencias esperadas en determinaciones gravimétricas secas.

Competencias esperadas en determinaciones gravimétricas secas	
<b>Conceptuales</b>	Reconoce la gravimetría seca como técnica analítica de análisis.
	Relaciona la masa que se pierde por calentamiento con el porcentaje de humedad.
	Establece el contenido de cenizas de una muestra mediante el residuo de calcinación asociado con óxidos metálicos en la muestra.
<b>Procedimentales</b>	Analiza mediante un estudio de “verdosidad” si la práctica de laboratorio cumple con los principios de la química verde y propone la sustitución o re-escalamiento de reactivos tóxicos y peligrosos por otras alternativas que permitan cumplir la apropiación de los conocimientos en las áreas tratadas.
	Trabaja colaborativamente en equipo hacia la resolución de problemas prácticos que conlleven el reconocimiento y aplicación de conceptos.
<b>Actitudinales</b>	Fomenta la capacidad autónoma que conlleva la preservación del medio ambiente.
	Reconoce y aplica las buenas prácticas de laboratorio (BPL).

Fuente: elaboración propia.

Tabla 5. 5. Materiales y equipos, práctica determinación de humedad y cenizas.

Material	Cantidad
Capsula de humedad	2
Crisol de porcelana	1
Desecador con silica gel	1
Frascos de vidrio con tapadera	2
Espátula	1
Tamiz	1
Mufla a 600 °C*	1
Horno de secado*	1

Cantidad necesaria para cada grupo. UM: unidad de medida.

\* Cantidad para todos los grupos.

Fuente: elaboración propia.

Tabla 5. 6. Reactivos y soluciones, práctica determinación de humedad y cenizas.

Reactivo o solución	UM
Papel filtro cuantitativo	1
Leche en polvo*	3 g
Leche condensada*	3 g

Cantidad necesaria para cada grupo.

\* Suministrada por los estudiantes.

Fuente: elaboración propia.

## Determinación de humedad

Trasvasar toda la muestra en polvo a un frasco seco y tapado, que tenga un volumen igual al doble, aproximadamente, del de la muestra. Mezclar por rotación y agitación. En el caso de que no se pueda obtener una homogenización completa por este procedimiento, extraer, con el objeto de realizar determinaciones paralelas, dos muestras en dos puntos, lo más distantes posible el uno del otro.

Colocar la cápsula destapada y la correspondiente tapa en la estufa de desecación durante una hora, a la temperatura de  $105 \pm 2$  °C. Colocar la tapa sobre la cápsula y pasarla de la estufa al desecador. A continuación enfriar a temperatura ambiente y pesar. Introducir aproximadamente 1 g de muestra en la cápsula, taparla y pesar rápidamente con la mayor exactitud posible. Destapar la cápsula y colocarla con su tapa en la estufa a una temperatura de  $105 \pm 2$  °C durante dos horas. Volver a colocar la tapa, poner la cápsula en la desecadora, dejar enfriar a temperatura ambiente y pesar rápidamente con la mayor exactitud posible. Calentar la cápsula abierta a  $102 \pm 2$  °C en la estufa durante una hora suplementaria. Volver a tapar y dejar enfriar en la desecadora a temperatura ambiente. Pesar de nuevo. Repetir la operación hasta que las pesadas sucesivas no difieran en más de 0.0005 g. La desecación se acaba aproximadamente en dos horas.

## Determinación de humedad en muestras líquidas

Quitar la tapa de la cápsula y colocar la tapa y la cápsula en la estufa a una temperatura de  $105 \pm 2$  °C durante una hora. Volver a poner la tapa, transferir la cápsula al desecador y dejar enfriar hasta alcanzar la temperatura ambiente. Pesar con una precisión de 0.1 mg.

Colocar en la cápsula uno o dos gramos de la muestra, poner la tapa sobre la cápsula y proceder rápidamente a pesar la cápsula equipada de su tapa, con una precisión de 0.1 mg. Retirar la tapa y colocar la cápsula y la tapa en la estufa durante dos horas. Poner de nuevo la tapa, transferir la cápsula tapada al desecador y dejar enfriar hasta alcanzar la temperatura ambiente. Pesarse rápidamente con una precisión de 0.1 mg.

Destapar la cápsula y calentar, junto con su tapa, durante una hora en la estufa. Colocar de nuevo la tapa, transferir la cápsula tapada al desecador y dejar enfriar hasta alcanzar temperatura ambiente. Pesarse rápidamente con una precisión de 0.1 mg. Una vez se haya pesado nuevamente, someter la muestra a calentamiento hasta que dos pesadas no difieran en más de 0.5 mg.

### **Determinación del porcentaje de cenizas**

Atemperar el crisol de porcelana a 250 °C por espacio de una hora. Pase al desecador y deje enfriar por lo menos una hora o hasta que el peso se vuelva constante. Pese el crisol con una precisión de 0.1 mg.

Agregue aproximadamente 1,0 g de muestra en un papel filtro libre de ceniza. Posteriormente envuelva el papel filtro y colóquelo en el crisol de porcelana, teniendo la precaución de dejar las puntas del papel hacia abajo. Proceda a calentar con el mechero el crisol de porcelana hasta que el papel filtro se calcine. Posteriormente pase el crisol de porcelana a la mufla a 600 °C por una hora o hasta obtener cenizas blancas. A continuación pase el crisol a un desecador por una hora. Seguidamente pese el crisol. Una vez pesada nuevamente, someter la muestra a calentamiento hasta que dos pesadas no difieran en más de 0.5 mg.

### **Tratamiento de residuos**

La práctica no deja residuos peligrosos.

### **Actividad preliminar a la práctica**

- Realizar en la bitácora del laboratorio la “verdosidad” de la práctica, acorde a metodología planteada en el capítulo II.

### **Actividades posteriores a la práctica**

- Calcule la pérdida de masa de la muestra durante el proceso de desecación, expresada en porcentaje de la masa.



Tabla 5. 7. Competencias esperadas en determinación gravimétrica de níquel.

Competencias esperadas en determinación gravimétrica de níquel	
<b>Conceptuales</b>	Reconoce la gravimetría como técnica analítica, donde se obtiene un precipitado de un analito en presencia de un agente precipitante.
<b>Procedimentales</b>	Establece el contenido de níquel en una aleación por gravimetría. Evalúa las partes que involucran la gravimetría sin calcinación, utilizando un ligando como agente precipitante.
	Analiza mediante un estudio de “verdosis” si la práctica de laboratorio cumple con los principios de la química verde y propone la sustitución o re-escalamiento de reactivos tóxicos y peligrosos por otras alternativas que permitan cumplir la apropiación de los conocimientos en las áreas tratadas.
<b>Actitudinales</b>	Trabaja colaborativamente en equipo hacia la resolución de problemas prácticos que conllevan el reconocimiento y aplicación de conceptos.
	Fomenta la capacidad autónoma que conlleva la preservación del medio ambiente. Reconoce y aplica las buenas prácticas de laboratorio (BPL).

Fuente: elaboración propia.

Tabla 5. 8. Materiales y equipos, práctica determinación gravimétrica de níquel.

Material	Cantidad
Vaso de precipitado 25 ml	1
Vidrio reloj	1
Pipeta graduada	2
Espátula	1
Matraz aforado 100 ml	1
Matraz aforado 50 ml	1
Vaso de precipitado 100 ml	1
Pipeta volumétrica 10 ml	1
Baño maría	1
Plancha de calentamiento	1
Gotero	1
Probeta 25 ml	1
Termómetro 200 °C	1

## Notas de química analítica con prácticas de laboratorio

Material	Cantidad
Frasco lavador	1
Desecador*	2

Cantidad necesaria para cada grupo. UM: unidad de medida.

\* Cantidad necesaria para todos los grupos.

Fuente: elaboración propia.

Tabla 5. 9. Reactivos y soluciones, práctica determinación gravimétrica de níquel.

Reactivo o solución	UM
Ácido nítrico concentrado	3 ml
Ácido tartárico	1 g
Ácido clorhídrico concentrado	2 ml
Amoniaco concentrado	5 ml
Dimetil glioxima	0.25 g
Etanol	25 ml
Papel tornasol	2 cm
Papel filtro cuantitativo	2

Cantidad necesaria para cada grupo.

Fuente: elaboración propia.

### Disolución de la muestra

Desengrase la aleación con etanol. Una vez seca se pesan aproximadamente 0.100 g de la aleación en la balanza analítica. Se introduce en un vaso de precipitados de 25 ml al que se le añadirán 2 ml de  $\text{HNO}_3$  concentrado (utilice vitrina y añada poco a poco). Tape el vaso con un vidrio reloj y caliente suavemente, si es necesario, hasta la disolución total. Si llegado un determinado momento no hay evolución de vapores nitrosos y aún queda sólido por disolver, añada 1 ml más de  $\text{HNO}_3$  concentrado. Cuando se haya disuelto totalmente, evapore hasta desaparición de vapores nitrosos. Una vez fría, traslade cuantitativamente la solución a un matraz aforado de 50 ml y enrase.

### Eliminación de interferencias

Pipetee 10 ml de la disolución anterior a un vaso de precipitados de 100 ml y añada agua destilada hasta, aproximadamente, la mitad del volumen total del vaso.

Añada 1.0 g de ácido tartárico y agite hasta disolución. Adicione  $\text{NH}_3$  10 M hasta que el pH este entre 8-9 (utilice papel de pH). Si se forma un precipitado o la solución no es clara, añada más ácido tartárico hasta que quede transparente. Si se mantiene el precipitado, filtre. Acidificar con HCl 2 M hasta reacción ligeramente ácida.

### **Precipitación homogénea**

Traslade el vaso de precipitados a un baño de agua termostaticado a 60 °C-80 °C. Añada 40 ml de la solución de dimetilglioxima (DMG, solución alcohólica al 1 %), poco a poco, y con agitación añada  $\text{NH}_3$  10M hasta pH 8-9. Agregue 1 ml más de la solución de DMG, comprobando que no se forma más precipitado.

Agite fuertemente y deje la solución en el baño de agua durante media hora. Transcurrido este tiempo puede responder las preguntas que se plantean más adelante. Deje enfriar la solución.

### **Peso del papel filtrante**

Pese en la balanza analítica un papel filtro cuantitativo y anote su resultado en la libreta de apuntes.

### **Filtrado y lavado**

Filtre por succión los cristales obtenidos. Es crítico que se recoja todo el precipitado utilizando un sistema al vacío.

Compruebe que el pH del filtrado está entre 8-9 y añada unas gotas de DMG para comprobar si la precipitación ha sido cuantitativa. En caso de que aparezca más precipitado vuelva a filtrar. Lave el precipitado con agua fría.

### **Secado y pesado**

Lleve el papel filtro con el precipitado a la estufa. Compruebe que se encuentra a 110 °C (aquí es fácil confundir su papel filtro con el de un compañero, tome precauciones).

Una hora después sáquelo y páselo a un desecador, donde se enfriará sin absorber humedad del ambiente. Una vez frío, péselo y anote el resultado. Vuelva a colocar el papel en la estufa quince minutos y repita la operación anterior anotando el peso. Si la diferencia entre los dos pesos es mayor de 1 mg, repita el proceso hasta peso constante.

## Tratamiento de residuos

Reunir los residuos de reacción. Verificar la posibilidad de precipitar todos los iones  $\text{Ni}^{2+}$  en solución agregando gotas de la solución de DMG. Proceda a la precipitación, si es procedente. En caso contrario, neutralizar y recuperar el etanol. Los residuos producidos después de la destilación deben ser colocados en el contenedor de orgánicos.

Las soluciones sobrantes deben rotularse y guardarse en frascos apropiados para su reutilización.

## Actividad preliminar a la práctica

- Realizar en la bitácora del laboratorio la “verdosidad” de la práctica, acorde a metodología planteada en el capítulo II.

## Actividades posteriores a la práctica

- Realice los cálculos pertinentes para hallar el porcentaje de Ni en la moneda.
- ¿Por qué se añade ácido tartárico?
- Al añadir la DMG no se forma precipitado. Al añadir el  $\text{NH}_3$  sí. ¿Cuál es el reactivo precipitante? Razona la respuesta.
- Diga porque en la gravimetría no se agrega NaOH en lugar de  $\text{NH}_3$ .
- Explique porque se debe añadir el  $\text{NH}_3$  lentamente.
- ¿Por qué se deja la solución con el sólido formado a  $60\text{ }^\circ\text{C}$ - $8\text{ }^\circ\text{C}$  durante media hora?
- ¿Por qué se lava el precipitado? ¿Qué pasaría si se lavará con agua caliente?
- Proponga la sustitución o re-escalamiento de reactivos tóxicos y peligrosos por otras alternativas que permitan cumplir la apropiación de los conocimientos y conlleven al mejoramiento de la evaluación de los principios de química verde.

### 5.5.3 Determinación gravimétrica de calcio

Al alcalinizar con amoníaco por encima de pH 4, una solución ácida de una sal de calcio y ácido oxálico, se produce la precipitación del calcio en forma de oxalato

monohidratado, que es un polvo blanco, fino y poco soluble en agua fría, pero algo soluble en agua caliente [12].

Tabla 5. 10. Competencias esperadas en gravimetría húmeda.

<b>Competencias esperadas en gravimetría húmeda</b>	
<b>Conceptuales</b>	Reconoce la gravimetría como técnica análisis, donde se obtiene un precipitado de un analito en presencia de un agente precipitante, y posteriormente se expone a tratamiento térmico.
<b>Procedimentales</b>	Determina por gravimetría el contenido de calcio en diferentes muestras. Evalúa las partes que involucran la gravimetría con y sin calcinación, utilizando un oxalato como agente precipitante. Analiza mediante un estudio de “verdosidad” si la práctica de laboratorio cumple con los principios de la química verde y propone la sustitución o re-escalamiento de reactivos tóxicos y peligrosos por otras alternativas que permitan cumplir la apropiación de los conocimientos en las áreas tratadas.
<b>Actitudinales</b>	Trabaja colaborativamente en equipo hacia la resolución de problemas prácticos que conllevan el reconocimiento y aplicación de conceptos. Fomenta la capacidad autónoma que conlleva la preservación del medio ambiente. Reconoce y aplica las buenas prácticas de laboratorio (BPL).

Fuente: elaboración propia.

Tabla 5. 11. Materiales y equipos, gravimetría húmeda.

<b>Material</b>	<b>Cantidad</b>
Vaso de precipitado 100 ml	3
Vidrio reloj	2
Pipeta graduada 10 ml	1
Espátula	1
Pipeta volumétrica 10 ml	1
Plancha de calentamiento	1
Gotero	1
Probeta 50 ml	1

## Notas de química analítica con prácticas de laboratorio

Material	Cantidad
Termómetro 200 °C	1
Mufla a 500 °C*	1
Desecador*	2

Cantidad necesaria para cada grupo. UM: unidad de medida.

\* Cantidad necesaria para todos los grupos.

Fuente: elaboración propia.

*Tabla 5. 12. Reactivos y soluciones, gravimetría húmeda.*

Reactivo o solución	UM
Oxalato de amonio	6 g
Ácido clorhídrico concentrado	20 ml
Amoniaco concentrado	15 ml
Papel tornasol	2 cm
Papel filtro cuantitativo	2
Rojo de metilo (indicador)	0.5 ml

Fuente: elaboración propia.

### Procedimiento

Pesar dos muestras de aproximadamente 0.5000 g que proporcionará el docente, y colocarlas en un vaso de precipitados de 250 ml por separado. A ambas añadir 10 ml de agua y 1.0 ml de ácido clorhídrico concentrado, hasta disolución. Diluir ahora hasta unos 30 ml con agua destilada y calentar hasta ebullición.

A continuación, agitando continuamente, añadir 30 ml de una disolución reciente de oxalato de amonio al 6 % (P/V). Agregar dos gotas de rojo de metilo y a continuación amoniaco concentrado, gota a gota, hasta que el indicador vire al amarillo (pH 4.5 a 5.5), más unas gotas en exceso. Digerir el precipitado en caliente durante 30 minutos y dejar enfriar a temperatura ambiente.

Una vez frío, filtrar por gravedad con un filtro de papel cuantitativo (sin cenizas) de peso conocido. Lavar el precipitado y los restos de este que pudieran haber quedado en el vaso, con porciones de unos 10 ml de oxalato de amonio 0.25 %.

Colocar dentro de un crisol de porcelana, previamente tarado el papel filtro, con el precipitado de la muestra 1. Calentar a la llama hasta cenizas oscuras del papel filtro. Posteriormente llevar a la mufla a 500 °C durante una hora. Dejar enfriar en un desecador tanto el crisol como su contenido, y finalmente pesar.

Calentar en un horno, a 130 °C por una hora, el papel filtro con precipitado de la muestra 2. Llevar a desecador, dejar enfriar y pesar.

Transcurrido el tiempo de calcinado y secado, dejar enfriar en un desecador por quince minutos y pesar en la balanza.

### **Tratamiento de residuos**

Reunir los residuos de reacción. Neutralizar y descargar en desagüe con una dilución mínima de 1 en 100.

Los residuos de calcinación pueden disponerse en el contenedor de sólidos.

Las soluciones sobrantes deben rotularse y guardar en frascos apropiados para su reutilización.

### **Actividad preliminar a la práctica**

- Realizar en la bitácora del laboratorio la “verdosidad” de la práctica, acorde a metodología planteada en el capítulo II.

### **Actividades posteriores a la práctica**

- Escriba todas las reacciones que tienen lugar durante la precipitación del calcio y su calcinación.
- Calcule el porcentaje de calcio presente en la muestra, según los resultados de ambos métodos, y sugiera a qué se deben las diferencias.
- ¿Por qué se lava el precipitado con oxalato de amonio? ¿Podría lavarse con agua caliente?
- ¿Con qué fin se utiliza el desecador?
- ¿Por qué se incinera el filtro con el precipitado a la llama de un Bunsen antes de calcinarlo a 500 °C?

- Proponga la sustitución o re-escalamiento de reactivos tóxicos y peligrosos por otras alternativas que permitan cumplir la apropiación de los conocimientos y conlleven mejoramiento de la evaluación de los principios de química verde.

## Referencias

- [1] G. Ayres, *Análisis químico cuantitativo*. México: Harla, 2001.
- [2] B. Kratochvil y I. K. Taylor, "Sampling for chemical analysis", *Anal. Chem.*, vol. 53, pp. 924A-938A, 1981.
- [3] R. A. Day y A. L. Underwood, *Química analítica cuantitativa*, 5 ed. México: Prentice-Hall Hispanoamericana, 1989.
- [4] D. Harris, *Quantitative chemical analysis*, 9 ed. Nueva York: WH Freeman, 2015.
- [5] [1] D. Skoog y D. West, *Fundamentos de química analítica*, 9 ed. México: Cengage Learning, 2014.
- [6] "Técnicas de muestreo, análisis e interpretación. Ingeniería Ambiental", kipdf.com. [En línea]. Available: [https://kipdf.com/tecnicas-de-muestreo-analisis-e-interpretacion-ingenieria-ambiental\\_5b3042ad097c47b0308b4689.html](https://kipdf.com/tecnicas-de-muestreo-analisis-e-interpretacion-ingenieria-ambiental_5b3042ad097c47b0308b4689.html).
- [7] J. Fernández and C. Ávila, "Capítulo 8", in *Manual de química analítica para ingenieros químicos*, Editorial Técnica Avicam, 2016.
- [8] S. Demarchi, N. Quintero Ruiz, A. De Michelis and S. Giner, "Sorption characteristics of rosehip, apple and tomato pulp formulations as determined by gravimetric and hygrometric methods", *LWT - Food Science and Technology*, vol. 52, no. 1, pp. 21-26, 2013.
- [9] Invima, *Norma Técnica Colombiana. NTC 1036*. Bogotá: Invima, 2015.
- [10] M. Rath, L. Behera, B. Dash, A. Sheik and K. Sanjay, "Recovery of dimethylglyoxime (DMG) from Ni-DMG complexes", *Hydrometallurgy*, vol. 176, pp. 229-234, 2018.
- [11] A. Vogel, *Química analítica cuantitativa*, 5 ed. Nueva York: John Willey & Sons Inc., 1989.
- [12] M. A. Ihnat, "Survey of methods of analysis for minerals in feedstuffs", *Journal of Animal Science*, vol. 81, no. 12, pp. 3218-3225, 2003.

## CAPÍTULO VI

# 6. TITULACIONES

## 6.1 INTRODUCCIÓN

Una titulación es un procedimiento analítico donde reacciona un patrón, *titulante*, de concentración y volumen conocido, con una muestra de masa o volumen previamente establecido. Es de gran importancia que en las valoraciones o titulaciones, la muestra se encuentre disuelta, de tal manera que el analito objeto de estudio interactúe, estequiométrica, selectiva, rápida y completamente con el titulante [1].

La utilización de materiales de laboratorio de bajo costo, como son buretas, erlenmeyer, agitadores y planchas de agitación, unido a que se realizan en tiempos cortos y que el diseño experimental es de fácil manejo, hacen de las volumetrías los métodos analíticos más aplicados a nivel industrial.

El principal requerimiento de una titulación es que se favorezca cinéticamente mediante una reacción, con una constante de equilibrio grande; de tal manera, cada gota adicionada del agente titulante es consumida fácilmente por parte del analito. Entre las titulaciones más reconocidas están las valoraciones ácido-base, de precipitación, acomplejación y de óxido-reducción, las cuales serán objeto de estudio en este capítulo.

En una valoración se distingue un agente titulante, un analito y un indicador. En la siguiente figura se muestra el montaje típico de una titulación directa.



Figura 6. 1. Montaje básico para la realización de una volumetría.

Fuente: elaboración propia.

### 6.1.1 Agente titulante

El agente titulante debe ser una sustancia conocida en concentración. En caso de tener incertidumbre de esta, debe estandarizarse para poder realizar los cálculos estequiométricos. Los agentes titulantes tienen características complementarias al analito; por ejemplo, en una reacción ácido-base, si el analito corresponde a una base, el agente titulante debe ser un ácido. O en una reacción de óxido-reducción, si el analito es un agente reductor, el titulante debe ser un agente oxidante.

Los titulantes deben ser estables, de tal manera, que no requieran estandarizaciones continuas y presentar reacciones rápidas para reducir el tiempo entre adición y adición. También deben reaccionar completamente con el analito, para eliminar los errores asociados con el punto final, reaccionar de manera selectiva con este mismo para eliminar las posibles interferencias de matriz y así tener la posibilidad de describirse por una ecuación balanceada.

Las concentraciones en las cuales se pueden describir la concentración de los patrones y analito son molaridad y normalidad. En algunos casos los reportes se pueden realizar también en porcentajes. En todo caso, los cálculos deben estar basados en cálculos estequiométricos.

Cuando la preparación de una solución de un agente titulante proporciona incertidumbre en su concentración, se procede a estandarizarse con un patrón primario, el cual es un compuesto de alta pureza que sirve de referencia en las volumetrías y gravimetrías. La exactitud del método depende en gran medida de él, por lo cual una adecuada manipulación y acondicionamiento previo se hace necesario. Un patrón primario debe ser estable a temperatura atmosférica, ausencia de agua de hidratación, o a temperaturas para eliminar su humedad. Además, ser soluble en el medio de titulación, poseer una masa molar razonablemente grande para reducir los errores asociados con la pesada, y ser preferiblemente económico [2].

Dado que pocos compuestos cumplen con estas expectativas, se suelen utilizar patrones secundarios, donde su pureza se ha determinado previamente mediante un análisis químico, y por tal motivo puede ser utilizado como patrón en las titulaciones.

La Tabla 6.1 muestra algunos patrones primarios de alto uso en las titulaciones.

Tabla 6. 1. Algunos patrones primarios de alto uso.

Patrón primario	Agente valorado	Condiciones para su uso	Indicador
NaCl	AgNO <sub>3</sub>	Eliminación humedad	Fluoresceína, CrO <sub>4</sub> <sup>-2</sup>
Ftalato ácido de potasio	Bases fuertes (NaOH)	Eliminación humedad	Fenolftaleína
Carbonato de sodio	Ácidos fuertes (HCl)	Eliminación humedad	Naranja de metilo, rojo de metilo
Sulfato ferroso, sal de Mohr	Agentes oxidantes: KMnO <sub>4</sub>	Mantener en envases cerrados, y fuera de la luz	Autoindicador
Dicromato de potasio		Eliminación humedad, envases oscuros	Autoindicador
Ácido benzoico	Bases fuertes (NaOH)	Eliminación humedad	Fenolftaleína.
Ácido oxálico	Agentes oxidantes: KMnO <sub>4</sub>	Eliminación humedad	Autoindicador
Tris (hidroximetil) aminometano	Ácidos fuertes (HCl)	Eliminación humedad.	Rojo de metilo
Bórax	Ácidos fuertes (HCl)	Eliminación humedad	Indicador mixto: rojo de metilo y azul bromotimol
Yodato de potasio	I <sub>3</sub> <sup>-</sup>	Eliminación de humedad. Conservar en envases oscuros	Almidón

Eliminación humedad: calentamiento a 100 °C por lo menos una hora y conservación en desecador.

Fuente [1-4].

### 6.1.2 Analito

En cuanto a las características de un analito para ser considerado en una valoración, este debe ser soluble en un medio donde el indicador y el agente titilante los son. Igualmente, se debe conocer la masa o el volumen de la muestra que lo contiene y presentar una coloración definida con el indicador. Este color debe ser diferente al que presenta el agente titilante y no poseer concentraciones traza, dado que estas son de difícil titulación.

### 6.1.3 Indicador

Los indicadores son sustancias que presentan un color en presencia de la muestra, específicamente, debido a la presencia de un analito en particular, y que en exceso de un titulante cambia de color. A este proceso se le denomina viraje y es indicador del punto final de la titulación. Las reacciones asociadas con el analito y el titulante pueden ser variadas y, por lo general, están asociadas con el tipo de equilibrio que se desarrolla entre el analito y el titulante [3].

Un indicador idóneo debe presentar un cambio de color cercano al punto de equivalencia entre el analito y el titulante y un proceso reversible y rápido de cambio de color, preferiblemente con alto contraste, que sea fácil de preparar, soluble en agua o solvente polar.

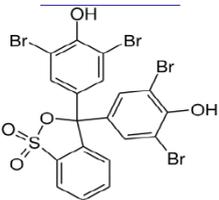
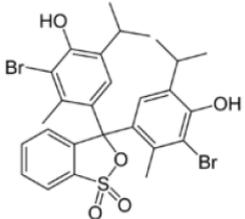
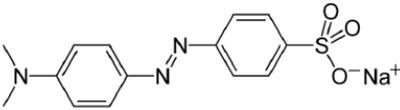
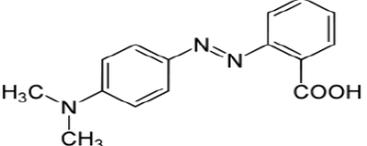
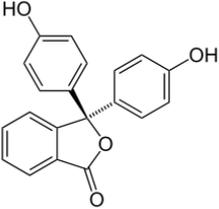
Los indicadores se clasifican de acuerdo con el tipo de valoración en la cual es utilizado. A manera de ejemplo, se tienen indicadores ácido-base, óxido-reducción, precipitación, formación de complejos, entre otros. También se clasifican por la forma como exhiben el cambio de color:

- Autoindicadores: el titulante o el analito cambian de color, haciendo las veces de indicador. Son ejemplo el dicromato de potasio y permanganato de potasio.
- Coloreados: se introducen algunas gotas con el analito, donde se presenta una coloración. Al finalizar la titulación presenta un cambio de color muy intenso.
- Fluorescentes: presentan aparición o pérdida de fluorescencia cuando la disolución problema, en presencia de luz, es titulada.
- Adsorción: las sustancias experimentan un cambio de color al ser adsorbidas por los coloides que se forman durante la titulación.

### Indicadores ácido-base

Este tipo de indicadores evidencian una transferencia de protones que conllevan un cambio de color. Se les utiliza acorde al rango de pH donde establecen este cambio [1-5]. La Tabla 6.2 relaciona algunos indicadores de amplia utilización.

Tabla 6. 2. Indicadores ácido-base.

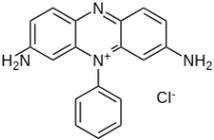
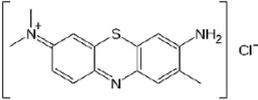
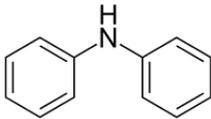
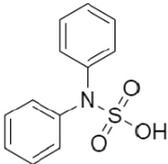
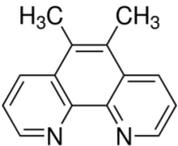
Indicador	Color forma ácida	Color forma básica	Zona de viraje
	Amarillo	Púrpura	3.0 - 4.6
Azul bromo fenol			
	Amarillo	Azul	6.0 - 7.6
Azul bromo timol			
	Rojo	Naranja	3.1 - 4.4
Naranja de metilo			
	Rojo	Amarillo	4.2 - 6.2
Rojo de metilo			
	Incoloro	Violeta	8.3 - 10.0
Fenolftaleína			

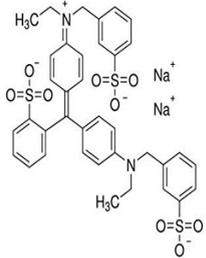
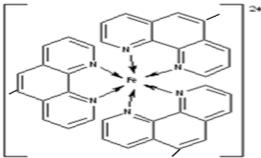
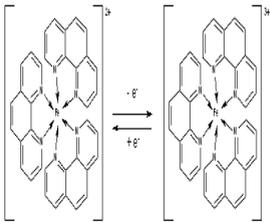
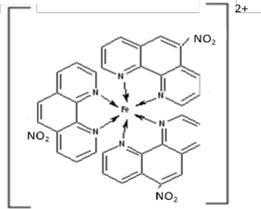
Fuente: [5].

## Indicadores de óxido-reducción

Los indicadores de óxido-reducción cambian de color por intercambio de electrones. Por lo general la especie tiene un color bien definido en el estado óxido y otro en el reducido [1-4]. Algunos indicadores redox con amplias aplicaciones analíticas se relacionan en la Tabla 6.3.

Tabla 6. 3. Indicadores redox.

Indicador	Color estado reducido	Color estado oxidado	Potencial transición (V)	Condiciones
 Fenosafranina	Incoloro	Rojo	0.28	Ácido 1 M
 Azul de metileno	Azul	Incoloro	0.53	Ácido 1 M
 Difenilamina	Incoloro	Púrpura	0.76	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 1 M
 Ácido difenilamino sulfónico	Incoloro	Rojo-violeta	0.85	Ácido diluido
 5,6 dimetilferroína	Incoloro	Rojo-violeta	0.97	Ácido 1 M

Indicador	Color estado reducido	Color estado oxidado	Potencial transición (V)	Condiciones
 <p>Erioglaucina A</p>	Amarillo verdoso	Rojo azuloso	0.98	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0.5 M
 <p>5-metilferroína</p>	Amarillo verdoso	Rojo azuloso	1.01	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 1 M
 <p>Ferroína</p>	Rojo	Azul pálido	1.11	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 1 M
 <p>5-Nitroferroína</p>	Rojo	Azul pálido	1.25	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 1 M

Fuente: [1-4].

Las titulaciones redox pueden utilizar indicadores específicos, los cuales reaccionan con el titulante, pero no mediante transferencia de electrones. Ejemplo de ello es el almidón de cadena lineal, que en presencia de yodo forma hélices, dando a lugar

un color azul intenso. La Figura 6.2 muestra la estructura esquemática de la hélice formada por la amilosa con yodo.

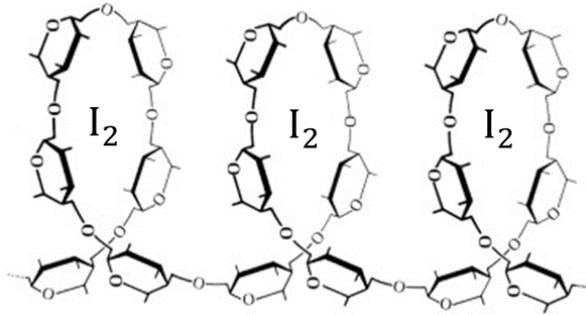
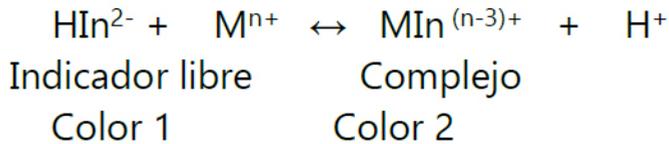


Figura 6. 2. Estructura esquemática de la adsorción de yodo en almidón.  
Fuente: [5].

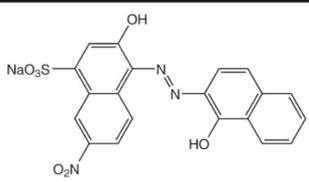
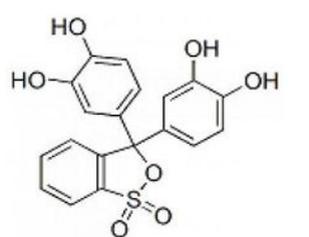
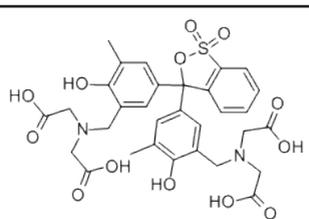
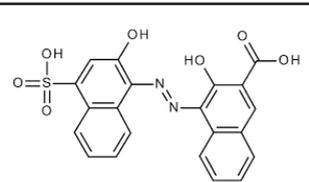
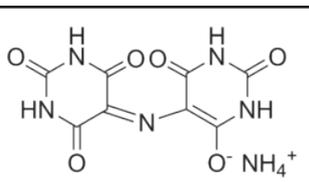
### Indicadores para titulaciones complexométricas

Los indicadores utilizados en titulaciones complexométricas son denominados *indicadores metalocrómicos*. Estos son sustancias orgánicas que pueden presentar una o varias constantes de acidez. Los indicadores en la presencia de un ion metálico se acomplejan, como ligando, y en este estado presentan una coloración. Posteriormente, cuando comienza la titulación con un ligando que tiene una constante de formación mayor con el analito, el indicador es desplazado, liberándolo, momento en el cual el indicador exhibe otra coloración de fácil detección visual [6].



La Tabla 6.4 relaciona algunos indicadores de amplia utilización en titulaciones complexométricas.

Tabla 6. 4. Indicadores metalocrómicos para titulación de acomplejación.

Indicador	Color libre	Color complejo*	Metales
 <p>Negro de eriocromo T</p>	Azul	Rojo	Ba, Cd, Ca, Pb, Zn
 <p>Violeta pirocatecol</p>	Amarillo	Azul	Al, Bi, Cd, Co, Cu
 <p>Naranja de xilenol</p>	Amarillo	Rojo	Cd, Pb, Th, Zn
 <p>Ácido Calconcarboxílico</p>	Azul	Rojo	Ca, Cd, Mg, Mn, Zn.
 <p>Murexida</p>	Azul	Rosáceo	Ca, Cd, Co, Ni, Th.

\* El color puede variar con el ion metálico y con el pH.

Fuente: [6].

## 6.2 TITULACIONES DIRECTAS

En las volumetrías directas las moles del analito dependen estequiométricamente de la concentración y volumen del titulante, según la siguiente ecuación:

$$\text{moles analito} = C_{\text{titulante}} V_{\text{titulante}} \left( \frac{\text{moles analito}}{\text{Moles titulante}} \right) \left( \frac{\text{volumen muestra}}{\text{volumen alicuota}} \right)$$

$\updownarrow$   
 Factor estequiométrico

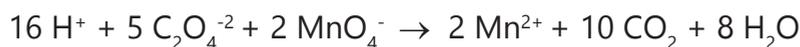
$\updownarrow$   
 Factor dilución ó concentración

Por lo general, la relación estequiometría del titulante y el analito suele ser 1:1, sin embargo, cuando se consideran sistemas diprótico o tripróticos en las titulaciones ácido-base, la relación estequiométrica a considerar, en la ecuación anterior, es definida por el tipo de indicador utilizado, el cual establecerá en que equilibrio se observa la titulación. Para el caso de las titulaciones redox, la relación estequiometría está dada por la transferencia de electrones involucrados y esta relación puede ser diferente a 1:1. En la ecuación anterior el ajuste se hace mediante el factor estequiométrico.

Dependiendo del contenido del analito en la muestra, se pueden realizar diluciones o concentraciones, de tal manera que las titulaciones requieran volúmenes fáciles de manejar y adaptables a los instrumentos de medición, como son las buretas. Para tal caso el factor de dilución o concentración debe ser considerado. A continuación se exhibe un ejemplo de titulación directa en un sistema redox:

Una muestra de 4,020 g de un mineral de hierro se disuelve en *ácido* y se afora a 250.0 ml previa reducción del hierro a  $\text{Fe}^{2+}$ . Una alícuota de 25.0 ml se titula con 4,60 ml de permanganato de potasio (67.0 mg de  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  desecado equivalen a 10.0 ml de  $\text{KMnO}_4$ ). a) Calcular el porcentaje de Fe en la muestra. b) El porcentaje de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .

En primera instancia se debe encontrar la concentración del titulante  $\text{KMnO}_4$ . Para tal fin se reconoce la reacción de estandarización con el patrón primario de  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ , la cual viene dada por:



Luego:

$$67,0 \text{ mg} \times \frac{1 \text{ mmol Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}{134 \text{ mg}} \times \frac{2 \text{ mmol KMnO}_4}{5 \text{ mmol Na}_2\text{C}_2\text{O}_4} \times \frac{1}{10,0 \text{ mL}} = 0,020 \text{ M}$$

La reacción entre los iones  $\text{Fe}^{2+}$  y  $\text{MnO}_4^-$  es:



$$\text{mmol Fe} = 4,60 \text{ mL} \times 0,020 \text{ M} \left(\frac{5}{1}\right) \left(\frac{250,0}{25,0}\right) = 4,60 \text{ mmol}$$

$$4,60 \text{ mmol Fe} \times \frac{55,845 \text{ mg Fe}}{1 \text{ mmol Fe}} \times \frac{100}{4020 \text{ mg muestra}} = 6,39 \%$$

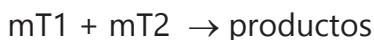
$$4,60 \text{ mmol Fe} \times \frac{1 \text{ mmol Fe}_3\text{O}_4}{3 \text{ mmol Fe}} \times \frac{231,535 \text{ mg Fe}_3\text{O}_4}{1 \text{ mmol Fe}_3\text{O}_4} \times \frac{100}{4020 \text{ mg muestra}} = 8,83 \%$$

### 6.3 TITULACIONES INDIRECTAS

Las titulaciones indirectas utilizan dos titulantes (T1 y T2) de concentración y volumen conocidos. T1 se agrega en exceso directamente con la muestra y T2 se coloca en la bureta. Este último titula, por retroceso, el exceso de moles de T1. Es de resaltar que el indicador que a utilizar para este tipo de reacciones debe responder a las condiciones químicas que involucra la reacción entre T1 y T2.

Las aplicaciones de las titulaciones indirectas son versátiles, pero se utilizan con mayor frecuencia en titulaciones de precipitación y acomplejación, principalmente porque disminuyen los errores asociados con los puntos finales.

Se pueden expresar las siguientes reacciones:



Las moles del analito se pueden determinar restando las moles que reaccionaron con T1 con las moles que se determinan por retroceso con T2, correspondiente al exceso de T1 que no reaccionó:

$$\text{moles analito} = C_{T1} \times V_{T1} \left( \frac{n \text{ analito}}{n T1} \right) - C_{T2} \times V_{T2} \left( \frac{m T1}{m T2} \right) \left( \frac{n \text{ analito}}{n T1} \right)$$

Donde mT1 y mT2 corresponde a las moles del titulante 1 y titulante 2, obtenidos de los coeficientes estequiométricos de la reacción entre ellos. Por otro lado, nT1 y n analito están coligados con los coeficientes estequiométricos entre la reacción del analito y T1.

Un ejemplo de aplicación de titulaciones por retroceso en EDTA:

Una muestra de metal de cromo con área de 12.00 cm<sup>2</sup> se disolvió en ácido y posteriormente se ajustó a pH 6.0. Seguidamente se adicionó 14.00 ml de EDTA 0.01867 M. El exceso del reactivo se tituló con 4.30 ml de Zn<sup>2+</sup> 0.007120 M. Determine la distribución promedio de cromo por área del metal (mg Cr/cm<sup>2</sup>).

La reacción existente entre EDTA y Cr<sup>3+</sup> tiene una relación 1:1.



El retroceso dado entre el exceso de EDTA y Zn<sup>2+</sup> también tiene una relación 1:1.



$$0.01867 \text{ M} \times 14.00 \text{ ml} \left( \frac{1 \text{ mmol Cr}^{3+}}{1 \text{ mmol EDTA}} \right) - 0.007120 \text{ M} \times 4.30 \text{ ml} \left( \frac{1 \text{ mmol EDTA}}{1 \text{ mmol Zn}^{2+}} \right) \left( \frac{1 \text{ mmol Cr}^{3+}}{1 \text{ mmol EDTA}} \right) \\ = 0.2308 \text{ mmol Cr}^{3+}$$

$$0.2308 \text{ mmol Cr} \times \frac{51.996 \text{ mg Cr}}{1 \text{ mmol Cr}} \times \frac{1}{12.00 \text{ cm}^2} = 1.000 \text{ mg/cm}^2$$

## 6.4 PRÁCTICAS DE LABORATORIO CON VALORACIONES

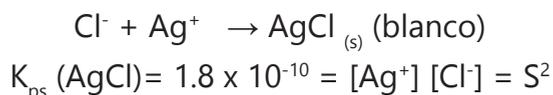
### 6.4.1 Titulaciones de precipitación: determinación de cloruros

Ciertas reacciones en solución acuosa generan precipitados de baja disolución. Cuando adquieren el equilibrio en una solución saturada se puede determinar la concentración de iones en disolución, denominado *solubilidad* [1].

El *producto de solubilidad* se define como la constante de equilibrio que se alcanza para electrolitos poco solubles en agua y totalmente disociados en solución acuosa saturada, como la multiplicación de las concentraciones molares de los iones en equilibrio con el sólido. El producto de solubilidad varía con el tamaño de las partículas. La solubilidad es inversamente proporcional con el tamaño de los iones y puede verse afectada por efecto de otros electrolitos en solución que disminuyan su actividad en el sistema [6].

El equilibrio de precipitación ha sido ampliamente usado en los métodos titulométricos, donde la determinación de iones cloruro por titulaciones argentométricas han mostrado gran aplicación.

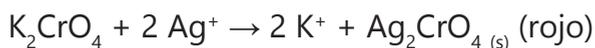
Este método volumétrico de precipitación se sirve de la sal de plata ( $\text{AgNO}_3$ ) para determinar la concentración de cloruros presentes, usando diferentes indicadores que estiman, vía visual, el punto de final de la reacción. Se aprovecha que la sal de  $\text{AgCl}$  formada presenta una baja solubilidad, haciendo que la reacción se considere prácticamente irreversible [4].



Dependiendo del tipo de indicador utilizado para la determinación del punto final de la titulación, se conocen varios métodos como son Mohr, Fajans y Volhard.

#### Método de Mohr

Cuando se ha precipitado todo el haluro, comienza a precipitar el ion cromato con la plata, que hace las veces de indicador, pasando de una coloración amarilla a roja ladrillo.



$$K_{ps} \text{Ag}_2\text{CrO}_4 (s) = [\text{Ag}^+]^2 [\text{CrO}_4^{2-}] = 2,7 \times 10^{-12}$$

Esta solubilidad por fases de los compuestos de la plata se basa en la distinta solubilidad de estos. La precipitación debe hacerse en medio neutro o débilmente alcalino (pH 7.50 – 10.00) ya que en medio ácido disminuye la solubilidad del indicador, y en medio excesivamente alcalino precipita el hidróxido de plata antes que el cromato de plata.

### Método de Fajans

Este método utiliza indicadores de adsorción. Durante la titulación se forman micelas coloidales, constituidas en capas de carga negativa debido a los cloruros, y cargas positivas, debidas a los iones plata. Antes de lograr el punto final de la titulación las micelas están cargadas negativamente y por acción de la gravedad forman los cristales de AgCl que precipitan [2]. Cuando hay un exceso de iones  $\text{Ag}^+$  el indicador se adsorbe, generando cambio de color, según lo muestra la Figura 6.3.

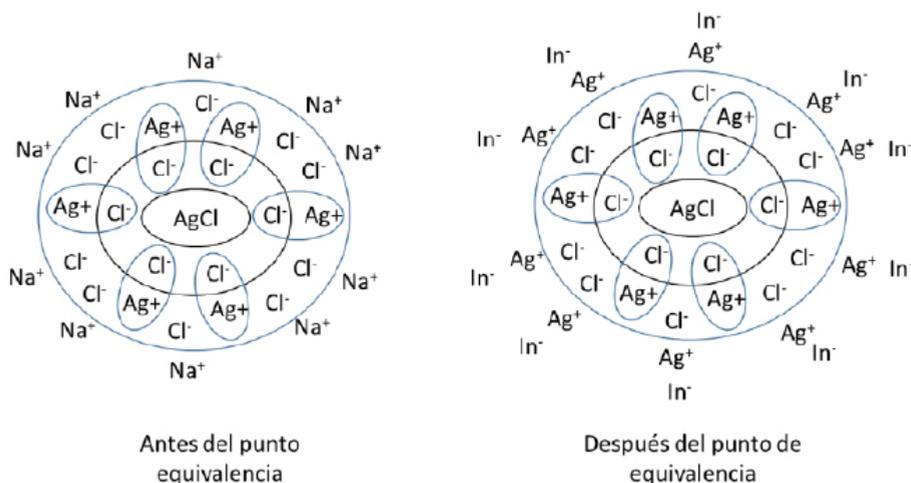


Figura 6. 3. Esquema de la adsorción de indicador en titulaciones de Fajans.  
Fuente: elaboración propia.

Algunos ejemplos de indicadores de adsorción son la fluoresceína con pKa de 8.0, que requiere un intervalo de pH entre 7 y 9 para garantizar la forma aniónica. Otro indicador es la diclorofluoresceína, que por tener un pKa de 5.0 permite hacer valoraciones a pH más ácidos. El principio de indicadores tipo Fajans es aplicado

a otras titulaciones que no son argentométricas, pero en primera instancia la elección debe garantizar que la precipitación se vea favorecida por el analito y no por el indicador [4].

### Método de Volhard

Por este método se puede determinar directamente plata o indirectamente haluros o aniones que precipiten con iones plata. Para estos últimos, a la solución problema se adiciona una cantidad conocida de  $\text{AgNO}_3$ , que sea suficiente para precipitar todos los haluros y que, además, quede un exceso de iones plata, que son valorados por retroceso con una solución estándar de  $\text{KCNS}$ , empleando como indicador iones de hierro (III), los cuales cambian de amarillo claro a rojo intenso [3]. Las reacciones involucradas son:

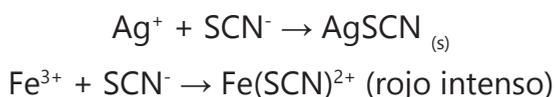


Tabla 6. 5. Competencias esperadas en titulaciones de precipitación.

Competencias esperadas en titulaciones de precipitación	
<b>Conceptuales</b>	Reconoce el equilibrio de precipitación, el concepto de $K_{ps}$ y las técnicas de titulación directa y por retroceso.
<b>Procedimentales</b>	<p>Aplica el equilibrio de precipitación, vía valoración titulométrica, con indicadores.</p> <p>Establece las diferencias existentes entre los métodos de Fajans, Mohr y Volhard en la determinación de cloruros.</p> <p>Analiza mediante un estudio de “verdosisidad” si la práctica de laboratorio cumple con los principios de la química verde y propone la sustitución o re-escalamiento de reactivos tóxicos y peligrosos por otras alternativas que permitan cumplir la apropiación de los conocimientos en las áreas tratadas.</p>
<b>Actitudinales</b>	<p>Trabaja colaborativamente en equipo hacia la resolución de problemas prácticos que conlleven el reconocimiento y aplicación de conceptos.</p> <p>Fomenta la capacidad autónoma que conlleve la preservación del medio ambiente.</p> <p>Reconoce y aplica las buenas prácticas de laboratorio (BPL).</p>

Fuente: elaboración propia.

## Notas de química analítica con prácticas de laboratorio

Tabla 6.6. Materiales y equipos, titulaciones de precipitación.

Material	Cantidad
Bureta 25 ml	1
Pinza para bureta	1
Plancha de agitación y de calentamiento	1
Erlenmeyer 250 ml	3
Agitador magnético	2
Matraz aforado 50 ml	1
Matraz aforado 100 ml	1
Frasco lavador	1
Vidrio reloj	2
Varilla de agitación	1
Vaso de precipitado 100 ml	2
Pipeta volumétrica 20 ml	1
Probeta 50 ml	1
Pipeta graduada 5 ml	1
Espátula	1

Cantidad necesaria para cada grupo.

Fuente: elaboración propia.

Tabla 6.7. Reactivos y soluciones, titulaciones de precipitación.

Reactivo o solución	UM
Nitrato de plata ( $\text{AgNO}_3$ )	0.17 g
Cromato de potasio al 5 % (indicador)	10 ml
Cloruro de sodio anhidro ( $\text{NaCl}$ )	0.05 g
Fluoresceína al 1 % (indicador)	0,5 ml
Ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ )	3 ml
Carbonato de calcio ( $\text{CaCO}_3$ )	1.0 g
Tiocianato de potasio ( $\text{KSCN}$ )	0.5 g
Sulfato férrico al 3 % (indicador)	5 ml

Cantidad necesaria para cada grupo.

Fuente: elaboración propia.

### Preparación y estandarización de $\text{AgNO}_3$ 0.01 M

Pese cerca de 0.1699 g de  $\text{AgNO}_3$  puro, disuélvalos en agua destilada y colóquelos en un matraz aforado de 100 ml. Enrase y agite.

Pese 0.0500 g de  $\text{NaCl}$  puro y seco y agréguelos a un erlenmeyer de 250 ml. Disuelva el sólido en 50.0 ml de agua destilada y adicione 2 ml de cromato de potasio al 5 %. Valore la solución de cloruro de sodio con la de nitrato de plata hasta la aparición de un color rojo ladrillo. Haga un blanco. Calcule la concentración en molaridad (M) de  $\text{AgNO}_3$  y el título expresado en mg  $\text{Cl}^-/\text{ml AgNO}_3$ .

### Preparación y estandarización de la solución de tiocianato 0.01 M

Pese cerca de 0.04859 g de  $\text{KCNS}$  grado analítico. Adiciónelos en apropiadamente 40 ml de agua y disuélvalos. Páselos a un matraz de 100 ml. Afore y agite.

Tome una alícuota de 10.0 ml de solución de nitrato de plata estándar y colóquela en un erlenmeyer de 250 ml. Diluya con agua destilada hasta unos 50 ml. Añada 1.0 ml de  $\text{HNO}_3$  concentrado y 1.0 ml de sulfato férrico 3 %. Titule con el tiocianato de potasio hasta la aparición de una coloración rojiza.

### Análisis de la muestra problema

#### a. Método de Fajans

**Indicador:** fluoresceína (solución al 0.1 % en metanol al 70 %).

Tome aproximadamente 20 ml de la solución problema en un erlenmeyer de 250 ml, adicione cinco gotas del indicador y titule con la solución estándar de nitrato de plata, hasta la aparición de un color rojizo. Anote el volumen gastado del  $\text{AgNO}_3$ .

#### b. Método de Mohr

**Indicador:** cromato de potasio al 1 %.

Tome exactamente 20 ml de la solución problema y transfíralos a un erlenmeyer de 250 ml. Adicione 1.0 ml del indicador y 30 ml de agua. Valore con el  $\text{AgNO}_3$  hasta la aparición de un precipitado rojo ladrillo y anote el volumen gastado.

**Blanco:** tome exactamente 50 ml de agua y agregue 1.0 ml del indicador. Agregue 1.0 g de  $\text{CaCO}_3$  puro y disuelva. Valore la solución con  $\text{AgNO}_3$  hasta la primera

tonalidad rojiza. Haga los cálculos de la composición teniendo en cuenta la corrección del blanco.

### *c. Método de Volhard*

**Indicador:** sulfato férrico al 1 %.

Tome una alícuota de 20 ml de la solución problema y colóquela en un erlenmeyer de 250 ml. Diluya a 50 ml con agua destilada. Añada exactamente 20 ml de la solución de  $\text{AgNO}_3$  estándar y adicione 1.0 ml de  $\text{HNO}_3$  (1:1) y 1.0 ml de la solución indicadora. Agite la solución y valore con KCNS que se estandarizó.

### **Tratamiento de residuos**

Reuna los residuos de las titulaciones. Agregue solución de NaCl concentrada, asegurando que todos los iones  $\text{Ag}^+$  son precipitados. Filtre a gravedad para separar el precipitado de  $\text{AgCl}$ ,  $\text{AgSCN}$  y  $\text{AgCrO}_4$ . Séquelo en horno a  $100\text{ }^\circ\text{C}$  y disponga en recipiente de desechos sólidos de compuestos metálicos.

Neutralice las aguas de filtración. Diluya en una relación mínima de 1/100 y descarte por el drenaje.

Las soluciones sobrantes e indicadores deben ser rotulados y guardarse en frascos apropiados para su reutilización.

### **Actividad preliminar a la práctica**

- Realizar en la bitácora del laboratorio la “verdosidad” de la práctica, acorde a metodología planteada en el capítulo II.

### **Actividades posteriores a la práctica**

- Encuentre el porcentaje de Cl en la muestra y compare sus resultados de cada método. Desarrolle las ventajas de uno con respecto a los otros.
- Explique porque el método de Mohr requiere un blanco.
- Proponga la sustitución o re-escalamiento de reactivos tóxicos y peligrosos por otras alternativas que permitan cumplir la apropiación de los conocimientos y conlleven al mejoramiento de la evaluación de los principios de química verde.

### 6.4.2 Estandarización de soluciones ácido-base

Desde la antigüedad se reconocen que los ácidos son sustancias que tienen un sabor agrio y ocasionan que ciertos tintes cambien de color, mientras que las bases tienen un sabor amargo. Estudios desde diferentes miradas concuerdan con la teoría de Arrhenius (año), donde se establece que “los ácidos son sustancias que cuando se disuelven en el agua, aumenta la concentraciones de iones  $H^+$ , por otro lado, las bases incrementan la concentración de  $OH^-$ ”

Bronsted y Lowry (año) propusieron definiciones de ácidos y bases en términos de su capacidad de transmitir protones. Así, un ácido es una sustancia (molécula o ion) que dona un protón, mientras que una base es una sustancia que lo acepta. Cualquier equilibrio ácido-base (tanto a la derecha como hacia la izquierda) implica transferencia de protones, identificando en el mismo los conceptos de ácido y base conjugada o de base y ácido conjugado [5].

Obsérvese a continuación:



En la reacción directa  $R-NH_2$  recibe un protón del  $H_2O$ , por lo tanto, según la teoría de Bronsted-Lowry el agua es un ácido y  $R-NH_2$  es una base. La base conjugada del agua sería  $OH^-$ , mientras que  $RNH_3^+$  es el ácido conjugado de  $R-NH_2$ .

Algunos ácidos son mejores donadores de protones que otros. De igual manera, hay bases que aceptan mejor los protones que otras. Cuánto más fácil una sustancia cede protones, con menos facilidad su base conjugada lo acepta. Se reconoce que un ácido fuerte es aquel que transfiere por completo sus protones al agua y no quedan moléculas sin disociar, mientras que su base conjugada tiene una tendencia insignificante a protonarse. Por otro lado, un ácido débil solo se disocia parcialmente, por tanto, existe en la disolución una mezcla del ácido y de su base conjugada, la cual tiene una ligera capacidad para eliminar protones del agua, es decir, la base conjugada de un ácido débil es una base débil.

Todos los ácidos y bases débiles tienen constantes de acidez ( $K_a$ ) o de basicidad ( $K_b$ ) menores a la unidad. La Tabla 6.8 muestra las constantes de basicidad de algunas especies químicas con características ácido base.

## Notas de química analítica con prácticas de laboratorio

*Tabla 6. 8. Constantes de acidez de algunas sustancias.*

Ácido	$K_{a_1}$	$K_{a_2}$	$K_{a_3}$
Acético	$1.8 \times 10^{-5}$		
Ascórbico	$8.0 \times 10^{-5}$		
Benzoico	$6.5 \times 10^{-5}$		
Bórico	$5.8 \times 10^{-10}$		
Carbónico	$4.3 \times 10^{-7}$	$5.6 \times 10^{-11}$	
Cítrico	$7.4 \times 10^{-4}$	$1.7 \times 10^{-5}$	$4.0 \times 10^{-7}$
Fosfórico	$7.5 \times 10^{-3}$	$6.2 \times 10^{-8}$	$4.2 \times 10^{-13}$
Láctico	$1.4 \times 10^{-4}$		
Malónico	$1.5 \times 10^{-3}$	$2.0 \times 10^{-6}$	
Oxálico	$5.9 \times 10^{-2}$	$6.4 \times 10^{-3}$	
Propiónico	$1.3 \times 10^{-5}$		
Sulfúrico	Fuerte	$1.2 \times 10^{-2}$	
Sulfuroso	$1.7 \times 10^{-2}$	$6.4 \times 10^{-8}$	
Tartárico	$1.0 \times 10^{-3}$	$4.6 \times 10^{-5}$	
Yódico	$1.7 \times 10^{-1}$		

Fuente: elaboración propia.

*Tabla 6. 9. Constantes de basicidad.*

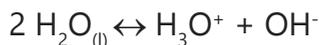
Base	$K_b$
Amoniaco	$1.8 \times 10^{-5}$
Anilina	$4.3 \times 10^{-10}$
Etilamina	$6.4 \times 10^{-4}$
Hidracina	$1.3 \times 10^{-6}$
Hidroxilamina	$1.1 \times 10^{-8}$
Metilamina	$4.4 \times 10^{-4}$
Piridina	$1.7 \times 10^{-9}$

Fuente: elaboración propia.

Es posible determinar la  $K_b$  si se tiene la  $K_a$  mediante la siguiente ecuación:

$$K_a \times K_b = K_w$$

El equilibrio de auto ionización del agua permite comprender el concepto de pH neutro.



La constante de equilibrio o producto iónico ( $K_w$ ) a 25 °C es igual  $1.0 \times 10^{-14}$  y su expresión sería:

$$K_w = [\text{H}_3\text{O}^+] [\text{OH}^-] = 1.0 \times 10^{-14} \text{ (a } 25 \text{ °C)}$$

El protón hidratado se puede representar indistintamente como  $\text{H}_3\text{O}^+$  o  $\text{H}^+$ . En una solución neutra la  $[\text{H}^+] = [\text{OH}^-]$ . Luego, teniendo en cuenta el valor de  $K_w$ , se puede determinar que la concentración de  $[\text{H}^+]$  será de  $1 \times 10^{-7}$ . Utilizando la escala de pH, donde:

$$\text{pH} = -\log [\text{H}^+] \Rightarrow -\log [1.0 \times 10^{-7}] = 7.00$$

Debido al signo negativo de la escala de pH, aquellas soluciones que tienen concentraciones bajas de  $[\text{H}^+]$  serán básicas y su pH supera 7.00. Mientras que aquellas que exhiban valores bajos de  $[\text{H}^+]$  serán ácidas y su pH es menor que 7.00. La siguiente figura muestra algunos ejemplos de ácidos y bases comunes [7]:

Sustancia	pH
Desechos ácidos mineros	-3.6-1.0
Ácido de batería	-0.5
Ácido gástrico	1.5-2.0
Refrescos de cola	2.5
Vinagar	2.4-3.4
Zumo de naranja o manzana	3-4
Cerveza	4.5
Lluvia ácida	<5.0
Café	5.0
Té	5.5
Piel sana	5.5
Lluvia normal	5.6
Leche	6.5
Agua potable	6.5-8
Agua destilada	7.0
Saliva humana sana	7.4
Sangre	7.4
Agua de mar	7.4-8.2
Jabón para las manos	9-10
Lejía	12.5
Lejía para limpieza doméstica	13.5

Figura 6. 4. pH y concentraciones de  $[H^+]$  de algunas sustancias comunes a 25 °C.

Fuente [7]

Tabla 6. 10. Competencias esperadas en la práctica en titulaciones ácido-base.

Competencias esperadas en la práctica en titulaciones ácido-base	
<b>Conceptuales</b>	Conoce las características de los ácidos y bases.
	Comprende los conceptos de pH, pOH y acidez.
<b>Procedimentales</b>	Conoce la función y comportamiento de los indicadores ácidos-bases.
	Hace montajes relacionados con titulaciones y reconoce cada uno de sus componentes.
	Estandariza soluciones ácido-base.
	Analiza mediante un estudio de “verdosidad” si la práctica de laboratorio cumple con los principios de la química verde y propone la sustitución o re-escalamiento de reactivos tóxicos y peligrosos por otras alternativas que permitan cumplir la apropiación de los conocimientos en las áreas tratadas.

**Competencias esperadas en la práctica en titulaciones ácido-base**

<b>Actitudinales</b>	Trabaja colaborativamente en equipo hacia la resolución de problemas prácticos que conllevan el reconocimiento y aplicación de conceptos.
	Fomenta la capacidad autónoma hacia la preservación del medio ambiente.
	Reconoce y aplica las buenas prácticas de laboratorio (BPL).

Fuente: elaboración propia.

*Tabla 6. 11. Materiales y equipos, titulaciones ácido-base.*

<b>Material</b>	<b>Cantidad</b>
Bureta 25 ml	2
Pinza para bureta	2
Plancha de agitación y de calentamiento	1
Erlenmeyer 250 ml	3
Agitador magnético	2
Matraz aforado 100 ml	3
Matraz aforado 250 ml	1
Frasco lavador	1
Vidrio reloj	2
Varilla de agitación	1
Vaso de precipitado 100 ml	2
Pipeta volumétrica 10 ml	1
Pipeta volumétrica 25 ml	1
Probeta 50 ml	1
Pipeta graduada 5 ml	1
Espátula	1
Jeringa	1
Equipo de filtración al vacío	1

Cantidad necesaria para cada grupo.

Fuente: elaboración propia.

Tabla 6. 12. Reactivos y soluciones, titulaciones ácido-.

Reactivo o solución	UM
Hidróxido de sodio grado analítico (NaOH)	0.4 g
HCl Concentrado	1.0 ml
Carbonato de sodio (Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> )	0.1 g
Fenolftaleína al 1 % en etanol (indicador)	1,5 ml
Naranja de metilo o rojo de metilo (indicador)	1,5 ml

Cantidad necesaria para cada grupo. UM: unidad de medida.

Fuente: elaboración propia.

### Preparación y estandarización de una solución 0.05 M de HCl

Tome el volumen necesario para preparar 100 ml de HCl 0.05 M (calcúlese a partir de los datos que trae la etiqueta del HCl concentrado). En un matraz de 100 ml agregue 20 ml de agua y posteriormente agregue el volumen estimado anteriormente de HCl concentrado. Enrase, agite y etiquete.

Pese aproximadamente 0.05000 g de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> puro y seco (secar en estufa a 110 °C por espacio de una hora). Vierta el reactivo a un erlenmeyer de 100 ml. Posteriormente agregue 40 ml de agua, añada entre dos y cinco gotas de fenolftaleína y titule con HCl hasta cambio de color (magenta a transparente). Anote el volumen gastado. Posteriormente adicione entre dos y tres gotas de naranja de metilo y proceda a valorar con el HCl 0.1 M hasta un cambio de color (amarillo a rojo). En este punto someta a ebullición con el fin de eliminar el CO<sub>2</sub> que puede producir un falso viraje. Deje enfriar y si la solución retoma su coloración amarilla vuelva a titular hasta alcanzar nuevamente el color rojo. Anote el volumen de HCl consumido y determine la concentración (M) real del ácido.

### Preparación y estandarización de una solución 0.05 M de NaOH

En un vidrio reloj pese la cantidad necesaria para preparar 100 ml de NaOH 0.05 M. Disuelva el sólido en agua y vierta en un matraz de 100 ml. Enrase, agite y rotule.

Tome 10 ml de NaOH, disuelva en 30 ml de agua y titule con HCl en presencia de dos a tres gotas de fenolftaleína (1 % en etanol) como indicador, hasta que la solución pase a transparente. Calcule la concentración real del NaOH.

## Tratamiento de residuos

Reunir los residuos de las titulaciones. Neutralizar y diluir en una relación mínima de 1/100 y descartar por el drenaje.

Las soluciones sobrantes e indicadores deben ser rotulados y guardarse en frascos apropiados para su reutilización.

## Actividad preliminar a la práctica

- Realizar en la bitácora del laboratorio la “verdosidad” de la práctica, acorde a metodología planteada en el capítulo II.

## Actividades posteriores a la práctica

- Explique todas las reacciones que se ven involucradas en la práctica.
- Calcule las concentraciones reales de las soluciones estándar (HCl y NaOH).
- Explique por qué se debe hervir la solución cuando se está estandarizando HCl.
- ¿Qué patrón primario se hubiere podido utilizar para la estandarización del NaOH?
- Proponga la sustitución o re-escalamiento de reactivos tóxicos y peligrosos por otras alternativas que permitan cumplir la apropiación de los conocimientos y conlleven al mejoramiento de la evaluación de los principios de química verde.

## Medidas de la acidez en productos alimenticios

Los alimentos son objeto de estudio desde diferentes perspectivas, que van desde el análisis de los compuestos en el enfoque nutricional, hasta la degustación para establecer la aprobación desde las sensaciones gustativas.

La determinación de la acidez no es ajena a las tendencias de análisis, de hecho, se constituyen en una variable importante, dado que de ella dependen otras, como son la calidad alimentaria y el tiempo de almacenamiento proyectado. La acidez de un producto natural se considera como su contenido en sustancias ácidas. Habitualmente se determina mediante técnicas de valoración ácido-base y se puede expresar como

la cantidad equivalente de un ácido característico de ese producto natural, concepto que no debe ser confundido con la determinación del pH de la muestra, que habitualmente se obtiene con un pH metro y que corresponde a la concentración de iones hidronios ( $H_3O^+$ ) que contiene la disolución acuosa [7].

Por ejemplo, el ácido mayoritario contenido en la leche es el ácido láctico, por ello se expresa la acidez como gramos de ácido láctico ( $CH_3-CHOH-COOH$ ) por gramos del producto; en los vinos y en los productos cárnicos la acidez se expresa en función de la cantidad de ácido tartárico y en los jugos de limón, naranja, mandarina se expresa en forma de ácido cítrico.

Tabla 6. 13. Competencias esperadas en la práctica en titulaciones ácido-base.

<b>Competencias esperadas en la práctica en titulaciones ácido-base</b>	
<b>Conceptuales</b>	<p>Conoce las características de los ácidos y bases.</p> <p>Comprende los conceptos de pH, pOH y acidez.</p> <p>Conoce la función y comportamiento de los indicadores ácidos-bases.</p> <p>Comprende las formas de expresar el contenido en ácidos de distintos productos naturales. Diferenciar entre acidez y pH.</p>
<b>Procedimentales</b>	<p>Estandariza soluciones ácido-base.</p> <p>Valora la composición en ácidos de distintos productos naturales y los expresa en acidez.</p> <p>Determina el valor pH de distintas bebidas a partir de la concentración del ácido. Analiza mediante un estudio de "verdosidad" si la práctica de laboratorio cumple con los principios de la química verde y propone la sustitución o re-escalamiento de reactivos tóxicos y peligrosos por otras alternativas que permitan cumplir la apropiación de los conocimientos en las áreas tratadas.</p>
<b>Actitudinales</b>	<p>Trabaja colaborativamente en equipo hacia la resolución de problemas prácticos que conllevan el reconocimiento y aplicación de conceptos.</p> <p>Fomenta la capacidad autónoma hacia la preservación del medio ambiente.</p> <p>Reconoce y aplica las buenas prácticas de laboratorio (BPL).</p>

Fuente: elaboración propia.

Tabla 6. 14. Materiales y equipos, titulaciones ácido-base.

Material	Cantidad
Bureta 25 ml	2
Pinza para bureta	2
Plancha de agitación y de calentamiento	1
Erlenmeyer 250 ml	3
Agitador magnético	2
Matraz aforado 100 ml	3
Matraz aforado 250 ml	1
Frasco lavador	1
Vidrio reloj	2
Varilla de agitación	1
Vaso de precipitado 100 ml	2
Pipeta volumétrica 10 ml	1
Pipeta volumétrica 25 ml	1
Pipeta graduada 5 ml	1
Espátula	1
Jeringa	1
Equipo de filtración al vacío	1

Cantidad necesaria para cada grupo.

Fuente: elaboración propia.

Tabla 6. 15. Reactivos y soluciones, titulaciones ácido-base.

Reactivo o solución	UM
Solución de NaOH estandarizada	100 ml
Fenolftaleína al 1% en etanol (indicador)	1,5 ml
Naranja de metilo o rojo de metilo (indicador)	1,5 ml

Cantidad necesaria para cada grupo. UM: unidad de medida.

Fuente: elaboración propia.

## Salchichas y/o productos cárnicos

Pesar entre 10 g y 20 g de muestra homogeneizada. En un vaso de precipitado previamente, tarado con un error máximo de  $\pm 0.1$  g, se añaden 100 ml de agua y se deja en reposo durante una hora. El contenido del vaso de precipitado se transfiere cuantitativamente a un matraz aforado de 250 ml, se enrasa, agita y filtra. De este filtrado se toma una alícuota de 10 ml o 25 ml. Se transfiere la alícuota tomada a un erlenmeyer y se añaden de tres o cuatro gotas de solución indicadora de fenolftaleína. Finalmente se valora con solución de NaOH 0.1 N hasta que adquiera coloración rosada que perdure durante 30 segundos.

## Leche en polvo

Se pesan 10 g de muestra en un vaso de precipitado previamente tarado y se añaden 60 ml de agua destilada con anterioridad y calentada a temperatura entre 60 -70 °C. Se agita hasta total disolución y se trasvasa cuantitativamente a un matraz aforado de 100 ml. Se enrasa y se toma una alícuota de 10 ml o 25 ml para la valoración. Los resultados se expresan en por ciento de acidez en función del ácido láctico.

## Determinación de ácido cítrico en jugos de frutas

Mida el volumen de jugo de fruta que aparece en la Tabla 6.16 agréguelos a 50 ml de agua desionizada en un beaker. Posteriormente, agregue entre dos y cinco gotas del indicador fenolftaleína, homogenice la solución y proceda a la titulación con NaOH estandarizado hasta que ocurra cambio de color y éste se mantenga por lo menos 15 segundos.

Tabla 6. 16. Reactivos y soluciones, titulaciones ácido-base.

Muestra	Volumen de muestra (ml)
Jugo de piña natural	5.3
Jugo comercial de piña	5.5
Jugo natural de naranja	6.8
Jugo comercial de naranja	6.7
Jugo natural de limón	1.9
Jugo comercial de limón	2.3

Fuente: elaboración propia.

## Tratamiento de residuos

Reunir los residuos de las titulaciones, neutralizar y diluir en una relación mínima de 1 en 100 y descartar por el drenaje.

Los desechos sólidos de alimentos pueden disponerse en los recipientes para residuos no reciclables.

Las soluciones sobrantes e indicadores deben ser rotulados y guardarse en frascos apropiados para su reutilización.

## Actividad preliminar a la práctica

- Realizar en la bitácora del laboratorio la “verdosidad” de la práctica, acorde a metodología planteada en el capítulo II.

## Actividades posteriores a la práctica

- Determine la acidez de la muestra problema (g ácido/100 ml de muestra), expresada en términos del ácido que principalmente la constituye.
- Proponga la sustitución o re-escalamiento de reactivos tóxicos y peligrosos por otras alternativas que permitan cumplir la apropiación de los conocimientos y conlleven al mejoramiento de la evaluación de los principios de química verde.

### 6.4.4 Titulaciones ácido base para determinar carbonatos y fosfatos

El análisis de soluciones de NaOH,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{NHCO}_3$  (carbonatos) o  $\text{H}_3\text{PO}_4$ ,  $\text{NaH}_2\text{PO}_4$ ,  $\text{Na}_2\text{HPO}_2$ ,  $\text{Na}_3\text{PO}_4$  (fosfatos), o mezclas compatibles de estos, teniendo en cuenta que en una solución solo puede existir dos de tres componentes, ya que la reacción entre estos elimina el tercero, requiere dos titulaciones con indicadores diferentes cada vez [8].

Estas valoraciones pueden ser realizadas en un mismo vaso o en vasos separados y depende de la posibilidad de las proximidades del viraje entre cada indicador.

Las posibles respuestas de los volúmenes con respecto a los indicadores y método de análisis en carbonatos se resumen en la Tabla 6.17.

Tabla 6. 17. Relaciones de volúmenes para determinación de carbonatos.

Relaciones de volúmenes para determinación de carbonatos		
Posibles soluciones	En un mismo vaso	En vasos separados
$\text{OH}^-$	$V_f > 0; V_{nm} = 0$	$V_f = V_{nm}$
$\text{CO}_3^{-2}$	$V_f = V_{nm}$	$2V_f = V_{nm}$
$\text{HCO}_3^{-1}$	$V_{nm} > 0; V_f = 0$ (HCl y NaOH)	$V_{nm} > 0; V_f = 0$ (HCl y NaOH)
$\text{H}_2\text{CO}_3$	$V_f > 0; V_{nm} = 0$	$V_f > 0; V_{nm} = 0$
$\text{OH}^-$ y $\text{CO}_3^{-2}$	$V_f > V_{nm}$	$V_f > V_{nm}; 2V_f > V_{nm}$
$\text{CO}_3^{-2}$ y $\text{HCO}_3^{-1}$	$V_f > V_{nm}$ $V_{nm} > 0; V_f = 0$ (HCl)	$V_f < V_{nm}; 2V_f < V_{nm}$ $V_{nm} > 0; V_f = 0$ (HCl)
$\text{HCO}_3^{-1}$ y $\text{H}_2\text{CO}_3$	$V_f > 0; V_{nm} = 0$ (NaOH)	$V_f = V_{nm}$ (NaOH)

$V_f$ = volumen utilizado con fenolftaleína.

$V_{nm}$ = volumen utilizado con naranja de metilo.

Fuente: elaboración propia.

Tabla 6. 18. Relaciones de volúmenes para determinación de fosfatos.

Posibles soluciones	En un mismo vaso	Agente valorante	
		HCl	NaOH
$\text{PO}_4^{-3}$	$V_f < V_{bc}; 2V_f = V_{bc}$	x	
$\text{HPO}_4^{-2}$	$V_f = 0; V_{bc} > 0$	x	
$\text{H}_2\text{PO}_4^{-1}$	$V_f > 0; V_{bc} = 0$		x
$\text{H}_3\text{PO}_4$	$V_f > V_{bc}; V_f = 2V_{bc}$		x
$\text{OH}^-$ y $\text{PO}_4^{-3}$	$V_f < V_{bc}; 2V_f < V_{bc}$	x	
$\text{PO}_4^{-3}$ y $\text{HPO}_4^{-2}$	$V_f < V_{bc}; 2V_f > V_{bc}$ $V_f > 0; V_{bc} = 0$	x	x
$\text{HPO}_4^{-2}$ y $\text{H}_2\text{PO}_4^{-1}$	$V_{bc} > 0; V_f = 0$ $V_f > V_{bc}; V_f > 2V_{bc}$	x	x
$\text{H}_2\text{PO}_4^{-1}$ y $\text{H}_3\text{PO}_4$	$V_{bc} > 0; V_f = 0$	x	

$V_{bc}$ = volumen con verde bromocresol.

Fuente: elaboración propia.

Tabla 6. 19. Competencias esperadas en la práctica determinación de carbonatos y fosfatos.

<b>Competencias esperadas en la práctica determinación de carbonatos y fosfatos</b>	
<b>Conceptuales</b>	Conoce las características de los ácidos y bases.
	Comprende los conceptos de pH, pOH y acidez.
	Conoce la función y comportamiento de los indicadores ácidos-bases. Comprende las formas de expresar el contenido en ácidos de distintos productos naturales. Diferencia entre acidez y pH.
<b>Procedimentales</b>	Estandariza soluciones ácido-base. Aplica los conceptos de titulaciones ácido-base con indicadores, para determinar la composición y porcentaje de carbonatos y fosfatos en soluciones.
	Analiza mediante un estudio de “verdosisidad” si la práctica de laboratorio cumple con los principios de la química verde y propone la sustitución o re-escalamiento de reactivos tóxicos y peligrosos por otras alternativas que permitan cumplir la apropiación de los conocimientos en las áreas tratadas.
<b>Actitudinales</b>	Trabaja colaborativamente en equipo hacia la resolución de problemas prácticos que conllevan el reconocimiento y aplicación de conceptos. Fomenta la capacidad autónoma hacia la preservación del medio ambiente. Reconoce y aplica las buenas prácticas de laboratorio (BPL).

Fuente: elaboración propia.

Tabla 6. 20. Materiales y equipos, práctica determinación de carbonatos y fosfatos.

<b>Material</b>	<b>Cantidad</b>
Plancha de agitación y de calentamiento	1
Bureta 25 ml	2
Pinza para bureta	2
Erlenmeyer 50 ml	4
Agitador magnético	2
Matraz aforado 100 ml	5
Frasco lavador	1
Vidrio reloj	2
Varilla de agitación	1
Vaso de precipitado 100 ml	3

## Notas de química analítica con prácticas de laboratorio

Material	Cantidad
Pipeta volumétrica 10 ml	1
Pipeta graduada 5 ml	1
Espátula	1

Cantidad necesaria para cada grupo.

Fuente: elaboración propia.

Tabla 6. 21. Reactivos y soluciones, práctica determinación de carbonatos y fosfatos.

Reactivo o solución	UM
Hidróxido de sodio grado analítico (NaOH)	0.4 g
HCl Concentrado	1.0 ml
Fenolftaleína (indicador)	1.0 ml
Verde bromocresol (indicador)	1.0 ml
Naranja de metilo (indicador)	1.0 ml

Cantidad necesaria para cada grupo. UM: unidad de medida.

Fuente: elaboración propia.

### Preparación de las muestras

Se entrega a cada grupo tres muestras: dos correspondientes a una mezcla de carbonatos y otra de fosfatos. Pesar en balanza digital, y por separado, aproximadamente 0.5 g de cada muestra y diluir hasta 100 ml con agua destilada (afore y rotule como solución A, B y C).

### Valoración en un vaso solución A, B y C

Tome por duplicado 10.0 ml de la solución A, B o C proporcionadas por el docente, y colóquelas en dos erlenmeyer de 50 ml.

Para el primer erlenmeyer con muestra A y B, verifique su acidez adicionando entre una y dos gotas de fenolftaleína. Si la coloración es rosa, valore con HCl 0.1 M previamente estandarizado hasta transparente. Posteriormente adicione una o dos gotas de naranja de metilo y titule con nuevamente con HCl hasta que se evidencie cambio de color. Hierva la solución. Si el indicador regresa a su coloración anterior debe agregar HCl hasta obtener nuevamente un cambio de color.

En el erlenmeyer con la muestra C, correspondiente a fosfatos, realice el mismo procedimiento anterior, pero en esta ocasión trabajando con indicador de verde bromocresol en lugar de naranja de metilo (no se requiere hervir).

### **Valoración en vasos separados solución A, B y C**

Mida 10.0 ml de las soluciones A y B. Agregue de una a dos gotas de naranja de metilo, y de acuerdo con su coloración titule con NaOH o HCl hasta que se produzca el cambio de color del indicador.

Para la valoración de la muestra C, mida 10.0 ml y agregue verde bromocresol y titule con NaOH o HCl hasta cambio de color del indicador.

### **Tratamiento de residuos**

Reúna los residuos de las titulaciones, neutralice y diluya en una relación mínima de 1 en 100 y descarte por el drenaje.

Las soluciones sobrantes e indicadores deben ser rotulados y guardarse en frascos apropiados para su reutilización.

### **Actividad preliminar a la práctica**

- Realizar en la bitácora del laboratorio la “verdosidad” de la práctica, acorde a metodología planteada en el capítulo II.

### **Actividades posteriores a la práctica**

- Realice un análisis detallado sobre la forma cómo deduce qué clase de sustancia(s) compone(n) cada muestra problema. Además, debe expresar su porcentaje.
- Diga por qué en carbonatos se trabaja con naranja de metilo, mientras que en la determinación de fosfatos se trabaja con verde bromocresol.
- Argumente por qué no se puede determinar la composición de una muestra de  $\text{NaH}_2\text{PO}_4$  titulando con HCl en presencia de verde bromocresol.
- Explique por qué hay que hervir la solución de carbonato cuando se titulan con HCl.
- Proponga la sustitución o re-escalamiento de reactivos tóxicos y peligrosos por otras alternativas que permitan cumplir la apropiación de los conocimientos y conlleven al mejoramiento de la evaluación de los principios de química verde.

## Aplicaciones titulaciones ácido-base: determinación de nitrógeno en una muestra por Microkjeldahl

Muchos compuestos nitrogenados, calentados con ácido sulfúrico concentrado a elevadas temperaturas en presencia de un catalizador, se descomponen con formación de amoníaco, que es fijado por el ácido en forma de ion amonio. Se alcaliniza la mezcla fuertemente con hidróxido sódico y se calienta en ebullición. El amoníaco se destila y se recoge en un exceso de ácido bórico [9].

Valorando con HCl el borato formado se obtiene la cantidad de amoníaco, y por estequiometría se puede determinar la cantidad de nitrógeno en la muestra original.

La determinación de nitrógeno por el método de Microkjeldahl es de amplia utilización en alimentos, suelos y aguas [10-11].

Tabla 6. 22. Procesos y reacciones en análisis de nitrógeno por Microkjeldahl

Digestión:	$\text{N} + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ $\Delta, \text{ catalizador}$
Destilación:	$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 + 2\text{NaOH} \rightarrow \text{NH}_3 + \text{Na}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O}$ $\text{NH}_3 + \text{H}_3\text{BO}_3 \rightarrow \text{NH}_4^+ + \text{H}_2\text{BO}_3^- \text{ (cambio color indicador mixto)}$
Titulación:	$\text{H}_2\text{BO}_3^- + \text{HCl} \rightarrow \text{H}_3\text{BO}_3 + \text{Cl}^- \text{ (cambio color indicador mixto)}$

Fuente [10-11]

Tabla 6. 23. Competencias esperadas en la práctica determinación de nitrógeno por Microkjeldahl.

Competencias esperadas en la práctica determinación de nitrógeno por Microkjeldahl	
Conceptuales	Conoce las características de los ácidos y bases.
	Comprende los conceptos de pH, pOH y acidez.
	Conoce la función y comportamiento de los indicadores ácidos-bases.
Procedimentales	Estandariza soluciones ácido-bases.
	Aplica los conceptos de titulaciones ácido-base con indicadores, para determinar la composición y porcentaje de nitrógeno en muestras diversas.
	Analiza mediante un estudio de “verdosidad” si la práctica de laboratorio cumple con los principios de la química verde y propone la sustitución o re-escalamiento de reactivos tóxicos y peligrosos por otras alternativas que permitan cumplir la apropiación de los conocimientos en las áreas tratadas.

<b>Competencias esperadas en la práctica determinación de nitrógeno por Microkjeldahl</b>	
<b>Actitudinales</b>	Trabaja colaborativamente en equipo hacia la resolución de problemas prácticos que conllevan el reconocimiento y aplicación de conceptos.
	Fomenta la capacidad autónoma hacia la preservación del medio ambiente.
	Reconoce y aplica las buenas prácticas de laboratorio (BPL).

Fuente: elaboración propia.

Tabla 6. 24. *Materiales y equipos, determinación de nitrógeno por Microkjeldahl.*

<b>Material</b>	<b>Cantidad</b>
Plancha de agitación y de calentamiento	1
Bureta 25 ml	2
Pinza para bureta	2
Erlenmeyer 100 ml	1
Erlenmeyer 50 ml	1
Agitador magnético	1
Matraz aforado 50 ml	1
Frasco lavador	1
Vidrio reloj	2
Varilla de agitación	1
Vaso de precipitado 100 ml	2
Pipeta graduada 5 ml	1
Espátula	1
Gotero	1
Matraz de fondo plano pirex	1
Digestor Microkjeldahl	1
condensador	1
Pinza con nuez	3
Mechero	1
Plancha ceran	1
Probeta 50 ml	1
Adaptador con tapón	1

Cantidad necesaria para cada grupo.

Fuente: elaboración propia.

Tabla 6. 25. Reactivos y soluciones, determinación de nitrógeno por Microkjeldahl.

Reactivo o solución	UM
Hidróxido de sodio (NaOH)	17.5 g
HCl concentrado	0.5 ml
Verde bromocresol (indicador)	
Ácido bórico	4 g
Sulfato de potasio	1.5 g
Ácido sulfúrico concentrado	4 ml
Selenio en polvo	5 mg
Peróxido de hidrogeno al 35 %	1.0 ml
Perlas de vidrio	3

Cantidad necesaria para cada grupo. UM: unidad de medida.

Fuente: elaboración propia.

## Muestra

Pesar 1.0 g de muestra (secada en estufa a 130 °C por una hora), que preferiblemente se encuentre en polvillo de tamaño muy fino.

## Reactivos para la digestión

A cada muestra agregar en el tubo de digestión 1.5 g sulfato de potasio, 1 mg de selenio en polvo, 3 ml de ácido sulfúrico concentrado, 1 ml de peróxido de hidrógeno ( $H_2O_2$ ) al 35 % y dos perlas de vidrio para reducir la ebullición.

## Digestión, refrigeración y dilución

Calentar por 30 minutos a 250 °C. Posteriormente dejar que el tubo de digestión se enfríe entre 50 °C–60 °C y seguidamente agregar agua libre de amoníaco hasta casi la mitad de la capacidad del digestor.

## Destilación

Colocar el tubo digestor en la unidad de destilación. Agregar 25 ml de hidróxido de sodio al 35 %, dispensado en forma automática o semiautomática. Destilar vapor hasta recoger 100 ml del destilado.

## Titulación

Al frasco erlenmeyer que recoge el vapor destilado agregarle 25 ml de solución ácido bórico al 4 % y una o dos gotas de indicador mixto (mezcla de rojo de metilo con verde bromocresol). Después de que el indicador cambie de color por el destilado recogido, proceda a titular con ácido clorhídrico, previamente estandarizado a 0.1 M, hasta retomar el color inicial de la solución de ácido bórico.

## Tratamiento de residuos

Reunir los residuos de la titulación. Neutralizar y diluir en una relación mínima de 1 en 100 y descartar por el drenaje.

Los residuos de la destilación, por tener una concentración alta de base, deben ser colocados en el contenedor de ácidos y bases.

Las soluciones e indicadores sobrantes deben ser rotulados y guardarse en frascos apropiados para su reutilización.

## Actividad preliminar a la práctica

- Realizar en la bitácora del laboratorio la “verdosidad” de la práctica, acorde a metodología planteada en el capítulo II.

## Actividades posteriores a la práctica

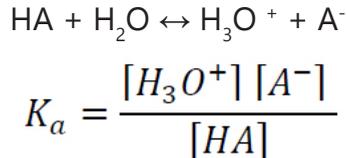
- Exprese el porcentaje de nitrógeno en la muestra. En caso de ser un alimento, relacione el contenido de nitrógeno con la cantidad de proteína equivalente.
- Explique otros métodos de análisis de nitrógeno.
- Proponga la sustitución o re-escalamiento de reactivos tóxicos y peligrosos por otras alternativas que permitan cumplir la apropiación de los conocimientos y conlleven al mejoramiento de la evaluación de los principios de química verde.

### 6.4.6 Preparación de soluciones reguladoras

Las soluciones reguladoras, también llamadas amortiguadoras, tampón o buffer, son sistemas cuyo pH permanece notablemente estable cuando se les añaden otras sustancias. La solución amortiguadora debe resistir el cambio de pH ante las posibles

variaciones generadoras de cambios de pH, tales como adición de ácido, base, disolvente o cambio de temperatura [12].

Las soluciones reguladoras se pueden preparar mezclando un ácido débil o una base débil con su ion conjugado



Aplicando la función  $p$ , ( $-\log$ ), a ambos lados de la constante de acidez, se tiene:

$$-\log K_a = -\log \left( \frac{[H_3O^+][A^-]}{[HA]} \right)$$

Luego de redistribuir el logaritmo para obtener el pH, se encuentra la ecuación de Henderson Hasselbalch.

$$pH = pK_a + \log \left( \frac{[A^-]}{[HA]} \right)$$

Donde el pH depende tanto de las concentraciones del ácido débil, HA, como de la concentración de base conjugada, A<sup>-</sup>.

Una forma de obtener una solución buffer se puede realizar mezclando directamente el ácido débil con su base conjugada, según lo muestra el siguiente ejemplo:

Determinar el pH que se obtiene al mezclar 20.0 ml de una solución de *ácido* benzoico 0.85 M con 35.0 ml de benzoato de sodio 0.75 M.

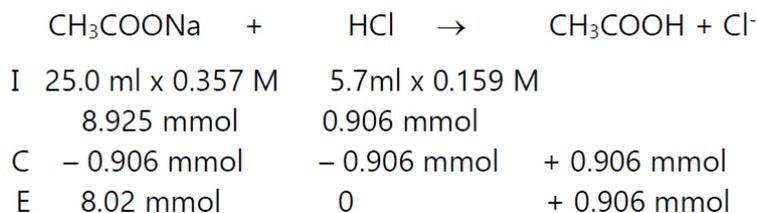
$$K_a \text{ ácido benzoico} = 6.30 \times 10^{-5}$$

$$pK_a = -\log 6.30 \times 10^{-5} = 4.20$$

$$pH = 4.20 + \log \left( \frac{35.0 \text{ ml} \times 0.75 \text{ M}}{20.0 \text{ ml} \times 0.85 \text{ M}} \right) = 4.39$$

Otra manera de obtener la solución buffer, es adicionando a un ion débil un ion fuerte en condiciones limitantes, que permita obtener mediante el equilibrio el ion conjugado, según lo muestra el siguiente ejemplo:

Encuentre el pH a una mezcla constituida entre 25.0 ml de acetato de sodio 0.357 M con 5.7 ml de HCl 0.159 M.  $pK_a$  ácido acético = 4.76.



Aplicando la ecuación de Henderson-Hasselbalch se obtiene:

$$pH = 4.76 + \log\left(\frac{8.02 \text{ mmol}}{0.906 \text{ mmol}}\right) = 5.70$$

La *capacidad tamponante*,  $\beta$ , para una solución reguladora se define como la cantidad de ácido o base fuertes, expresados en moles añadidos a 1 L de tampón, para que su pH varíe en una unidad. Su valor siempre es positivo y se puede establecer, prácticamente, mediante las siguientes ecuaciones:

$$\beta = \frac{\text{moles base añadidos}}{\Delta pH}$$

$$\beta = - \frac{\text{moles ácido añadidos}}{\Delta pH}$$

Determinar el cambio de pH que experimentaría la solución reguladora de *ácido* benzoico anterior si al sistema se le agrega: a) 10.0 ml de NaOH 0.05 M y b) 10.0 ml de HCl 0.05 M. Finalmente, c) establezca la capacidad tamponante en cada caso.

a) Si se agrega NaOH, las moles del ácido disminuirán y las de la base conjugada se incrementarán:

## Notas de química analítica con prácticas de laboratorio

$$pH = 4.20 + \log\left(\frac{35.0 \text{ ml} \times 0.75 \text{ M} + 10.0 \text{ ml} \times 0.05 \text{ M}}{20.0 \text{ ml} \times 0.85 \text{ M} - 10.0 \text{ ml} \times 0.05 \text{ M}}\right) = 4.46$$

$$\beta = \frac{10.0 \text{ ml} \times 0.05 \text{ M}}{4.46 - 4.39} = 71.4$$

b) Por otro lado, si se agrega HCl, las moles del ácido aumentarán y las de la base conjugada disminuirán:

$$pH = 4.20 + \log\left(\frac{35.0 \text{ ml} \times 0.75 \text{ M} - 10.0 \text{ ml} \times 0.05 \text{ M}}{20.0 \text{ ml} \times 0.85 \text{ M} + 10.0 \text{ ml} \times 0.05 \text{ M}}\right) = 4.36$$

$$\beta = -\frac{10.0 \text{ ml} \times 0.05 \text{ M}}{4.36 - 4.39} = 16.7$$

Lo cual indica que la solución buffer tiene mejor capacidad tamponante para ácidos que para bases.

Tabla 6. 26. Competencias esperadas en la práctica soluciones amortiguadoras.

Competencias esperadas en la práctica soluciones amortiguadoras	
<b>Conceptuales</b>	Conoce las características de los ácidos y bases.
	Comprende los conceptos, la función y el comportamiento de las soluciones reguladoras.
<b>Procedimentales</b>	Prepara soluciones reguladoras y comprueba la capacidad de tamponamiento.
	Mide el pH y estabiliza disoluciones con soluciones tampón.
	Analiza mediante un estudio de “verdosidad” si la práctica de laboratorio cumple con los principios de la química verde y propone la sustitución o re-escalamiento de reactivos tóxicos y peligrosos por otras alternativas que permitan cumplir la apropiación de los conocimientos en las áreas tratadas.
<b>Actitudinales</b>	Trabaja colaborativamente en equipo hacia la resolución de problemas prácticos que conllevan el reconocimiento y aplicación de conceptos.
	Fomenta la capacidad autónoma hacia la preservación del medio ambiente. Reconoce y aplica las buenas prácticas de laboratorio (BPL).

Fuente: elaboración propia.

Tabla 6. 27. Materiales y equipos, práctica soluciones amortiguadoras.

Material	Cantidad
Plancha de agitación y de calentamiento	1
Agitador magnético	2
Matraz aforado 100 ml	3
Matraz aforado 50 ml	2
Matraz aforado 200 ml	1
Frasco lavador	1
Vidrio reloj	2
Varilla de agitación	1
Vaso de precipitado 100 ml	6
Pipeta volumétrica 10 ml	1
Probeta 50 ml	1
Pipeta graduada 5 ml	1
Espátula	1
Jeringa	1
Gotero	1
pH metro	1

Cantidad necesaria para cada grupo. UM: unidad de medida.

Fuente: elaboración propia.

Tabla 6. 28. Reactivos y soluciones, práctica soluciones amortiguadoras.

Reactivo o solución	UM
Hidróxido de sodio grado analítico (NaOH)	1 g
HCl concentrado	2 ml
Carbonato de sodio ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )	0.7 g
Acetato de sodio	1 g
Ácido acético concentrado	1.0 ml

Cantidad necesaria para cada grupo. UM: unidad de medida.

Fuente: elaboración propia.

### **Preparación solución reguladora de bicarbonato-carbonato pH 10**

Disolver aproximadamente 3 g de carbonato de sodio en aproximadamente 100 ml de agua desionizada. Poco a poco agregue ácido clorhídrico 6 M con agitación hasta un pH de  $10,0 \pm 0,1$  (mida la cantidad de HCl requerida).

### **Preparación solución reguladora acetato-ácido acético pH 5,0**

Disolver aproximadamente 2,0 g de acetato de sodio en un vaso de precipitados de 250 ml, que contenga aproximadamente 90 ml de agua desionizada. Añadir lentamente ácido clorhídrico 6 M con agitación hasta obtener un pH de  $5,0 \pm 0,1$  (mida la cantidad de HCl requerida).

### **Capacidad tamponante**

Se toman 25 ml del tampón y se añade ácido clorhídrico 1 M hasta que su pH disminuya en una décima de unidad. Expresar el resultado en moles de ácido por litro de tampón.

### **Comprobación del poder amortiguador**

- Tome dos vasos de precipitado de 20 ml de un jugo de naranja, rotúlelos y determine el pH del jugo de naranja. Posteriormente agréguele 20 ml de las soluciones tampón en cada vaso, respectivamente, según su rotulo. Vuelva a medir el pH final.
- Haga un blanco del jugo de naranja agregándole 20 ml de agua. Mida su pH después de agregarle el agua.
- Añada a cada solución (jugo de naranja-solución tampón) ácido clorhídrico 1 M hasta que el pH cambie en una unidad (tome los datos del volumen añadido vs. el cambio de pH).
- Tome 40 ml de agua. Mida el pH y agregue HCl ml hasta que cambie en una unidad de pH.

### **Tratamiento de residuos**

Reunir los residuos. Neutralizar y diluir en una relación mínima de 1 en 100 y descartar por el drenaje.

Las soluciones e indicadores sobrantes deben ser rotulados y guardarse en frascos apropiados para su reutilización.

### Actividad preliminar a la práctica

- Realizar en la bitácora del laboratorio la “verdosidad” de la práctica, acorde a metodología planteada en el capítulo II.

### Actividades posteriores a la práctica

- Establezca el pH teórico de las dos soluciones tampones preparados y compare con los valores experimentales.
- Diga cuál es la capacidad tamponante de cada buffer.
- Establezca las diferencias en el cambio del pH en el Jugo de naranja y explique cómo puede colaborar las soluciones tampón en la preservación de alimentos. Compare con los resultados obtenidos con agua.
- Proponga la sustitución o re-escalamiento de reactivos tóxicos y peligrosos por otras alternativas que permitan cumplir la apropiación de los conocimientos y conlleven el mejoramiento de la evaluación de los principios de química verde.

#### 6.4.7 Titulaciones Complexométricas: estandarización de soluciones EDTA

Las reacciones de formación de complejos pueden utilizarse en análisis volumétrico para la determinación de casi todos los iones metálicos. Como agentes acomplejantes se utilizan con asiduidad algunas aminas con grupos de ácido carboxílico. El EDTA es el ligando más ampliamente utilizado en la determinación de metales (M).

El EDTA es un ácido débil hexaprótico con  $pK_{a_1}=0.0$ ,  $pK_{a_2}=1.5$ ,  $pK_{a_3}=2.0$ ,  $pK_{a_4}=2.66$ ,  $pK_{a_5}=6.16$ ,  $pK_{a_6}=10.24$ . Los cuatro primeros valores se refieren a los protones carboxílicos (que se perderán con mayor facilidad) y los dos últimos a los de amonio. Habitualmente se emplean las expresiones  $H_6Y^{2+}$ ,  $H_5Y^+$ ,  $H_4Y$ ,  $H_3Y^{-1}$ ,  $H_2Y^{2-}$ ,  $HY^{3-}$ ,  $Y^{4-}$ , genéricamente  $(H^{4-m}Y)^{m+}$ , para referirse a las especies iónicas del EDTA con distinto grado de disociación (desprotonación) [13].

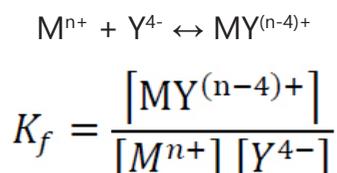
La especie  $Y^{4-}$  es la que ostenta mayor grado de quelación con los metales y se exhibe cuando la sal de EDTA está completamente desprotonada. La Tabla 6.29 muestra cómo se incrementa la fracción molar ( $\alpha_4$ ) de esta especie con el incremento del pH.

Tabla 6. 29. Valores de  $\alpha_4$  como función de pH.

pH	$\alpha_4$
2	$3.8 \times 10^{-14}$
4	$3.6 \times 10^{-9}$
6	$2.2 \times 10^{-5}$
8	$5.4 \times 10^{-3}$
10	0.35
12	0.98

Fuente [13]

La reacción de acomplejación entre  $Y^{4-}$  y el ion metálico  $M^{n+}$  es:



Para expresar el equilibrio en términos de la concentración de EDTA se trabaja con la constante condicional  $K'_f$ , donde:

$$K'_f = \alpha_4 \cdot K_f$$

Así, el equilibrio está dado por:

$$K'_f = \frac{[MY^{(n-4)+}]}{[M^{n+}][EDTA]}$$

El quelato metal-EDTA, con geometría octaédrica, se puede observar en la Figura 6.5.

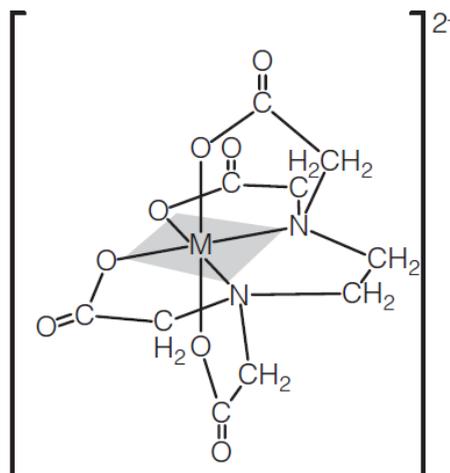


Figura 6. 5. Quelato metal- EDTA.  
Fuente: [13].

La desprotonación (pérdida de  $H^+$  por hidrólisis) de los grupos carboxílicos y amonio en disolución hace posible la formación de complejos estables 1:1 entre el EDTA y una gran variedad de iones metálicos multivalentes  $M^{n+}$ .

La Tabla 6.30 muestra constantes de formación del EDTA con algunos cationes metálicos.

Tabla 6. 30. Constantes de formación Metal-EDTA a 25 °C.

Catión	Kf para $MY^{(n-4)+}$	Log Kf
$Ag^+$	$2.0 \times 10^7$	7.3
$Mg^{2+}$	$4.9 \times 10^8$	8.7
$Ca^{2+}$	$5.0 \times 10^{10}$	10.7
$Fe^{2+}$	$2.1 \times 10^{14}$	14.3
$Zn^{2+}$	$3.2 \times 10^{16}$	16.5
$Cd^{2+}$	$2.9 \times 10^{16}$	16.5
$Fe^{3+}$	$1.0 \times 10^{25}$	25.1
$V^{3+}$	$8.0 \times 10^{25}$	25.9

Fuente: [14].

Las titulaciones complexométricas tienen alta aplicación en la determinación de iones metálicos en diferentes muestras, como alimentos, aguas, suelos, fluidos, etc. [14, 15].

Tabla 6. 31. Competencias esperadas en la práctica de titulaciones complexométricas.

<b>Competencias esperadas en la práctica de titulaciones complexométricas</b>	
<b>Conceptuales</b>	Conoce el equilibrio de las reacciones de acomplejamiento.
	Reconoce los diferentes tipos de titulaciones que experimenta el EDTA, como son directas, indirectas y por desplazamiento.
<b>Procedimentales</b>	Realiza estandarización de EDTA.
	Hace uso adecuado de los indicadores metalocrómicos.
	Aplica condiciones de pH necesarias para las titulaciones complexométricas.
	Analiza mediante un estudio de “verdosidad” si la práctica de laboratorio cumple con los principios de la química verde y propone la sustitución o re-escalamiento de reactivos tóxicos y peligrosos por otras alternativas que permitan cumplir la apropiación de los conocimientos en las áreas tratadas.
<b>Actitudinales</b>	Trabaja colaborativamente en equipo hacia la resolución de problemas prácticos que conlleven el reconocimiento y aplicación de conceptos.
	Fomenta la capacidad autónoma hacia la preservación del medio ambiente. Reconoce y aplica las buenas prácticas de laboratorio (BPL).

Fuente: elaboración propia.

Tabla 6. 32. Materiales y equipos, titulaciones complexométricas.

<b>Material</b>	<b>Cantidad</b>
Vidrio reloj	2
Gotero	1
Plancha calentadora y agitadora	1
Pipeta graduada 10 ml	1
Pipeta volumétrica 10 ml	1
Pipeta volumétrica 25 ml	1
Bureta 25 ml	1

Material	Cantidad
Pinza con nuez	1
Espátula	1
Erlenmeyer 250 ml	2
Vasos precipitado 250 ml	3
Vasos precipitado 100 ml	2
Probeta 50 ml	1
Matraz aforado 250 ml	2
Matraz aforado 100 ml	1
Varilla de agitación	1
Frasco lavador	1
Embudo caña larga	1
Aro soporte para embudo	1
Mortero con mazo	1
Propipeta (jeringa)	1
pH metro	1
Desecador*	2

Cantidad necesaria para cada grupo. \* Para todos los grupos.

Fuente: elaboración propia.

Tabla 6. 33. Reactivos y soluciones, titulaciones complexométricas.

Reactivo o solución	UM
Sal de EDTA	1,0 g
Hidróxido de sodio (NaOH)	4 g
Carbonato de calcio grado analítico (CaCO <sub>3</sub> )	0,100 g
Ácido clorhídrico concentrado (HCl)	10 ml
Carbonato de sodio	3g
Cloruro de magnesio	2 mg
Negro de eriocromo T	10 mg

UM: Unidad de medida.

Fuente: elaboración propia.

## Preparación de la solución de EDTA

Pese 1 000 g de la sal etilendiaminotetraacética disódica y disuélvala con 30 ml de agua en un vaso de precipitados. Adicione 20 mg de  $MgCl_2$  y homogenice. Transfiera esta solución a un balón aforado de 250 ml. Lave bien el vaso de precipitado con agua destilada. Transfiera los lavados al balón de 250 ml y enrase.

## Preparación de la solución estándar de $CaCO_3$ 0.01 M

Seque el  $CaCO_3$  por una hora a 110 °C y posteriormente deje enfriar en un desecador por 30 minutos. Pese exactamente 0.1000 g del  $CaCO_3$  seco y colóquelos en un vaso de precipitados de 100 ml. Añada 30 ml de agua destilada y HCl 1:1 hasta disolver todo el  $CaCO_3$  (evite el exceso de HCl). Caliente suavemente. Expulsar el  $CO_2$ . Enfríe la solución y transfírela cuantitativamente al balón de 100 ml. Enrase con agua destilada.

## Preparación de soluciones tampón

*Bicarbonato-carbonato pH 10*: disolver aproximadamente 3 g de carbonato de sodio en aproximadamente 100 ml de agua desionizada. Poco a poco agregue ácido clorhídrico 6 M con agitación hasta un pH de  $10,0 \pm 0,1$ .

## Indicadores

Agregar a la solución a evaluar después de ajustar pH entre 1 a 5 mg del indicador en estado sólido. Tener precaución que los colores no queden ni muy intensos, ni muy claros.

- *Negro de eriocromo T*: el indicador será azul en soluciones a pH = 10,0. Si aparece el indicador de color púrpura, añadir gota a gota una solución tampón de pH 10 hasta que el color cambie a azul.

## Estandarización de EDTA

Tome una alícuota de 10 ml de la solución estándar de  $CaCO_3$  y colóquelos en un erlenmeyer de 100 ml. Agregue 50 ml de agua destilada, 2 ml de solución amortiguadora pH 10, añada 1 mg de negro de eriocromo T. Titule la solución con EDTA hasta que varíe de rojo vinoso a azul, sin ninguna tonalidad violácea.

## Tratamiento de residuos

Reunir los residuos de la titulación, neutralizar y diluir en una relación mínima de 1 en 100. Las aguas pueden ser utilizadas en campos amplios de sembrado de pastos.

Las soluciones e indicadores sobrantes deben ser rotulados y guardarse en frascos apropiados para su reutilización.

## Actividad preliminar a la práctica

- Realizar en la bitácora del laboratorio la “verdosidad” de la práctica, acorde a metodología planteada en el capítulo II.

## Actividades posteriores a la práctica

- Exprese la concentración de EDTA en M y en mg de  $\text{CaCO}_3/\text{ml}$ .
- Explique porque se adiciona  $\text{MgCl}_2$  a la solución de EDTA.
- Explique un método por el cual se pueda determinar el contenido de sulfato ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) en una muestra, utilizando EDTA.
- Proponga la sustitución o re-escalamiento de reactivos tóxicos y peligrosos por otras alternativas que permitan cumplir la apropiación de los conocimientos y conlleven al mejoramiento de la evaluación de los principios de química verde.

### 6.4.8 Aplicaciones de las titulaciones complexométricas: determinación de aluminio y magnesio en tabletas antiácido

Los antiácidos que tradicionalmente vienen en tabletas masticables, o líquido, para suministro oral, tienen composiciones de iones aluminio y magnesio, los cuales farmacológicamente se reaccionan con el exceso de ácido en el estómago, reduciendo la acidez y aliviando con ello los síntomas asociados con úlceras, pirosis o dispepsia. Los hidróxidos de aluminio son utilizados en comparación que las sales de bicarbonato, porque disminuyen la concentración de  $\text{CO}_2$ , causantes eructos y dolor pélvico [16].

Los comprimidos farmacéuticos de hidróxidos de aluminio y de magnesio o sales de cloruro de aluminio y carbonato de magnesio son utilizados como antiácidos y están disponibles sin prescripción médica. Sin embargo, un uso excesivo de iones aluminio puede contribuir a la aparición de enfermedades neurodegenerativas, y un

exceso de iones magnesio puede acarrear diarreas, por lo cual su consumo debe ser controlado y su dosificación no debe ir más allá de las dos semanas.

Existen diferentes técnicas analíticas para la determinación de iones aluminio y magnesio, por ejemplo, las técnicas espectrofotométricas o de absorción atómica. Pero una técnica clásica de análisis de bajo costo y alta repetitividad y exactitud es la titulación por complexometría con EDTA [17].

Tabla 6. 34. Competencias esperadas en la práctica de titulaciones complexométricas.

<b>Competencias esperadas en la práctica de titulaciones complexométricas</b>	
<b>Conceptuales</b>	<p>Conoce el equilibrio de las reacciones de acomplejamiento.</p> <p>Reconoce los diferentes tipos de titulaciones que experimenta el EDTA, como son directas, indirectas y por desplazamiento.</p>
<b>Procedimentales</b>	<p>Determina concentraciones de iones metálicos en diferentes muestras, utilizando titulaciones directas, indirectas y/o por desplazamiento.</p> <p>Analiza mediante un estudio de “verdosidad” si la práctica de laboratorio cumple con los principios de la química verde y propone la sustitución o re-escalamiento de reactivos tóxicos y peligrosos por otras alternativas que permitan cumplir la apropiación de los conocimientos en las áreas tratadas.</p>
<b>Actitudinales</b>	<p>Trabaja colaborativamente en equipo hacia la resolución de problemas prácticos que conllevan el reconocimiento y aplicación de conceptos.</p> <p>Fomenta la capacidad autónoma hacia la preservación del medio ambiente.</p> <p>Reconoce y aplica las buenas prácticas de laboratorio (BPL).</p>

Fuente: elaboración propia.

Tabla 6. 35. Materiales y equipos, titulaciones complexométricas.

<b>Material</b>	<b>Cantidad</b>
Vidrio reloj	2
Gotero	1
Plancha calentadora y agitadora	1
Pipeta graduada 10 ml	1
Pipeta volumétrica 10 ml	1
Pipeta volumétrica 25 ml	1

Material	Cantidad
Bureta 25 ml	1
Pinza con nuez	1
Espátula	1
Erlenmeyer 250 ml	2
Vasos precipitado 250 ml	3
Vasos precipitado 100 ml	2
Probeta 50 ml	1
Matraz aforado 250 ml	2
Matraz aforado 100 ml	1
Varilla de agitación	1
Frasco lavador	1
Embudo caña larga	1
Aro soporte para embudo	1
Mortero con mazo	1
Propipeta (jeringa)	1
pH metro	1
Desecador*	2

Cantidad necesaria para cada grupo. \* Para todos los grupos.

Fuente: elaboración propia.

Tabla 6. 36. Reactivos y soluciones, titulaciones complexométricas.

Reactivo o solución	UM
Sal de EDTA estandarizada 0.01 M	250 ml
Ácido clorhídrico concentrado (HCl)	10 ml
Carbonato de sodio	3g
Acetato de sodio	2 g
Naranja de xilenol (indicador)	10 mg
Sulfato de zinc heptahidratado	1,0 g
Cloruro de magnesio	2 mg
Negro de eriocromo T	10 mg

UM: unidad de medida.

Fuente: elaboración propia.

## Preparación de la solución estándar de $\text{ZnSO}_4$ 0.01 M

Pesar aproximadamente 0,7189 g de sulfato de zinc heptahidratado,  $\text{ZnSO}_4$  grado reactivo (PM 287.53) con precisión 0,0001 g. Trasvasar cuantitativamente a un matraz aforado de 250 ml, con agua desionizada. Tapar y mezclar bien invirtiendo y agitando constantemente.

## Preparación de soluciones tampón

- *Bicarbonato-carbonato pH 10*: disolver aproximadamente 3 g de carbonato de sodio en aproximadamente 100 ml de agua desionizada. Poco a poco agregar ácido clorhídrico 6 M con agitación, hasta un pH de  $10,0 \pm 0,1$ .
- *Acetato-ácido acético pH 5,0*: disolver aproximadamente 2,0 g de acetato de sodio en un vaso de precipitados de 250 ml, que contenga aproximadamente 90 ml de agua desionizada. Añadir lentamente ácido clorhídrico 6 M con agitación, hasta obtener un pH de  $5,0 \pm 0,1$ .

## Indicadores

Agregar a la solución a evaluar y después de ajustar pH entre 1-5 mg del indicador en estado sólido. Tener precaución que los colores no queden ni muy intensos, ni muy claros.

- *Naranja xilenol*: el indicador preparado tomará un color amarillo limón. Este indicador es adecuado para el análisis de soluciones a pH = 5,0.
- *Negro de eriocromo T*: el indicador será azul en soluciones a pH = 10,0. Si aparece el indicador de color púrpura, añadir gota a gota una solución tampón de pH 10 hasta que el color cambie a azul.

## Preparación de la muestra

Obtener una pastilla de un medicamento antiácido y registrar su nombre comercial, principio(s) activo(s) y la cantidad declarada de cada componente.

Pese el comprimido con una precisión de 0,1 mg. Triture con un mortero limpio y seco hasta obtener un polvo tan fino como sea posible. Del polvillo pese alrededor de 0,7 g y transféralo a un erlenmeyer de 250 ml. Luego añada aproximadamente 25 ml de agua desionizada y 2 ml de ácido clorhídrico. Hierva con agitación la mezcla durante unos 20 minutos. Retire el matraz de la placa caliente y permita que se enfríe a

temperatura ambiente o en un baño de agua. Se filtra la mezcla usando filtración por gravedad, recogiendo el filtrado en un matraz aforado de 250 ml. Lave el precipitado con aproximadamente 10 ml de agua desionizada, dos veces, para asegurarse de que todos los iones metálicos son transferidos en el matraz aforado. Diluya la solución a la marca de calibración con agua demonizada. Tape y mezcle bien la solución, invirtiendo y sacudiendo repetidas veces.

### **Determinación total de aluminio y magnesio**

Pipetear una alícuota de 10,00 ml de la solución de la muestra antiácido en un erlenmeyer de 125 ml, seguido de la adición de 20 ml de la solución tampón de bicarbonato-carbonato ( $\text{pH } 10,0 \pm 0,1$ ). Transferir cuantitativamente una alícuota de 30,00 ml de EDTA estandarizado, medidos con una bureta. Hervir suavemente la mezcla durante cinco minutos. Añadir 1 mg del indicador negro de eriocromo T. La solución debe ser azul. Si es color rojo vino adicionar 5,00 ml o más de EDTA. Hervir otra vez hasta que el color cambie a azul. Valorar por retroceso con la solución estandarizada de zinc hasta que el color cambie de azul a púrpura. Repetir dos veces la titulación.

### **Determinación de aluminio**

Pipetear una alícuota de 10,00 ml de la solución de antiácido y transferirlo a un erlenmeyer de 125 ml. Añadir aproximadamente 20 ml de la solución de ácido acético-acetato ( $\text{pH } 5,0 \pm 0,1$ ). Transferir cuantitativamente una alícuota de 20,00 ml de EDTA estandarizado con una bureta. Hervir suavemente la solución durante cinco minutos. Añadir 1 mg del indicador naranja xilenol. La solución debe ser de color amarillo limón. Si el EDTA no es suficiente para quelar iones de aluminio, la solución debe ser de color rojo intenso. En este caso, poner un adicional de 5,00 ml o más alícuota de la solución de EDTA. Hervir otra vez hasta que el color cambie a amarillo limón.

Valorar por retroceso con la solución de zinc, hasta que cambie de color a un naranja estable por lo menos tres minutos. Procurar que la titulación se haga lentamente. Repetir dos veces la titulación.

### **Tratamiento de residuos**

Reunir los residuos de la titulación. Neutralizar y diluir en una relación mínima de 1 en 100. Las aguas pueden ser utilizadas en campos amplios de sembrado de pastos.

Los sólidos sobrantes del antiácido deben recogerse en el contenedor de sólidos.

Las soluciones e indicadores sobrantes deben ser rotulados y guardarse en frascos apropiados para su reutilización.

### Actividad preliminar a la práctica

- Realizar en la bitácora del laboratorio la “verdosidad” de la práctica, acorde a metodología planteada en el capítulo II.

### Actividades posteriores a la práctica

- Exprese el contenido de los iones metálicos en la muestra y determine el porcentaje de error con respecto al rotulado en el empaque o requerimientos de la norma.
- ¿Qué efectos tiene el pH en la titulación aluminio y magnesio con EDTA?
- Proponga la sustitución o re-escalamiento de reactivos tóxicos y peligrosos por otras alternativas que permitan cumplir la apropiación de los conocimientos y conlleven al mejoramiento de la evaluación de los principios de química verde.

### 6.4.9 Aplicaciones de las titulaciones complexométricas: determinación de dureza cálcica y magnésica en agua

Las aguas potables y residuales pueden presentar dureza, la cual se debe a iones metálicos divalentes, que son responsables de generar cambios composicionales, causantes de la precipitación de aniones. Para el caso de aguas de uso industrial, las aguas con alta dureza forman incrustaciones en las tuberías o calderas, ocasionando incrementos la presión por ellas [18].

Aunque el consumo de agua con contenido de dureza es aceptable a nivel sanitario, generan dificultades en su uso, fundamentalmente cuando se mezclan con sustancias jabonosas, al inhibir la formación de espuma, enquistar obstrucciones en el sistema de desagüe y depósitos amarillos en los tejidos de la ropa.

Los principales cationes que generan dureza en el agua son el  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$  y, en menor grado,  $\text{Al}^{3+}$  y  $\text{Fe}^{3+}$ . En cuanto aniones, se evidencia alta incidencia con  $\text{HCO}_3^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{Cl}^-$  y  $\text{SiO}_3^{2-}$ .

Los límites permitidos de dureza en agua potable cambian acorde a las legislaciones de cada país, sin embargo, se reconoce 160 mg  $\text{CaCO}_3/\text{L}$  como límite máximo.

Las aguas de caldera con presión intermedia presentan un límite es 1.0 CaCO<sub>3</sub>/L y las calderas de presión alta no deben superar 0.07 mg CaCO<sub>3</sub>/L.

A continuación se presenta un método de análisis titulométricos, aplicable a aguas potables, superficiales, contaminadas y aguas residuales, donde el ácido etilendiami-notetraacético y sus sales de sodio (EDTA) forman un complejo de quelato soluble al añadirlo a las soluciones de algunos cationes metálicos.

Tabla 6. 37. Competencias esperadas en la práctica de titulaciones complexométricas.

<b>Competencias esperadas en la práctica de titulaciones complexométricas</b>	
<b>Conceptuales</b>	Conoce el equilibrio de las reacciones de acomplejamiento.
	Reconoce los diferentes tipos de titulaciones que experimenta el EDTA, como son directas, indirectas y por desplazamiento.
<b>Procedimentales</b>	Determina concentraciones de iones metálicos en diferentes muestras, utilizando titulaciones directas, indirectas y/o por desplazamiento.
	Analiza mediante un estudio de “verdosidad” si la práctica de laboratorio cumple con los principios de la química verde y propone la sustitución o re-escalamiento de reactivos tóxicos y peligrosos por otras alternativas que permitan cumplir la apropiación de los conocimientos en las áreas tratadas.
<b>Actitudinales</b>	Trabaja colaborativamente en equipo hacia la resolución de problemas prácticos que conllevan el reconocimiento y aplicación de conceptos.
	Fomenta la capacidad autónoma hacia la preservación del medio ambiente. Reconoce y aplica las buenas prácticas de laboratorio (BPL).

Fuente: elaboración propia.

Tabla 6. 38. Materiales y equipos, titulaciones complexométricas.

<b>Material</b>	<b>Cantidad</b>
Vidrio reloj	2
Gotero	1
Plancha calentadora y agitadora	1
Pipeta graduada 10 ml	1
Pipeta volumétrica 10 ml	1
Pipeta volumétrica 25 ml	1

## Notas de química analítica con prácticas de laboratorio

Material	Cantidad
Bureta 25 ml	1
Pinza con nuez	1
Espátula	1
Erlenmeyer 250 ml	2
Vasos precipitado 250 ml	3
Vasos precipitado 100 ml	2
Probeta 50 ml	1
Matraz aforado 250 ml	2
Matraz aforado 100 ml	1
Varilla de agitación	1
Frasco lavador	1
Embudo caña larga	1
Aro soporte para embudo	1
Mortero con mazo	1
Propipeta (jeringa)	1
pH metro	1
Desecador*	2

Cantidad necesaria para cada grupo. \* Para todos los grupos.

Fuente: elaboración propia.

*Tabla 6. 39. Reactivos y soluciones, titulaciones complexométricas.*

Reactivo o solución	UM
Sal de EDTA estandarizada 0.01 M	250 ml
Ácido clorhídrico concentrado (HCl)	10 ml
Carbonato de sodio	3 g
Cloruro de magnesio	2 mg
Negro de eriocromo T	10 mg
Murexida	10 mg

UM: unidad de medida.

Fuente: elaboración propia.

## Preparación de soluciones tampón

*Bicarbonato-carbonato pH 10*: disolver alrededor de 3 g de carbonato de sodio en aproximadamente 100 ml de agua desionizada. Poco a poco agregar ácido clorhídrico 6 M con agitación, hasta un pH de  $10,0 \pm 0,1$ .

## Indicadores

Agregar a la solución a evaluar, después de ajustar pH entre 1-5 mg del indicador en estado sólido. Tener precaución de que los colores no queden ni muy intensos, ni muy claros.

- *Negro de eriocromo T*: el indicador será azul en soluciones a pH = 10,0. Si aparece el indicador de color púrpura, añadir gota a gota una solución tampón de pH 10 hasta que el color cambie a azul.
- *Murexida*: el indicador a pH 12.0 pasa a color rosáceo cuando esta con el analito y a azul cuando está libre.

## Preparación de la muestra

Acidular 100.0 ml de muestra con unas gotas de HCl. Hervir suavemente para eliminar el  $\text{CO}_2$ . Enfriar a temperatura ambiente y neutralizar.

## Determinación de dureza total

Transferir una alícuota de 25.0 ml de muestra a un erlenmeyer y agregar 2-5 ml del amortiguador de bicarbonato-carbonato pH 10.0 a la muestra. Adicionar el indicador negro de eriocromo T y titular con la solución estandarizada de EDTA hasta que el color cambie de rojo a azul. Expresar el título como  $\text{mgCaCO}_3/\text{ml}$  muestra.

## Determinación de dureza cálcica

A 25.0 ml de muestra pretratada adicionar 2 ml de NaOH 1.0 M, con el fin de precipitar el  $\text{Mg}^{2+}$ . Posteriormente agregar el indicador murexida y titular con EDTA hasta obtener cambio de color. Expresar el título como  $\text{mgCaCO}_3/\text{ml}$  muestra.

## Determinación de dureza magnésica

Esta determinación se hace mediante la resta de las moles obtenidas en la dureza total y la cálcica. Expresar el título como  $\text{mgCaCO}_3/\text{ml}$  muestra.

## Tratamiento de residuos

Reunir los residuos de la titulación, neutralizar y diluir en una relación mínima de 1 en 100. Las aguas pueden ser utilizadas en campos amplios de sembrado de pastos.

Las soluciones e indicadores sobrantes deben ser rotulados y guardarse en frascos apropiados para su reutilización.

## Actividad preliminar a la práctica

- Realizar en la bitácora del laboratorio la “verdosidad” de la práctica, acorde a metodología planteada en el capítulo II.

## Actividades posteriores a la práctica

- Exprese el contenido de dureza total, cálcica y magnésica en la muestra expresada como  $\text{mgCaCO}_3/\text{ml}$  muestra.
- Acorde a sus resultados, discuta el grado de dureza de la muestra con respecto a los requerimientos vigentes ambientales para aguas.
- Proponga la sustitución o re-escalamiento de reactivos tóxicos y peligrosos por otras alternativas que permitan cumplir la apropiación de los conocimientos y conlleven al mejoramiento de la evaluación de los principios de química verde.

### 6.4.10 Prácticas de titulaciones óxido-reducción: oxidabilidad de una muestra

En una reacción de óxido-reducción una especie gana electrones reduciéndose, y la otra se oxida perdiendo electrones. Los potenciales de reducción a condiciones estándar (actividad 1 M, 1 atm de presión y 25 °C), permiten establecer qué sustancias tienen capacidad oxidante frente a otras [19]. La Tabla 6.40 muestra los potenciales estándar de algunos sistemas redox comunes.

Aquellas especies con mayor potencial redox son mejores agentes oxidantes. Es así que el permanganato de potasio podría oxidar al  $\text{Ce}^{3+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ .

Son muchas y variadas las sustancias que se pueden determinarse con permanganato. La mayor parte de las valoraciones se verifican en disolución ácida con formación de ion manganato ( $\text{Mn}^{+2}$ ) como producto de reducción. No obstante, en algunas aplicaciones se utiliza en medio neutro o incluso alcalino, dando  $\text{MnO}_2$  como producto de la reducción.

Tabla 6. 40. Potencial de reducción de sistemas más comunes utilizados en titulaciones redox.

Reacción	E° (V)
$\text{H}_2\text{O}_2 + 2\text{H}^+ + 2\text{e}^- \leftrightarrow 2\text{H}_2\text{O}$	1.77
$\text{MnO}_4^- + 8\text{H}^+ + 5\text{e}^- \leftrightarrow \text{Mn}^{2+} + 5\text{H}_2\text{O}$	1.51
$\text{Ce}^{4+} + \text{e}^- \leftrightarrow \text{Ce}^{3+}$	1.44
$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} + 14\text{H}^+ + 6\text{e}^- \leftrightarrow 2\text{Cr}^{3+} + 7\text{H}_2\text{O}$	1.33
$\text{I}_2 + 2\text{e}^- \leftrightarrow 2\text{I}^-$	0.54
$\text{Fe}^{3+} + \text{e}^- \leftrightarrow \text{Fe}^{2+}$	0.77
$\text{S}_2\text{O}_6^{2-} + 2\text{e}^- \leftrightarrow 2\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$	0.08
$2\text{H}^+ + 2\text{e}^- \leftrightarrow \text{H}_2$	0
$2\text{CO}_2 + 2\text{e}^- \leftrightarrow \text{C}_2\text{O}_4^{2-}$	-0.49

Fuente: elaboración propia.

En esta oportunidad se aplicará la reacción redox que tiene el ion permanganato con el peróxido de hidrógeno para determinar la pureza del producto comercial y se expresará el resultado en términos de oxigenabilidad.

Tabla 6. 41. Competencias esperadas en la práctica oxidabilidad de una muestra.

Competencias esperadas en la práctica oxidabilidad de una muestra	
<b>Conceptuales</b>	Conoce el equilibrio de las reacciones redox.
	Reconoce que un agente reductor y oxidante.
<b>Procedimentales</b>	Estandariza soluciones de permanganato.
	Determina la oxidabilidad de un producto comercial.
	Analiza mediante un estudio de “verdosis” si la práctica de laboratorio cumple con los principios de la química verde y propone la sustitución o re-escalamiento de reactivos tóxicos y peligrosos por otras alternativas que permitan cumplir la apropiación de los conocimientos en las áreas tratadas.
	Trabaja colaborativamente en equipo hacia la resolución de problemas prácticos que conllevan el reconocimiento y aplicación de conceptos.
<b>Actitudinales</b>	Fomenta la capacidad autónoma hacia la preservación del medio ambiente.
	Reconoce y aplica las buenas prácticas de laboratorio (BPL).

Fuente: elaboración propia.

## Notas de química analítica con prácticas de laboratorio

Tabla 6. 42. *Materiales y equipos, oxidabilidad de una muestra.*

<b>Material</b>	<b>Cantidad</b>
Vidrio reloj	2
Gotero	1
Plancha calentadora y agitadora	1
Pipeta graduada 10 ml	1
Pipeta volumétrica 10 ml	1
Bureta 25 ml	1
Pinza con nuez	1
Espátula	1
Erlenmeyer 250 ml	2
Vasos precipitado 250 ml	2
Vasos precipitado 100 ml	2
Probeta 50 ml	1
Matraz aforado 100 ml	3
Varilla de agitación	1
Frasco lavador	1
Propipeta (jeringa)	1
Mortero con mazo	1
Desecador*	2

Cantidad necesaria para cada grupo. \* Para todos los grupos.

Fuente: elaboración propia.

Tabla 6. 43 *Reactivos y soluciones, oxidabilidad de una muestra.*

<b>Reactivo o solución</b>	<b>UM</b>
Permanganato de potasio	
Ácido sulfúrico concentrado	8 ml
Oxalato de sodio, grado analítico	0.05 g
Sal de Mohr	

Fuente: elaboración propia.

### Preparación de la solución de $\text{KMnO}_4$

Pese los gramos necesarios de permanganato de potasio para preparar 100 ml de solución 0.1 N. Disuelva el  $\text{KMnO}_4$  en un vaso de precipitado, lavando bien el recipiente en el cual realizó la pesada. Pase la solución del vaso a un matraz aforado de 100 ml, completando el volumen con aguas de lavado.

### Estandarización de la solución de $\text{KMnO}_4$

Monte la bureta y cárguela con la disolución de  $\text{KMnO}_4$  preparada previamente. Enrase la bureta abriendo la llave, asegurándose de que en la punta inferior no quedan burbujas de aire. Si le asignaron una bureta que no es oscura, tápela con papel aluminio.

Seque el oxalato de sodio ( $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ) por una hora a 110 °C y posteriormente deje enfriar en un desecador por 30 minutos. Pese aproximadamente 0.0500 g (anote el valor utilizado) del  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  seco y colóquelos en un vaso de precipitados de 250 ml. Añada 50 ml ácido sulfúrico 0.1 M. Caliente hasta 65 °C y valore con la solución de permanganato hasta obtener una ligera coloración rosada que perdure por lo menos quince segundos.

### Determinación de la oxidabilidad de un producto comercial

Pipetear la cantidad apropiada del producto comercial, de tal manera que la titulación con el  $\text{KMnO}_4$  sea aproximadamente de 10 ml. Posteriormente añadir unos 80 ml de agua destilada y 25 ml de ácido sulfúrico 0.1 M. Valorar con el permanganato de potasio hasta color violeta persistente. La valoración se realiza a temperatura ambiente. Repetir la valoración al menos una vez más.

### Tratamiento de residuos

Reunir los residuos con permanganato u óxido de manganeso y colocarlos en un recipiente transparente. Rotular y dejar a la luz por lo menos una semana o hasta que la solución quede transparente. Posteriormente separar los sólidos por filtración. Neutralizar el filtrado y diluir en una relación mínima de 1 en 100. Las aguas pueden ser utilizadas en campos amplios de sembrado de pastos. Los sólidos colocarlos en el contenedor de sales metálicas sólidas.

Las soluciones e indicadores sobrantes deben ser rotulados y guardarse en frascos apropiados para su reutilización.

### Actividad preliminar a la práctica

- Realizar en la bitácora del laboratorio la “verdosidad” de la práctica, acorde a metodología planteada en el capítulo II.

### Actividades posteriores a la práctica

- Escriba y explique todas las reacciones que se presentan durante esta práctica.
- Determine la oxidabilidad de la muestra expresada en mg O<sub>2</sub>/ml muestra.
- Compare el contenido de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> con el reportado por la etiqueta. Diga si cumple la normatividad. Explique por qué se debe acidular el medio en las titulaciones de permanganato.
- ¿Por qué la estandarización KMnO<sub>4</sub> no requirió un indicador para determinar el punto final de la valoración?
- Explique por qué se trabajó a 65 °C y medio ácido en la estandarización del KMnO<sub>4</sub>.
- Proponga la sustitución o re-escalamiento de reactivos tóxicos y peligrosos por otras alternativas que permitan cumplir la apropiación de los conocimientos y conlleven el mejoramiento de la evaluación de los principios de química verde.

#### 6.4.11 Prácticas de titulaciones óxido-reducción: yodimetría y yodometría

Los oxidantes más fuertes oxidan los iones yoduro a yodo y los reductores fuertes reducen el yodo a yoduro. Por este motivo los métodos volumétricos que involucran el yodo se dividen en dos grupos:

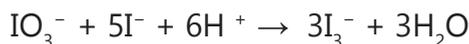
- a. Los métodos indirectos (yodometría)*, en que los oxidantes son determinados, haciéndolos reaccionar con un exceso de iones yoduro y determinándose el yodo liberado con un reductor estándar, como el tiosulfato de sodio.
- b. Los métodos directos (yodimetría)*, en los cuales se utiliza una solución estándar de yodo para determinarse reductores fuertes, generalmente en medio neutro o ligeramente ácido.
- c. Estos métodos volumétricos son fundamentados en la semi-reacción:*



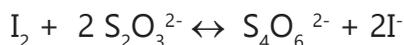
Los iones yoduro son reductores débiles que reducen oxidantes fuertes, cuantitativamente. Los iones no son usados directamente como titulante por varias razones, entre ellas por la falta de un indicador visual apropiado y por lenta la velocidad de reacción [20].

Para vislumbrar los puntos finales en las volumetrías con yodo se utiliza almidón, dado que este forma un complejo azul intenso con el yodo en solución.

A partir de yodato (patrón primario) y yoduro se puede obtener yodo:



Las soluciones de yodo se pueden cuantificar con tiosulfato de sodio mediante una estequiometría 1:2.



En esta práctica se realizará la cuantificación de hipoclorito en una muestra de límpido comercial, el cual suele contener entre un 8 % y un 15 % de hipoclorito. El hipoclorito es un anión extremadamente oxidante y puede ser analizado por técnicas yodométricas, dado que es capaz de liberar yodo de los yoduros [2, 4].

Tabla 6. 44. Competencias esperadas en la práctica titulaciones yodométricas y yodimétricas.

<b>Competencias esperadas en la práctica titulaciones yodométricas y yodimétricas</b>	
<b>Conceptuales</b>	<p>Conoce el equilibrio de las reacciones redox.</p> <p>Reconoce un agente reductor y oxidante.</p>
<b>Procedimentales</b>	<p>Determina mediante una titulación redox el contenido de hipoclorito en una muestra de límpido comercial.</p> <p>Establece estadísticamente la exactitud del método yodométrico.</p> <p>Analiza mediante un estudio de “verdosis” si la práctica de laboratorio cumple con los principios de la química verde y propone la sustitución o re-escalamiento de reactivos tóxicos y peligrosos por otras alternativas que permitan cumplir la apropiación de los conocimientos en las áreas tratadas.</p>
<b>Actitudinales</b>	<p>Trabaja colaborativamente en equipo hacia la resolución de problemas prácticos que conllevan el reconocimiento y aplicación de conceptos.</p> <p>Fomenta la capacidad autónoma hacia la preservación del medio ambiente.</p> <p>Reconoce y aplica las buenas prácticas de laboratorio (BPL).</p>

Fuente: elaboración propia.

## Notas de química analítica con prácticas de laboratorio

Tabla 6. 45. Materiales y equipos, titulaciones yodométricas y yodimétricas.

Material	Cantidad
Vidrio reloj	2
Gotero	1
Plancha calentadora y agitadora	1
Pipeta graduada 10 ml	1
Pipeta volumétrica 10 ml	1
Pipeta volumétrica 25 ml	1
Bureta 25 ml	1
Pinza con nuez	1
Espátula	1
Erlenmeyer 250 ml	2
Vasos precipitado 100 ml	2
Probeta 50 ml	1
Matraz aforado 50 ml	1
Matraz aforado 100 ml	1
Varilla de agitación	1
Frasco lavador	1
Propipeta (jeringa)	1
Mortero con mazo	1
Desecador*	2

Cantidad necesaria para cada grupo. \* Para todos los grupos.

Fuente: elaboración propia.

Tabla 6. 46. Reactivos y soluciones, titulaciones yodométricas y yodimétricas.

Reactivo o solución	UM
Yodato de potasio: $\text{KIO}_3$	0.0500 g
Yoduro de potasio: KI	10 g
Yodo sublimado	0.65 g
Tiosulfato de sodio: $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	0.05 g

Reactivo o solución	UM
Carbonato de sodio: Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	0.1 g
Almidón	0.4 g
Ácido sulfúrico concentrado	4 ml

UM: unidad de medida.

Fuente: elaboración propia.

### Preparación de reactivos

*Solución de almidón:* disuelva 0.4 g de almidón en 20 ml de agua destilada. En un recipiente aparte hervir 80 ml de agua destilada. Cuando llegue a ebullición añada el almidón en solución y deje hervir por un breve tiempo.

*Solución de tiosulfato de sodio 0.1 M:* realice el cálculo para establecer cuántos gramos de Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·5H<sub>2</sub>O se requieren para preparar 50 ml de una solución 0.1 M. Pese el reactivo necesario y transfiera a un vaso precipitado de 50 ml. Añada 0.1000 g de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>. Diluya con agua, pase al matraz y aforé con agua destilada.

*Solución de yodo 0.05 M:* pese 2.0 g de KI y disuélvalos en 50 ml de agua. Añada 0.65g de yodo puro y recristalizado. Disuelva hasta la disolución de todos los cristales. Transfiera la solución a un matraz de 100 ml. Lave el recipiente de preparación, varias veces, agregando las aguas de lavado al matraz aforado. Enrace con agua destilada. Guarde en frasco oscuro.

### Estandarización de la solución de tiosulfato de sodio 0,1 M

Pese aproximadamente 0,0500 g de yodato de potasio (KIO<sub>3</sub>) puro y seco (secar por lo menos una hora a 120 °C). Colóquelos en un erlenmeyer de 250 ml y añada 2,0 g de yoduro de potasio (KI) y 10 ml de ácido sulfúrico 1 M. Titule de inmediato con la solución de tiosulfato hasta que la solución cambie del color pardo a un amarillo. En ese momento añada 1.0 ml de almidón y continúe la titulación hasta que la solución vire del color azul a incoloro.

### Estandarización de la solución de yodo

Disuelva 10 ml de la solución de yodo con 1.0 g de KI y 25 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.2 M. Titule con tiosulfato de sodio estándar hasta decoloración tenue. Adicione 2.0 ml de almidón y titule hasta que el indicador cambie de azul a transparente.

### **Determinación de hipoclorito en un producto comercial**

Realizar una disolución 10/100 de la muestra a analizar (lejía comercial) y tomar 25 ml de la disolución. Se acidula con ácido sulfúrico concentrado (hasta pH ácido). Se añade yoduro de potasio en exceso (aproximadamente 1 g) y se disuelve hasta desaparecer el precipitado formado. Si es necesario agregue más KI. Se realiza la valoración con tiosulfato exactamente igual que en el apartado anterior.

Calcule los g/l de cloro activo en la muestra. Establezca el porcentaje de error, asumiendo que el preparado comercial debe cumplir la normatividad.

### **Determinación del porcentaje de pureza de una muestra de ácido acetil salicílico**

Pese con exactitud una pastilla de ácido acetil salicílico. Use preferiblemente pastillas que sean de fácil disolución. Homogenice en un mortero y posteriormente pese alrededor de 1/5 de la pastilla (correspondiente a aproximadamente 0.1 g de ácido salicílico en la muestra). Transfiera a un matraz volumétrico de 50 mL y diluya con agua destilada hasta la marca.

Transfiera volumétricamente 20 ml de la disolución a un matraz oscuro o, en su defecto, con papel de aluminio. Adicione 30 ml de la solución de yodo estandarizada y 5 ml de HCL al 10 %. Tape y agite el contenido del matraz por 15 minutos. Posteriormente deje reposar por otros quince minutos.

Finalizado el tiempo de reacción adicione rápidamente 5 ml de una disolución de yoduro de potasio al 30 %. Agite vigorosamente y titule el yodo liberado con la disolución de tiosulfato de sodio estandarizada, agregando 3 ml de almidón en la proximidad del punto de equivalencia. Realice la determinación por duplicado.

### **Tratamiento de residuos**

Reunir todos los residuos de titulación. Establecer si queda yodo en exceso. Agregar tiosulfato de sodio. Posteriormente neutralizar, diluir una relación 1/10 y verter.

Las soluciones sobrantes deben rotularse y guardar en frascos apropiados para su reutilización.

### Actividad preliminar a la práctica

- Realizar en la bitácora del laboratorio la “verdosidad” de la práctica, acorde a metodología planteada en el capítulo II.

### Actividades posteriores a la práctica

- Escriba las reacciones y semireacciones de reducción y oxidación que tienen lugar durante la práctica.
- Defina cloro activo y sus implicaciones en la fabricación de desinfectantes.
- Expresé el contenido de ácido acetil salicílico por pastilla y contrarreste el resultado con la etiqueta.
- ¿Por qué se acidulan las muestras antes de titular?
- Durante la valoración del tiosulfato y del hipoclorito, al añadir KI se forma un precipitado que desaparece al añadir exceso de KI. ¿Qué es ese precipitado? ¿Por qué se disuelve al añadir exceso de KI?
- ¿Por qué se adiciona el almidón cerca del punto de equivalencia y no desde el inicio de la titulación?
- Proponga la sustitución o re-escalamiento de reactivos tóxicos y peligrosos por otras alternativas que permitan cumplir la apropiación de los conocimientos y conlleven el mejoramiento de la evaluación de los principios de química verde.

## Referencias

- [1] R. A. Day y A. L. Underwood, *Química analítica cuantitativa*, 5 ed. México: Prentice-Hall Hispanoamericana, 1989.
- [2] D. Skoog y D. West, *Fundamentos de química analítica*, 9 ed. México: Cengage Learning, 2014.
- [3] G. Ayres, *Análisis químico cuantitativo*. México: Harla, 2001.
- [4] D. Harris, *Quantitative chemical analysis*, 9 ed. Nueva York: WH Freeman, 2015.
- [5] J. L. Burgot, “Acid–base reactions and chemical analysis”, en *Ionic equilibria in analytical chemistry*. Nueva York: Springer, 2012.
- [6] D. Harvey, *Química analítica moderna*, 1 ed. España: McGraw-Hill, 2000.
- [7] J. Adamiec, “A new procedure for determination of the acid and base strength distribution of colored catalysts”, *Reaction Kinetics and Catalysis Letters*, vol. 15, no. 1, pp. 9-12, 1980.
- [8] B. Gou et al., “Ex vivo detection of calcium phosphate and calcium carbonate in rat blood serum”, *Journal of Structural Biology*, vol. 205, no. 1, pp. 41-47, 2019.
- [9] AOAC, *Official methods of analysis- Chemical and microbiological properties*, 2 ed. AOAC, 1990.
- [10] P. Campins-Falco, S. Meseguer-Lloret, T. Climent-Santamaria and C. Molins-Legua, “A microscale Kjeldahl nitrogen determination for environmental waters”, *Talanta*, vol. 75, no. 4, pp. 1123-1126, 2008.
- [11] P. Dahiya, A. Linnemann, M. Nout, M. van Boekel and R. Grewal, “Nutrient composition of selected newly bred and established mung bean varieties”, *LWT - Food Science and Technology*, vol. 54, no. 1, pp. 249-256, 2013.
- [12] J. Severinghaus and P. Astrup, “History of blood gas analysis. II. pH and acid-base balance measurements”, *Journal of Clinical Monitoring*, vol. 1, no. 4, pp. 259-277, 1985.
- [13] A. Vogel, *Química analítica cuantitativa*, 5 ed. Nueva York: John Willey & Sons Inc., 1989.
- [14] I. M. Yurist, M. M. Talmud y P. M. Zaitsev, *J. Anal. Chem.*, vol. 42, p. 911, 1987.

- [15] C. S. James, “Principles of techniques used in food analysis”, en *Analytical Chemistry of Foods*. Boston: Springer, 1995.
- [16] United States Pharmacopeia National Formulary, *USP 36th ed. NF 31th ed.*. Washington: United States Pharmacopeia National Formulary, 2013.
- [17] S. Yang and R. Tsai, “Complexometric Titration of Aluminum and Magnesium Ions in Commercial Antacids. An Experiment for General and Analytical Chemistry Laboratories”, *Journal of Chemical Education*, vol. 83, no. 6, p. 906, 2006.
- [18] J. Soto, “La dureza del agua como indicador básico de la presencia de incrustaciones en instalaciones domésticas sanitarias”, *Ingeniería Investigación y Tecnología*, vol. XI, no. 2, pp. 167-177, 2010.
- [19] S. Nogueira et al., “Redox titration on foldable paper-based analytical devices for the visual determination of alcohol content in whiskey samples”, *Talanta*, vol. 194, pp. 363-369, 2019.
- [20] United States Pharmacopeia National Formulary, *USP 36th ed. NF 31th ed.*. Washington: United States Pharmacopeia National Formulary, 2013.



## CAPÍTULO VII

### 7. APÉNDICES

#### 7.1 ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE DATOS: COMPARACIÓN DE MÉTODOS PARA DETERMINAR MASA EN SOBRES DE ALIMENTOS

Tabla 7. 1. Datos práctica comparación métodos para determinar masa en sobres de alimentos.

Muestra				Masa (g)					
	Sobre completo			Contenido			Empaque		
1									
2									
3									
4									
5									
6									
7									
8									
9									
10									
11									
12									
13									
14									
15									
16									
17									
18									
19									

Notas de química analítica con prácticas de laboratorio

Muestra				Masa (g)					
	Sobre completo			Contenido			Empaque		
20									
21									
22									
23									
24									
25									
26									
27									
28									
29									
30									
31									
32									
33									
34									
35									
36									
37									
38									
39									
40									
41									
42									
43									
44									
45									
46									
47									
48									
49									
50									

Fuente: elaboración propia.

## 7.2 ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE DATOS: CALIBRACIÓN DE MATERIAL VOLUMÉTRICO

*Tabla 7. 2. Datos calibración material volumétrico.*

Matraz de 25ml		Pipeta Volumétrica	
Temperatura del agua:		Temperatura del agua:	
Peso matraz con tapa limpio y seco		Peso vaso limpio y seco	
1		1	
2		2	
3		3	
Peso matraz con agua destilada		Peso vaso con agua destilada	
1		1	
2		2	
3		3	
4		4	
5		5	
6		6	
7		7	
8		8	
9		9	
10		10	

Fuente: elaboración propia.

### 7.3 QUIMIOMETRÍA: CALIBRACIÓN DE MATERIAL VOLUMÉTRICO

Tabla 7. 3. Calibración pipeta aforada de 25 ml.

Calibración pipeta aforada de 25 ml				
Descripción (fabricante, volumen, tolerancia o límite de error, temperatura de referencia, tiempo de vertido, clase):				
Temperatura muestra agua (°C)				
Masa beaker 100 ml vacío (g)				
Factor de corrección (Fc)				
Volumen agua medida (ml)	Masa de agua (g)	Volumen corregido (ml)	Diferencia de volumen	Tiempo de vertido (s)
25				
25				
25				
25				
25				
Desviación estándar (s)				
Incertidumbre absoluta				
Incertidumbre relativa (%)				

Fuente: elaboración propia.

Tabla 7. 4. Calibración pipeta graduada de 25 ml.

Calibración pipeta graduada de 25 ml				
Descripción (fabricante, volumen, tolerancia o límite de error, temperatura de referencia, tiempo de vertido, clase):				
Temperatura muestra agua (°C)				
Masa beaker 100 ml vacío (g)				
Factor de corrección (Fc)				
Volumen agua medida (ml)	Masa de agua (g)	Volumen corregido (ml)	Diferencia de volumen	Tiempo de vertido(s)
10				
10				
10				
10				
10				
Desviación estándar (s)				
Incertidumbre absoluta				
Incertidumbre relativa (%)				

Fuente: elaboración propia.

Notas de química analítica con prácticas de laboratorio

Tabla 7. 5. Calibración matraz aforado de 100 ml.

Calibración matraz aforado de 100 ml				
Descripción (fabricante, volumen, tolerancia o límite de error, temperatura de referencia, clase):				
Temperatura muestra agua (°C)				
Masa beaker 100 ml vacío (g)				
Factor de corrección (Fc)				
Volumen agua medida (ml)	Masa de agua (g)	Volumen corregido (ml)	Diferencia de volumen	Tiempo de vertido (s)
50				
50				
50				
50				
50				
Desviación estándar (s)				
Incertidumbre absoluta				
Incertidumbre relativa (%)				

Fuente: elaboración propia.

Tabla 7. 6. Calibración bureta de 50 ml.

Calibración bureta de 50 ml							
Descripción (fabricante, volumen, tolerancia o límite de error, temperatura de referencia, tiempo de vertido, clase):							
Temperatura muestra de agua (°C)							
Masa erlenmeyer vacío (g)							
Volumen inicial (ml)							
Factor de corrección (Fc)							
Tiempo de vertido (s)							
Volumen agua adicionada (ml)	Muestra 1			Muestra 2			Promedio Diferencia Volumen
	Masa agua (g)	Volumen corregido (ml)	Diferencia volúmenes	Masa agua (g)	Volumen corregido (ml)	Diferencia volúmenes	
1							
2							
3							
4							
5							
6							
7							
8							
9							
10							
Desviación estándar (s)							
Incertidumbre absoluta							
15							
20							
25							
30							
35							
40							
45							
50							
Desviación estándar (s)							
Incertidumbre absoluta							

Fuente: elaboración propia.

## 7.4 DETERMINACIÓN DE LA CONSTANTE DE SOLUBILIDAD DE YODATO DE CALCIO

Tabla 7. 7. Datos práctica Determinación de la constante de solubilidad de yodato de calcio.

Datos práctica Determinación de la constante de solubilidad de yodato de calcio		
PREPARACIÓN DE SOLUCIONES		
Solución preparada	Volumen preparado	Cantidad de reactivo utilizado exactamente
KIO <sub>3</sub> 0.010 M		
Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0.05 M		
HCl 1.0 M		

Volumen de tiosulfato requerido en la titulación de:		
Estandarización del tiosulfato de sodio	Solubilidad molar de Ca(IO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> en agua pura	Solubilidad molar de Ca(IO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> en yodato de potasio 0.010 M

Cálculos y/u observaciones

Fuente: elaboración propia.

## 7.5 EQUILIBRIO QUÍMICO: PRINCIPIO DE LE CHÂTELIER

Tabla 7. 8. Datos práctica equilibrio químico: Principio de Le Châtelier.

Datos práctica equilibrio químico: Principio de Le Châtelier								
Color y especie predominante ( $\text{CrO}_4^{2-}$ ó $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ )								
Tubo	Inicial		Medio básico		Medio ácido		Medio neutro	
	$\text{CrO}_4^{2-}$	$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$	$\text{CrO}_4^{2-}$	$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$	$\text{CrO}_4^{2-}$	$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$	$\text{CrO}_4^{2-}$	$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$
1								
2								
3								
4								
Cálculos y/u observaciones								

Fuente: elaboración propia.

## 7.6 DETERMINACIÓN DE HUMEDAD Y CENIZAS

Tabla 7. 9. Datos práctica: determinación de humedad.

<b>Datos práctica: determinación de humedad</b>		
<b>Masas</b>	<b>Muestra 1</b>	<b>Muestra 2</b>
1. Peso capsula de humedad vacío.		
2. Peso capsula con muestra.		
3. Peso de la muestra.		
4. Peso de la capsula con muestra después del calentamiento.		
5. Peso de la muestra seca.		
6. Porcentaje humedad.		

Fuente: elaboración propia.

Tabla 7. 10. Datos práctica: determinación de ceniza.

<b>Datos práctica: determinación de ceniza</b>		
<b>Masas</b>	<b>Muestra 1</b>	<b>Muestra 2</b>
1. Masa crisol porcelana vacío.		
2. Masa crisol porcelana con muestra.		
3. Masa de la muestra (2-1).		
4. Masa del crisol porcelana con muestra después de calcinación.		
5. Masa de cenizas (4-1).		
6. Porcentaje cenizas: $(5/3) \times 100$ .		
<b>Cálculos y/u observaciones</b>		

Fuente: elaboración propia.

## 7.7 DETERMINACIÓN GRAVIMÉTRICA DE NÍQUEL EN UNA ALEACIÓN

Tabla 7. 11. Datos práctica: determinación gravimétrica de níquel en una aleación.

Datos práctica: determinación gravimétrica de níquel en una aleación		
Masas	Muestra 1	Muestra 2
1. Masa muestra.		
2. Masa del papel filtro seco.		
3. Masa del papel filtro con precipitado.		
4. Masa precipitado.		
5. Porcentaje Ni(DMG) <sub>2</sub> .		
6. Porcentaje Ni.		

Para el punto 6 aplique estequiometría para encontrar el porcentaje de níquel en la aleación.

Cálculos y/u observaciones

Fuente: elaboración propia.

## 7.8 DETERMINACIÓN GRAVIMÉTRICA DE CALCIO

Tabla 7. 12. Datos práctica determinación gravimétrica de calcio con calentamiento en estufa (103 °C-105 °C).

Datos práctica determinación gravimétrica de calcio con calentamiento en estufa (103 °C-105 °C)	
Masas	Muestra
1. Masa muestra.	
2. Masa del papel filtro seco.	
3. Masa del papel filtro con precipitado.	
4. Masa precipitado.	
5. Porcentaje $\text{CaC}_2\text{O}_4$ .	
6. Porcentaje Ca.	

Para el punto 6 aplique estequiometría para encontrar el porcentaje de calcio.

Fuente: elaboración propia.

Tabla 7. 13. Datos práctica determinación gravimétrica de calcio con calcinación (500 °C).

Datos práctica determinación gravimétrica de calcio con calcinación (500 °C)	
Masas	Muestra
1. Masa muestra.	
2. Masa del crisol de porcelana seco y vacío.	
3. Masa del crisol de porcelana con residuo calcinación.	
4. Masa residuo de calcinación.	
5. Porcentaje $\text{CaCO}_3$ .	
6. Porcentaje $\text{CaC}_2\text{O}_4$ .	
7. Porcentaje Ca.	

Para los puntos 6 y 7 aplique estequiometría.

Fuente: elaboración propia.

Cálculos y/u observaciones

## 7.9 TITULACIONES DE PRECIPITACIÓN: DETERMINACIÓN DE CLORUROS

Tabla 7. 14. Datos práctica titulaciones de precipitación: determinación de cloruros.

Datos práctica titulaciones de precipitación: determinación de cloruros	
Parámetro	Valor
1. Masa exacta de NaCl.	
2. Volumen de $\text{AgNO}_3$ en estandarización $\text{AgNO}_3$ .	
3. Volumen de $\text{AgNO}_3$ en el blanco de estandarización.	
4. Concentración real de $\text{AgNO}_3$ .	
5. Volumen de $\text{AgNO}_3$ en titulación de Fajans.	
6. Determinación de $\text{Cl}^-$ por método de Fajans.	
7. Volumen de $\text{AgNO}_3$ en titulación de Mohr.	
8. Volumen de $\text{AgNO}_3$ en el blanco de la titulación de Mohr.	
9. Volumen real de $\text{AgNO}_3$ en titulación Mohr (7-8).	
10. Determinación de $\text{Cl}^-$ por método de Mohr.	
11. Volumen de KSCN en la estandarización KSCN.	
12. Concentración real de KSCN.	
13. Volumen de KSCN en titulación de Volhard.	
14. Determinación de $\text{Cl}^-$ por método de Volhard.	

Para los puntos 4, 6, 10 y 12 aplique conceptos de titulación directa.

Para punto 14 aplique conceptos de titulación por retroceso.

Fuente: elaboración propia.

Cálculos y/u observaciones

## 7.10 ESTANDARIZACIÓN DE SOLUCIONES ÁCIDO BASE

Tabla 7. 15. Datos práctica estandarización de soluciones ácido-base.

Datos práctica estandarización de soluciones ácido-base	
Parámetro	Valor
1. Masa exacta de $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .	
2. Volumen de HCl en estandarización HCl con fenolftaleína.	
3. Volumen de HCl en estandarización HCl con naranja de metilo.	
4. Promedio volumen requerido estandarización HCl (promedio 2 y 3).	
5. Concentración real de HCl.	
6. Volumen de HCl en la estandarización de NaOH.	
7. Concentración real de NaOH.	

Para los puntos 5 y 7 aplique conceptos de titulación directa.

Fuente: elaboración propia.

Cálculos y/u observaciones



## 7.12 TITULACIONES ÁCIDO BASE PARA DETERMINAR CARBONATOS Y FOSFATOS

Tabla 7. 17. Datos práctica: determinación de carbonatos y fosfatos.

Datos práctica: determinación de carbonatos y fosfatos			
Volumen titulante (HCl o NaOH)	Solución A	Solución B	Solución C (fosfatos)
1. Peso de la muestra.			
2. Volumen de la muestra titulada.			
3. En un mismo vaso (indicador fenolftaleína).			
4. En un mismo vaso (indicador naranja de metilo)*.			
5. En vasos separados (indicador fenolftaleína).			
6. En vasos separados (indicador naranja de metilo)*.			
7. Composición cualitativa de la muestra.			
8. Composición cuantitativa de la muestra.			

\* En la muestra de fosfatos se debe trabajar con indicador verde bromocresol.

Para el punto 8 aplique conocimientos en titulaciones directas.

Fuente: elaboración propia.

Cálculos y/u observaciones

### 7.13 APLICACIONES TITULACIONES ÁCIDO BASE: DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO POR MICROKJELDAHL

Tabla 7. 18. Datos práctica: determinación de nitrógeno por por Microkjeldahl.

<b>Datos práctica: determinación de nitrógeno por por Microkjeldahl</b>		
<b>Dato</b>	<b>Muestra 1</b>	<b>Muestra 2</b>
1. Masa de la muestra.		
2. Concentración estandarizada de HCl.		
3. Volumen de HCl utilizado en la titulación.		
4. Porcentaje N.		
5. Porcentaje Proteína (aplica en muestras alimenticias).		

Para los puntos 4 y 5 aplique titulaciones directas.

Fuente: elaboración propia.

<b>Cálculos y/u observaciones</b>

## 7.14 PREPARACIÓN DE SOLUCIONES REGULADORAS

Tabla 7. 19. Datos práctica: preparación soluciones reguladoras.

Datos práctica: preparación soluciones reguladoras			
Solución tamponante	Volumen HCl 6.0 M agregado	pH inicial	pH final
Bicarbonato de sodio-carbonato de sodio.			
Acetato de sodio-ácido acético ..			

Fuente: elaboración propia.

Tabla 7. 20. Datos práctica: determinación capacidad tamponante soluciones buffer.

Datos práctica: determinación capacidad tamponante soluciones buffer		
Solución tamponante	Bicarbonato de sodio-carbonato	Acetato de sodio-ácido acético
1. Volumen de HCl 1.0 M agregado.		
2. Moles de HCl agregados.		
3. pH inicial.		
4. pH final.		
5. Capacidad tamponante ( $\beta$ ).		

Fuente: elaboración propia.

Tabla 7. 21. Datos práctica: comprobación de la capacidad tamponante.

Datos práctica: comprobación de la capacidad tamponante			
Mezcla	ml HCl 1.0 M	pH inicial	pH final
1. Mezcla a con buffer carbonato.	-----		
2. Mezcla a con buffer acetato.	-----		
3. Mezcla b.			
4. Mezcla c con buffer carbonato.			
5. Mezcla c con buffer acetato.			
6. Mezcla d.			
Capacidad buffer mezcla b.			
Capacidad buffer mezcla c con buffer carbonato.			
Capacidad buffer mezcla c con buffer acetato.			
Capacidad buffer mezcla d.			

Fuente: elaboración propia.

## 7.15 TITULACIONES COMPLEXOMÉTRICAS: ESTANDARIZACIÓN DE EDTA

*Tabla 7. 22. Datos práctica estandarización de EDTA.*

<b>Tabla 7. 22. Datos práctica estandarización de EDTA</b>		
<b>Parámetro</b>	<b>Muestra 1</b>	<b>Muestra 2</b>
1. Masa exacta para la preparación solución $\text{CaCO}_3$ .		
2. Concentración de la solución de $\text{CaCl}_2$ .		
3. Volumen de EDTA en estandarización EDTA.		
4. Concentración real de EDTA.		

El punto 4 se establece mediante cálculos de titulación directa.

Fuente: elaboración propia.

<b>Cálculos y/u observaciones</b>

## 7.16 APLICACIONES DE LAS TITULACIONES COMPLEXOMÉTRICAS: DETERMINACIÓN DE ALUMINIO Y MAGNESIO EN TABLETAS ANTIÁCIDO

Tabla 7. 23. Datos práctica estandarización de EDTA.

Datos práctica estandarización de EDTA		
Parámetro	Determinación aluminio	Determinación magnesio
1. Masa exacta para la preparación solución $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ .		
2. Concentración de la solución de $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ .		
3. Masa del comprimido.		
4. Masa exacta de la muestra analizada.		
5. Concentración de la solución de EDTA.		
6. Volumen de EDTA añadido a la muestra.		
7. Volumen de $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ requerida en la titulación por retroceso.		

La determinación de Al y Mg en la muestra se calcula con titulaciones indirectas o por retroceso.

Fuente: elaboración propia.

Cálculos y/u observaciones

## 7.17 APLICACIONES DE LAS TITULACIONES COMPLEXOMÉTRICAS: DETERMINACIÓN DE DUREZA CÁLCICA Y MAGNÉSICA EN AGUA

Tabla 7. 24. Datos práctica estandarización de EDTA.

Datos práctica estandarización de EDTA		
Parámetro	Determinación calcio	Determinación magnesio
1. Volumen de la muestra analizada.		
2. Concentración de la solución de EDTA.		
3. Volumen de EDTA añadido a la muestra.		
4. Dureza total en $\text{mgCaCO}_3/\text{ml}$ muestra.		
5. Dureza cálcica en $\text{mgCaCO}_3/\text{ml}$ muestra.		
6. Dureza magnésica en $\text{mgCaCO}_3/\text{ml}$ muestra.		

Fuente: elaboración propia.

Cálculos y/u observaciones

## 7.18 PRÁCTICAS DE TITULACIONES ÓXIDO-REDUCCIÓN: OXIDABILIDAD DE UNA MUESTRA

Tabla 7. 25. Datos práctica estandarización de EDTA.

Datos práctica estandarización de EDTA		
Parámetro	Muestra 1	Muestra 2
1. Masa de $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ seco.		
2. Volumen de $\text{KMnO}_4$ requerido estandarización.		
3. Concentración de la solución de $\text{KMnO}_4$ .		
4. Volumen de la muestra.		
5. Volumen de $\text{KMnO}_4$ en la titulación.		
6. Oxidabilidad en $\text{mg O}_2/\text{ml}$ muestra.		
7. Porcentaje v/v $\text{H}_2\text{O}_2$ .		

Fuente: elaboración propia.

Cálculos y/u observaciones

## 7.19 PRÁCTICAS DE TITULACIONES ÓXIDO-REDUCCIÓN: YODIMETRÍA Y YODOMETRÍA

Tabla 7. 26. Datos práctica estandarización  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  y  $\text{I}_2$ .

Datos práctica estandarización $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ y $\text{I}_2$		
Parámetro	Muestra 1	Muestra 2
1. Masa de $\text{KIO}_3$ seco.		
2. Volumen de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ requerido estandarización $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .		
3. Concentración de la solución de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .		
4. Volumen de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ estandarización del $\text{I}_2$ .		
5. Volumen de $\text{I}_2$ en la estandarización del $\text{I}_2$ .		
6. Concentración de la solución de $\text{I}_2$ .		

Fuente: elaboración propia.

Tabla 7. 27. Datos práctica determinación de hipoclorito.

Datos práctica determinación de hipoclorito		
Parámetro	Muestra 1	Muestra 2
1. Volumen de la muestra hipoclorito.		
2. Volumen de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ en análisis de muestra de hipoclorito.		
3. g/l de cloro activo.		

Fuente: elaboración propia.

Tabla 7. 28. Datos práctica determinación de ácido acetil salicílico.

Datos práctica determinación de ácido acetil salicílico		
Parámetro	Muestra 1	Muestra 2
Masa total de la pastilla.		
Masa de la pastilla disuelta.		
Volumen de Yodo estandarizado.		
Volumen de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ estandarizado.		
g ácido acetil salicílico en la pastilla.		

Fuente: elaboración propia.



## 7.20 MATERIAL SUPLEMENTARIO

Tabla 7. 29. Tabla *t*-Student unilateral (una cola).

Grados de libertad	Nivel de significancia					
	0.25	0.1	0.05	0.025	0.01	0.005
1	1.0000	3.0777	6.3137	12.7062	31.8210	63.6559
2	0.8165	1.8856	2.9200	4.3027	6.9645	9.9250
3	0.7649	1.6377	2.3534	3.1824	4.5407	5.8408
4	0.7407	1.5332	2.1318	2.7765	3.7469	4.6041
5	0.7267	1.4759	2.0150	2.5706	3.3649	4.0321
6	0.7176	1.4398	1.9432	2.4469	3.1427	3.7074
7	0.7111	1.4149	1.8946	2.3646	2.9979	3.4995
8	0.7064	1.3968	1.8595	2.3060	2.8965	3.3554
9	0.7027	1.3830	1.8331	2.2622	2.8214	3.2498
10	0.6998	1.3722	1.8125	2.2281	2.7638	3.1693
11	0.6974	1.3634	1.7959	2.2010	2.7181	3.1058
12	0.6955	1.3562	1.7823	2.1788	2.6810	3.0545
13	0.6938	1.3502	1.7709	2.1604	2.6503	3.0123
14	0.6924	1.3450	1.7613	2.1448	2.6245	2.9768
15	0.6912	1.3406	1.7531	2.1315	2.6025	2.9467
16	0.6901	1.3368	1.7459	2.1199	2.5835	2.9208
17	0.6892	1.3334	1.7396	2.1098	2.5669	2.8982
18	0.6884	1.3304	1.7341	2.1009	2.5524	2.8784
19	0.6876	1.3277	1.7291	2.0930	2.5395	2.8609
20	0.6870	1.3253	1.7247	2.0860	2.5280	2.8453
21	0.6864	1.3232	1.7207	2.0796	2.5176	2.8314
22	0.6858	1.3212	1.7171	2.0739	2.5083	2.8188
23	0.6853	1.3195	1.7139	2.0687	2.4999	2.8073
24	0.6848	1.3178	1.7109	2.0639	2.4922	2.7970
25	0.6844	1.3163	1.7081	2.0595	2.4851	2.7874

26	0.6840	1.3150	1.7056	2.0555	2.4786	2.7787
27	0.6837	1.3137	1.7033	2.0518	2.4727	2.7707
28	0.6834	1.3125	1.7011	2.0484	2.4671	2.7633
29	0.6830	1.3114	1.6991	2.0452	2.4620	2.7564
30	0.6828	1.3104	1.6973	2.0423	2.4573	2.7500
40	0.6807	1.3031	1.6839	2.0211	2.4233	2.7045
50	0.6794	1.2987	1.6759	2.0086	2.4033	2.6778
$\infty$	0.6745	1.2816	1.6449	1.9600	2.3263	2.5758

Fuente: elaboración propia.

Tabla 7. 30. Tabla t-Student bilateral (dos colas).



Grados de libertad	Nivel de significancia						
	0,20	0,10	0,05	0,02	0,01	0,001	0,0001
1	3,078	6,314	12,706	31,821	63,657	636,619	6366,198
2	1,886	2,920	4,303	6,695	9,925	31,598	99,992
3	1,638	2,353	3,182	4,541	5,841	12,924	28,000
4	1,533	2,132	2,776	3,747	4,604	8,610	15,544
5	1,476	2,015	2,571	3,365	4,032	6,869	11,178
6	1,440	1,943	2,447	3,143	3,707	5,959	9,082
7	1,415	1,895	2,365	2,998	3,499	5,408	7,885
8	1,397	1,860	2,306	2,896	3,355	5,041	7,120
9	1,383	1,833	2,262	2,821	3,250	4,781	6,594
10	1,372	1,812	2,228	2,764	3,169	4,587	6,211
11	1,363	1,796	2,201	2,718	3,106	4,437	5,921
12	1,356	1,782	2,179	2,681	3,055	4,318	5,694
13	1,350	1,771	2,160	2,650	3,012	4,221	5,513
14	1,345	1,761	2,145	2,624	2,977	4,140	5,363
15	1,341	1,753	2,131	2,602	2,947	4,073	5,239
16	1,337	1,746	2,120	2,583	2,921	4,015	5,134
17	1,333	1,740	2,110	2,567	2,898	3,965	5,044

## Notas de química analítica con prácticas de laboratorio

18	1,330	1,734	2,101	2,552	2,878	3,922	4,966
19	1,328	1,729	2,093	2,539	2,861	3,883	4,897
20	1,325	1,725	2,086	2,528	2,845	3,850	4,837
21	1,323	1,721	2,080	2,518	2,831	3,819	4,784
22	1,321	1,717	2,074	2,508	2,819	3,792	4,736
23	1,319	1,714	2,069	2,500	2,807	3,767	4,693
24	1,318	1,711	2,064	2,492	2,797	3,745	4,654
25	1,316	1,708	2,060	2,485	2,787	3,725	4,619
26	1,315	1,706	2,056	2,479	2,779	3,707	4,587
27	1,314	1,703	2,052	2,473	2,771	3,690	4,558
28	1,313	1,701	2,048	2,467	2,763	3,674	4,530
29	1,311	1,699	2,045	2,462	2,756	3,659	4,506
30	1,310	1,697	2,042	2,457	2,750	3,646	4,482
60	1,296	1,671	2,000	2,390	2,660	3,460	4,169
100	1,290	1,660	1,984	2,364	2,626	3,390	4,053
∞	1,282	1,645	1,960	2,326	2,576	3,291	3,891

Fuente: elaboración propia.

Tabla 7. 31. Valores críticos de  $F$  para un contraste de una cola ( $P=0.05$ ).

$v_1$  = grados de libertad del numerador.       $v_2$  = grados de libertad del denominador.

	v1										v2									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	15	20	24	30	40	60	120	
1	161.4	199.5	215.7	224.6	230.2	234.0	236.8	238.9	240.5	241.9	243.0	243.9	245.9	248.0	249.1	250.1	251.1	252.2	253.3	
2	18.51	19.00	19.16	19.25	19.30	19.33	19.35	19.37	19.38	19.40	19.40	19.41	19.43	19.45	19.45	19.46	19.47	19.48	19.49	
3	10.13	9.55	9.28	9.12	9.01	8.94	8.89	8.85	8.81	8.79	8.76	8.74	8.70	8.66	8.64	8.62	8.59	8.57	8.55	
4	7.71	6.94	6.59	6.39	6.26	6.16	6.09	6.04	6.00	5.96	5.94	5.91	5.86	5.80	5.77	5.75	5.72	5.69	5.66	
5	6.61	5.79	5.41	5.19	5.05	4.95	4.88	4.82	4.77	4.74	4.70	4.68	4.62	4.56	4.53	4.50	4.46	4.43	4.40	
6	5.99	5.14	4.76	4.53	4.39	4.28	4.21	4.15	4.10	4.06	4.03	4.00	3.94	3.87	3.84	3.81	3.77	3.74	3.70	
7	5.59	4.74	4.35	4.12	3.97	3.87	3.79	3.73	3.68	3.64	3.60	3.57	3.51	3.44	3.41	3.38	3.34	3.30	3.27	
8	5.32	4.46	4.07	3.84	3.69	3.58	3.50	3.44	3.39	3.35	3.31	3.28	3.22	3.15	3.12	3.08	3.04	3.01	2.97	
9	5.12	4.26	3.86	3.63	3.48	3.37	3.29	3.23	3.18	3.14	3.10	3.07	3.01	2.94	2.90	2.86	2.83	2.79	2.75	
10	4.96	4.10	3.71	3.48	3.33	3.22	3.14	3.07	3.02	2.98	2.94	2.91	2.85	2.77	2.74	2.70	2.66	2.62	2.58	
11	4.84	3.98	3.59	3.36	3.20	3.09	3.01	2.95	2.90	2.85	2.82	2.79	2.72	2.65	2.61	2.57	2.53	2.49	2.45	
12	4.75	3.89	3.49	3.26	3.11	3.00	2.91	2.85	2.80	2.75	2.72	2.69	2.62	2.54	2.51	2.47	2.43	2.38	2.34	
13	4.67	3.81	3.41	3.18	3.03	2.92	2.83	2.77	2.71	2.67	2.63	2.60	2.53	2.46	2.42	2.38	2.34	2.30	2.25	
14	4.60	3.74	3.34	3.11	2.96	2.85	2.76	2.70	2.65	2.60	2.57	2.53	2.46	2.39	2.35	2.31	2.27	2.22	2.18	
15	4.54	3.68	3.29	3.06	2.90	2.79	2.71	2.64	2.59	2.54	2.51	2.48	2.40	2.33	2.29	2.25	2.20	2.16	2.11	
16	4.49	3.63	3.24	3.01	2.85	2.74	2.66	2.59	2.54	2.49	2.46	2.42	2.35	2.28	2.24	2.19	2.15	2.11	2.06	
17	4.45	3.59	3.20	2.96	2.81	2.70	2.61	2.55	2.49	2.45	2.41	2.38	2.31	2.23	2.19	2.15	2.10	2.06	2.01	
18	4.41	3.55	3.16	2.93	2.77	2.66	2.58	2.51	2.46	2.41	2.37	2.34	2.27	2.19	2.15	2.11	2.06	2.02	1.97	
19	4.38	3.52	3.13	2.90	2.74	2.63	2.54	2.48	2.42	2.38	2.34	2.31	2.23	2.16	2.11	2.07	2.03	1.98	1.93	
20	4.35	3.49	3.10	2.87	2.71	2.60	2.51	2.45	2.39	2.35	2.31	2.28	2.20	2.12	2.08	2.04	1.99	1.95	1.90	
21	4.32	3.47	3.07	2.84	2.68	2.57	2.49	2.42	2.37	2.32	2.28	2.25	2.18	2.10	2.05	2.01	1.96	1.92	1.87	
22	4.30	3.44	3.05	2.82	2.66	2.55	2.46	2.40	2.34	2.30	2.26	2.23	2.15	2.07	2.03	1.98	1.94	1.89	1.84	
23	4.28	3.42	3.03	2.80	2.64	2.53	2.44	2.37	2.32	2.27	2.24	2.20	2.13	2.05	2.01	1.96	1.91	1.86	1.81	
24	4.26	3.40	3.01	2.78	2.62	2.51	2.42	2.36	2.30	2.25	2.22	2.18	2.11	2.03	1.98	1.94	1.89	1.84	1.79	
25	4.24	3.39	2.99	2.76	2.60	2.49	2.40	2.34	2.28	2.24	2.20	2.16	2.09	2.01	1.96	1.92	1.87	1.82	1.77	
26	4.23	3.37	2.98	2.74	2.59	2.47	2.39	2.32	2.27	2.22	2.18	2.15	2.07	1.99	1.95	1.90	1.85	1.80	1.75	
27	4.21	3.35	2.96	2.73	2.57	2.46	2.37	2.31	2.25	2.20	2.17	2.13	2.06	1.97	1.93	1.88	1.84	1.79	1.73	
28	4.20	3.34	2.95	2.71	2.56	2.45	2.36	2.29	2.24	2.19	2.15	2.12	2.04	1.96	1.91	1.87	1.82	1.77	1.71	
29	4.18	3.33	2.93	2.70	2.55	2.43	2.35	2.28	2.22	2.18	2.14	2.10	2.03	1.94	1.90	1.85	1.81	1.75	1.70	
30	4.17	3.32	2.92	2.69	2.53	2.42	2.33	2.27	2.21	2.16	2.13	2.09	2.01	1.93	1.89	1.84	1.79	1.74	1.68	
40	4.08	3.23	2.84	2.61	2.45	2.34	2.25	2.18	2.12	2.08	2.04	2.00	1.92	1.84	1.79	1.74	1.69	1.64	1.58	
60	4.00	3.15	2.76	2.53	2.37	2.25	2.17	2.10	2.04	1.99	1.95	1.92	1.84	1.75	1.70	1.65	1.59	1.53	1.47	
120	3.92	3.07	2.68	2.45	2.29	2.18	2.09	2.02	1.96	1.91	1.87	1.83	1.75	1.66	1.61	1.55	1.50	1.43	1.35	

Fuente: elaboración propia.

Notas de química analítica con prácticas de laboratorio

Tabla 7. 32. Valores críticos de F para un contraste a dos colas (P=0.05).

V1 = grados de libertad del numerador. v2 = grados de libertad del denominador.

	v1															v2																
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16
1	647'8	799'5	864'2	899'6	921'8	937'1	948'2	956'6	963'3	968'6	973'0	976'7	979'8	982'5	984'9	986'9	647'8	799'5	864'2	899'6	921'8	937'1	948'2	956'6	963'3	968'6	973'0	976'7	979'8	982'5	984'9	986'9
2	38'51	39'00	39'17	39'25	39'30	39'33	39'36	39'37	39'39	39'40	39'41	39'41	39'42	39'43	39'43	39'44	38'51	39'00	39'17	39'25	39'30	39'33	39'36	39'37	39'39	39'40	39'41	39'41	39'42	39'43	39'44	
3	17'44	16'04	15'44	15'10	14'88	14'73	14'62	14'54	14'47	14'42	14'37	14'34	14'30	14'28	14'25	14'23	17'44	16'04	15'44	15'10	14'88	14'73	14'62	14'54	14'47	14'42	14'37	14'34	14'30	14'28	14'25	14'23
4	12'22	10'65	9'979	9'604	9'364	9'197	9'074	8'980	8'905	8'844	8'794	8'751	8'715	8'684	8'657	8'633	12'22	10'65	9'979	9'604	9'364	9'197	9'074	8'980	8'905	8'844	8'794	8'751	8'715	8'684	8'657	8'633
5	10'01	8'434	7'764	7'388	7'146	6'978	6'853	6'757	6'681	6'619	6'568	6'525	6'488	6'456	6'428	6'403	10'01	8'434	7'764	7'388	7'146	6'978	6'853	6'757	6'681	6'619	6'568	6'525	6'488	6'456	6'428	6'403
6	8'813	7'260	6'599	6'227	5'988	5'820	5'695	5'600	5'523	5'461	5'410	5'366	5'329	5'297	5'269	5'244	8'813	7'260	6'599	6'227	5'988	5'820	5'695	5'600	5'523	5'461	5'410	5'366	5'329	5'297	5'269	5'244
7	8'073	6'542	5'890	5'523	5'285	5'119	4'995	4'899	4'823	4'761	4'709	4'666	4'628	4'596	4'568	4'543	8'073	6'542	5'890	5'523	5'285	5'119	4'995	4'899	4'823	4'761	4'709	4'666	4'628	4'596	4'568	4'543
8	7'571	6'059	5'416	5'053	4'817	4'652	4'529	4'433	4'357	4'295	4'243	4'200	4'162	4'130	4'101	4'076	7'571	6'059	5'416	5'053	4'817	4'652	4'529	4'433	4'357	4'295	4'243	4'200	4'162	4'130	4'101	4'076
9	7'209	5'715	5'078	4'718	4'484	4'320	4'197	4'102	4'026	3'964	3'912	3'868	3'831	3'798	3'769	3'744	7'209	5'715	5'078	4'718	4'484	4'320	4'197	4'102	4'026	3'964	3'912	3'868	3'831	3'798	3'769	3'744
10	6'937	5'456	4'826	4'468	4'236	4'072	3'950	3'855	3'779	3'717	3'665	3'621	3'583	3'550	3'522	3'496	6'937	5'456	4'826	4'468	4'236	4'072	3'950	3'855	3'779	3'717	3'665	3'621	3'583	3'550	3'522	3'496
11	6'724	5'256	4'630	4'275	4'044	3'881	3'759	3'664	3'588	3'526	3'474	3'430	3'392	3'359	3'330	3'304	6'724	5'256	4'630	4'275	4'044	3'881	3'759	3'664	3'588	3'526	3'474	3'430	3'392	3'359	3'330	3'304
12	6'554	5'096	4'474	4'121	3'891	3'728	3'607	3'512	3'436	3'374	3'321	3'277	3'239	3'206	3'177	3'152	6'554	5'096	4'474	4'121	3'891	3'728	3'607	3'512	3'436	3'374	3'321	3'277	3'239	3'206	3'177	3'152
13	6'414	4'965	4'347	3'996	3'767	3'604	3'483	3'388	3'312	3'250	3'197	3'153	3'115	3'082	3'053	3'027	6'414	4'965	4'347	3'996	3'767	3'604	3'483	3'388	3'312	3'250	3'197	3'153	3'115	3'082	3'053	3'027
14	6'298	4'857	4'242	3'892	3'663	3'501	3'380	3'285	3'209	3'147	3'095	3'050	3'012	2'979	2'949	2'923	6'298	4'857	4'242	3'892	3'663	3'501	3'380	3'285	3'209	3'147	3'095	3'050	3'012	2'979	2'949	2'923
15	6'200	4'765	4'153	3'804	3'576	3'415	3'293	3'199	3'123	3'060	3'008	2'963	2'925	2'891	2'862	2'836	6'200	4'765	4'153	3'804	3'576	3'415	3'293	3'199	3'123	3'060	3'008	2'963	2'925	2'891	2'862	2'836
16	6'115	4'687	4'077	3'729	3'502	3'341	3'219	3'125	3'049	2'986	2'934	2'889	2'851	2'817	2'788	2'761	6'115	4'687	4'077	3'729	3'502	3'341	3'219	3'125	3'049	2'986	2'934	2'889	2'851	2'817	2'788	2'761
17	6'042	4'619	4'011	3'665	3'438	3'277	3'156	3'061	2'985	2'922	2'870	2'825	2'786	2'753	2'723	2'697	6'042	4'619	4'011	3'665	3'438	3'277	3'156	3'061	2'985	2'922	2'870	2'825	2'786	2'753	2'723	2'697
18	5'978	4'560	3'954	3'608	3'382	3'221	3'100	3'005	2'929	2'866	2'814	2'769	2'730	2'696	2'667	2'640	5'978	4'560	3'954	3'608	3'382	3'221	3'100	3'005	2'929	2'866	2'814	2'769	2'730	2'696	2'667	2'640
19	5'922	4'508	3'903	3'559	3'333	3'172	3'051	2'956	2'880	2'817	2'765	2'720	2'681	2'647	2'617	2'591	5'922	4'508	3'903	3'559	3'333	3'172	3'051	2'956	2'880	2'817	2'765	2'720	2'681	2'647	2'617	2'591
20	5'871	4'461	3'859	3'515	3'289	3'128	3'007	2'913	2'837	2'774	2'721	2'676	2'637	2'603	2'573	2'547	5'871	4'461	3'859	3'515	3'289	3'128	3'007	2'913	2'837	2'774	2'721	2'676	2'637	2'603	2'573	2'547
21	5'827	4'420	3'819	3'475	3'250	3'090	2'969	2'874	2'798	2'735	2'682	2'637	2'598	2'564	2'534	2'507	5'827	4'420	3'819	3'475	3'250	3'090	2'969	2'874	2'798	2'735	2'682	2'637	2'598	2'564	2'534	2'507
22	5'786	4'383	3'783	3'440	3'215	3'055	2'934	2'839	2'763	2'700	2'647	2'602	2'563	2'528	2'498	2'472	5'786	4'383	3'783	3'440	3'215	3'055	2'934	2'839	2'763	2'700	2'647	2'602	2'563	2'528	2'498	2'472
23	5'750	4'349	3'750	3'408	3'183	3'023	2'902	2'808	2'731	2'668	2'615	2'570	2'531	2'497	2'466	2'440	5'750	4'349	3'750	3'408	3'183	3'023	2'902	2'808	2'731	2'668	2'615	2'570	2'531	2'497	2'466	2'440
24	5'717	4'319	3'721	3'379	3'155	2'995	2'874	2'779	2'703	2'640	2'586	2'541	2'502	2'468	2'437	2'411	5'717	4'319	3'721	3'379	3'155	2'995	2'874	2'779	2'703	2'640	2'586	2'541	2'502	2'468	2'437	2'411
25	5'686	4'291	3'694	3'353	3'129	2'969	2'848	2'753	2'677	2'613	2'560	2'515	2'476	2'441	2'411	2'384	5'686	4'291	3'694	3'353	3'129	2'969	2'848	2'753	2'677	2'613	2'560	2'515	2'476	2'441	2'411	2'384
26	5'659	4'265	3'670	3'329	3'105	2'945	2'824	2'729	2'653	2'590	2'536	2'491	2'452	2'417	2'387	2'360	5'659	4'265	3'670	3'329	3'105	2'945	2'824	2'729	2'653	2'590	2'536	2'491	2'452	2'417	2'387	2'360
27	5'633	4'242	3'647	3'307	3'083	2'923	2'802	2'707	2'631	2'568	2'514	2'469	2'429	2'395	2'364	2'337	5'633	4'242	3'647	3'307	3'083	2'923	2'802	2'707	2'631	2'568	2'514	2'469	2'429	2'395	2'364	2'337
28	5'610	4'221	3'626	3'286	3'063	2'903	2'782	2'687	2'611	2'547	2'494	2'448	2'409	2'374	2'344	2'317	5'610	4'221	3'626	3'286	3'063	2'903	2'782	2'687	2'611	2'547	2'494	2'448	2'409	2'374	2'344	2'317
29	5'588	4'201	3'607	3'267	3'044	2'884	2'763	2'669	2'592	2'529	2'475	2'430	2'390	2'355	2'325	2'298	5'588	4'201	3'607	3'267	3'044	2'884	2'763	2'669	2'592	2'529	2'475	2'430	2'390	2'355	2'325	2'298
30	5'568	4'182	3'589	3'250	3'026	2'867	2'746	2'651	2'575	2'511	2'458	2'412	2'372	2'338	2'307	2'280	5'568	4'182	3'589	3'250	3'026	2'867	2'746	2'651	2'575	2'511	2'458	2'412	2'372	2'338	2'307	2'280
35	5'485	4'106	3'517	3'179	2'956	2'796	2'676	2'581	2'504	2'440	2'387	2'341	2'301	2'266	2'235	2'207	5'485	4'106	3'517	3'179	2'956	2'796	2'676	2'581	2'504	2'440	2'387	2'341	2'301	2'266	2'235	2'207
40	5'424	4'051	3'463	3'126	2'904	2'744	2'624	2'529	2'452	2'388	2'334	2'288	2'248	2'213	2'182	2'154	5'424	4'051	3'463	3'126	2'904	2'744	2'624	2'529	2'452	2'388	2'334	2'288	2'248	2'213	2'182	2'154
50	5'340	3'975	3'390	3'054	2'833	2'674	2'553	2'458	2'381	2'317	2'263	2'216	2'176	2'140	2'109	2'081	5'340	3'975	3'390	3'054	2'833	2'674	2'553	2'458	2'381	2'317	2'263	2'216	2'176	2'140	2'109	2'081
60	5'286	3'925	3'343	3'008	2'786	2'627	2'507	2'412	2'334	2'270	2'216	2'169	2'129	2'093	2'061	2'033	5'286	3'925	3'343	3'008	2'786	2'627	2'507	2'412	2'334	2'270	2'216	2'169	2'129	2'093	2'061	2'033
70	5'247	3'890	3'309	2'975	2'754	2'595	2'474	2'379	2'302	2'237	2'183	2'136	2'095	2'059	2'028	1'999	5'247	3'890	3'309	2'975	2'754	2'595	2'474	2'379	2'302	2'237	2'183	2'136	2'095	2'059	2'028	1'999
80	5'218	3'864	3'284	2'950	2'730	2'571	2'450	2'355	2'277	2'213	2'158	2'111	2'071	2'035	2'004	1'974	5'218	3'864	3'284	2'950	2'730	2'571	2'450	2'355	2'277	2'213	2'158	2'111	2'071	2'035	2'004</	

Tabla 7. 33. Valores críticos para la prueba Q de Dixon para valores atípicos.

Valores críticos para el cociente de rechazo, $Q^*$			
Número de observaciones	$Q_{crit}$ (rechazar si $Q > Q_{crit}$ )		
	Confianza de 90%	Confianza de 95%	Confianza de 99%
3	0,941	0,970	0,994
4	0,765	0,829	0,926
5	0,642	0,710	0,821
6	0,560	0,625	0,740
7	0,507	0,568	0,680
8	0,468	0,526	0,634
9	0,437	0,493	0,598
10	0,412	0,466	0,568

Fuente: elaboración propia.

Notas de química analítica con prácticas de laboratorio

Tabla 7. 34. Tabla de valores de probabilidad acumulada Z.

	0	0'01	0'02	0'03	0'04	0'05	0'06	0'07	0'08	0'09
0	0'5000	0'5040	0'5080	0'5120	0'5160	0'5199	0'5239	0'5279	0'5319	0'5359
0'1	0'5398	0'5438	0'5478	0'5517	0'5557	0'5596	0'5636	0'5675	0'5714	0'5753
0'2	0'5793	0'5832	0'5871	0'5910	0'5948	0'5987	0'6026	0'6064	0'6103	0'6141
0'3	0'6179	0'6217	0'6255	0'6293	0'6331	0'6368	0'6406	0'6443	0'6480	0'6517
0'4	0'6554	0'6591	0'6628	0'6664	0'6700	0'6736	0'6772	0'6808	0'6844	0'6879
0'5	0'6915	0'6950	0'6985	0'7019	0'7054	0'7088	0'7123	0'7157	0'7190	0'7224
0'6	0'7257	0'7291	0'7324	0'7357	0'7389	0'7422	0'7454	0'7486	0'7517	0'7549
0'7	0'7580	0'7611	0'7642	0'7673	0'7704	0'7734	0'7764	0'7794	0'7823	0'7852
0'8	0'7881	0'7910	0'7939	0'7967	0'7995	0'8023	0'8051	0'8078	0'8106	0'8133
0'9	0'8159	0'8186	0'8212	0'8238	0'8264	0'8289	0'8315	0'8340	0'8365	0'8389
1	0'8413	0'8438	0'8461	0'8485	0'8508	0'8531	0'8554	0'8577	0'8599	0'8621
1'1	0'8643	0'8665	0'8686	0'8708	0'8729	0'8749	0'8770	0'8790	0'8810	0'8830
1'2	0'8849	0'8869	0'8888	0'8907	0'8925	0'8944	0'8962	0'8980	0'8997	0'9015
1'3	0'9032	0'9049	0'9066	0'9082	0'9099	0'9115	0'9131	0'9147	0'9162	0'9177
1'4	0'9192	0'9207	0'9222	0'9236	0'9251	0'9265	0'9279	0'9292	0'9306	0'9319
1'5	0'9332	0'9345	0'9357	0'9370	0'9382	0'9394	0'9406	0'9418	0'9429	0'9441
1'6	0'9452	0'9463	0'9474	0'9484	0'9495	0'9505	0'9515	0'9525	0'9535	0'9545
1'7	0'9554	0'9564	0'9573	0'9582	0'9591	0'9599	0'9608	0'9616	0'9625	0'9633
1'8	0'9641	0'9649	0'9656	0'9664	0'9671	0'9678	0'9686	0'9693	0'9699	0'9706
1'9	0'9713	0'9719	0'9726	0'9732	0'9738	0'9744	0'9750	0'9756	0'9761	0'9767
2	0'9772	0'9778	0'9783	0'9788	0'9793	0'9798	0'9803	0'9808	0'9812	0'9817
2'1	0'9821	0'9826	0'9830	0'9834	0'9838	0'9842	0'9846	0'9850	0'9854	0'9857
2'2	0'9861	0'9864	0'9868	0'9871	0'9875	0'9878	0'9881	0'9884	0'9887	0'9890
2'3	0'9893	0'9896	0'9898	0'9901	0'9904	0'9906	0'9909	0'9911	0'9913	0'9916
2'4	0'9918	0'9920	0'9922	0'9925	0'9927	0'9929	0'9931	0'9932	0'9934	0'9936
2'5	0'9938	0'9940	0'9941	0'9943	0'9945	0'9946	0'9948	0'9949	0'9951	0'9952
2'6	0'9953	0'9955	0'9956	0'9957	0'9959	0'9960	0'9961	0'9962	0'9963	0'9964
2'7	0'9965	0'9966	0'9967	0'9968	0'9969	0'9970	0'9971	0'9972	0'9973	0'9974
2'8	0'9974	0'9975	0'9976	0'9977	0'9977	0'9978	0'9979	0'9979	0'9980	0'9981
2'9	0'9981	0'9982	0'9982	0'9983	0'9984	0'9984	0'9985	0'9985	0'9986	0'9986
3	0'9987	0'9987	0'9987	0'9988	0'9988	0'9989	0'9989	0'9989	0'9990	0'9990
3'1	0'9990	0'9991	0'9991	0'9991	0'9992	0'9992	0'9992	0'9992	0'9993	0'9993
3'2	0'9993	0'9993	0'9994	0'9994	0'9994	0'9994	0'9994	0'9995	0'9995	0'9995
3'3	0'9995	0'9995	0'9995	0'9996	0'9996	0'9996	0'9996	0'9996	0'9996	0'9997
3'4	0'9997	0'9997	0'9997	0'9997	0'9997	0'9997	0'9997	0'9997	0'9997	0'9998
3'5	0'9998	0'9998	0'9998	0'9998	0'9998	0'9998	0'9998	0'9998	0'9998	0'9998
3'6	0'9998	0'9998	0'9999	0'9999	0'9999	0'9999	0'9999	0'9999	0'9999	0'9999
3'7	0'9999	0'9999	0'9999	0'9999	0'9999	0'9999	0'9999	0'9999	0'9999	0'9999
3'8	0'9999	0'9999	0'9999	0'9999	0'9999	0'9999	0'9999	0'9999	0'9999	0'9999
3'9	1'0000	1'0000	1'0000	1'0000	1'0000	1'0000	1'0000	1'0000	1'0000	1'0000

Fuente: elaboración propia.

Tabla 7. 35. Indicadores ácido-base.

Indicador	color ácido		pH viraje		color básico
amarillo de alizarina GG	Amarillo claro		10,0 - 12,1		Rojo castaño
azul de bromofenol	Amarillo		3,0 - 4,6		Violeta
azul de bromotimol	Amarillo		6,0 - 7,6		Azul
fenolftaleína	Incoloro		8,2 - 9,8		Violeta / rosa
m-cresolpúrpura	Amarillo		7,4 - 9,0		Púrpura
naranja de metilo	Rojo		3,1 - 4,4		Amarillo naranja
púrpura de bromocresol	Amarillo		5,2 - 6,8		Púrpura
rojo congo	Azul violeta		3,0 - 5,2		Rojo naranja
rojo de bromofenol	Naranja amarillo		5,2 - 6,8		Púrpura
rojo de cresol	Amarillo		7,0 - 8,8		Púrpura
rojo de fenol	Amarillo		6,4 - 8,2		Rojo
rojo de metilo	Rojo		4,4 - 6,2		Amarillo naranja
rojo neutro	Azul rojizo		6,4 - 8,0		Naranja amarillo
timolftaleína	Incoloro		8,6 - 10,0		Azul
tornasol	Rojo		5,0 - 8,0		Azul
violeta de metilo	Amarillo		0,1 - 1,6		Azul / violeta
4-dimetilaminobenzol	Rojo		2,9 - 4,0		Amarillo naranja
(F) esculina	Índigo débil		1,0 - 1,5		Azul intenso
(F) beta-naftilamina	Incoloro		2,8 - 4,4		Violeta
(F) alfa-naftilamina	Incoloro		3,4 - 4,8		Azul
(F) fluoresceína	Azulado		3,8 - 4,3		Azul intenso
(F) eosina	Incoloro		3,9 - 4,5		Amarillo naranja
(F) eritrosina	Incoloro		3,7 - 4,6		Amarillo verdoso
(F) acridina	Verde		5,3 - 6,4		Violeta
(F) umbeliferona	Incoloro		6,2 - 8,3		Azul intenso
(F) cumarina	Incoloro		9,2 - 10,5		Verde amarillo
(F) beta-metil umbeliferona	Índigo débil		6,9 - 7,1		Azul intenso

(F) Indicador fluorescente.

El color mostrado puede no coincidir con el real. Color ilustrativo.

Fuente: Vaxa Software.

## Notas de química analítica con prácticas de laboratorio

Tabla 7. 36. Constantes de acidez ( $K_a$ ) y basicidad ( $K_b$ ) a 25 °C.

Ácido	Reacción	$k_a$	$pK_a$
Yodhídrico	$HI + H_2O \rightarrow I^- + H_3O^+$	Muy grande	Muy pequeña
Bromhídrico	$HBr + H_2O \rightarrow Br^- + H_3O^+$	Muy grande	Muy pequeña
Perclórico	$HClO_4 + H_2O \rightarrow ClO_4^- + H_3O^+$	Muy grande	Muy pequeña
Clorhídrico	$HCl + H_2O \rightarrow Cl^- + H_3O^+$	Muy grande	Muy pequeña
Sulfúrico	$H_2SO_4 + H_2O \rightarrow HSO_4^- + H_3O^+$	Muy grande	Muy pequeña
Nítrico	$HNO_3 + H_2O \rightarrow NO_3^- + H_3O^+$	Muy grande	Muy pequeña
Yódico	$HIO_3 + H_2O \rightleftharpoons IO_3^- + H_3O^+$	0,19	0,721
Sulfuroso	$H_2SO_3 + H_2O \rightleftharpoons HSO_3^- + H_3O^+$	0,016	1,796
Hidrogenosulfato	$HSO_4^- + H_2O \rightleftharpoons SO_4^{2-} + H_3O^+$	0,012	1,921
Cloroso	$HClO_3 + H_2O \rightleftharpoons ClO_3^- + H_3O^+$	0,011	1,96
Fosfórico	$H_3PO_4 + H_2O \rightleftharpoons H_2PO_4^- + H_3O^+$	$7,5 \cdot 10^{-3}$	2,125
Fluorhídrico	$HF + H_2O \rightleftharpoons F^- + H_3O^+$	$7,0 \cdot 10^{-4}$	3,155
Nitroso	$HNO_2 + H_2O \rightleftharpoons NO_2^- + H_3O^+$	$4,5 \cdot 10^{-4}$	3,347
Fórmico	$HCOOH + H_2O \rightleftharpoons HCOO^- + H_3O^+$	$1,8 \cdot 10^{-4}$	3,745
Benzoico	$C_6H_5COOH + H_2O \rightleftharpoons C_6H_5COO^- + H_3O^+$	$6,6 \cdot 10^{-5}$	4,180
Acético	$CH_3COOH + H_2O \rightleftharpoons CH_3COO^- + H_3O^+$	$1,8 \cdot 10^{-5}$	4,745
Carbónico	$H_2CO_3 + H_2O \rightleftharpoons HCO_3^- + H_3O^+$	$4,2 \cdot 10^{-7}$	6,377
Sulfhídrico	$H_2S + H_2O \rightleftharpoons HS^- + H_3O^+$	$1,0 \cdot 10^{-7}$	7,000
Hipocloroso	$HClO + H_2O \rightleftharpoons ClO^- + H_3O^+$	$3,0 \cdot 10^{-8}$	7,523
Dihidrógenofosfato	$H_2PO_4^- + H_2O \rightleftharpoons HPO_4^{2-} + H_3O^+$	$6,2 \cdot 10^{-8}$	7,208
Amonio	$NH_4^+ + H_2O \rightleftharpoons NH_3 + H_3O^+$	$5,5 \cdot 10^{-10}$	9,260
Cianhídrico	$HCN + H_2O \rightleftharpoons CN^- + H_3O^+$	$4,0 \cdot 10^{-10}$	9,398
Hidrogenocarbonato	$HCO_3^- + H_2O \rightleftharpoons CO_3^{2-} + H_3O^+$	$5,6 \cdot 10^{-11}$	10,25
Hidrogenofosfato	$HPO_4^{2-} + H_2O \rightleftharpoons PO_4^{3-} + H_3O^+$	$2,2 \cdot 10^{-13}$	12,66
Hidrogenosulfuro	$HS^- + H_2O \rightleftharpoons S^{2-} + H_3O^+$	$1,0 \cdot 10^{-13}$	13,00

Base	Reacción	$k_b$	$pK_b$
Hidróxido sódico	$NaOH \rightarrow Na^+ + OH^-$	Muy grande	Muy pequeña
Hidróxido potásico	$KOH \rightarrow K^+ + OH^-$	Muy grande	Muy pequeña
Etilamina	$CH_3CH_2NH_2 + H_2O \rightleftharpoons CH_3CH_2NH_3^+ + OH^-$	$6,41 \cdot 10^{-4}$	3,193
Metilamina	$CH_3NH_2 + H_2O \rightleftharpoons CH_3NH_3^+ + OH^-$	$3,70 \cdot 10^{-4}$	3,432
Amoniaco	$NH_3 + H_2O \rightleftharpoons NH_4^+ + OH^-$	$1,77 \cdot 10^{-5}$	4,752
Anilina	$C_6H_5NH_2 + H_2O \rightleftharpoons C_6H_5NH_3^+ + OH^-$	$4,27 \cdot 10^{-10}$	9,37

[www.vaxasoftware.com](http://www.vaxasoftware.com)

Fuente: elaboración propia.

Tabla 7. 37. Constantes de equilibrio químico en fase gaseosa.

Reacción	Constante	Temperatura °C
$\text{EtOH} + \text{HAc} \rightleftharpoons \text{AcEt} + \text{H}_2\text{O}$	$K_C=4$	25
$2\text{NO}_{2(g)} \rightleftharpoons 2\text{NO}_{(g)} + \text{O}_{2(g)}$	$K_C=1,42 \cdot 10^{-4}$	327
	$K_P=6,98 \cdot 10^{-3}$	327
$\text{N}_2\text{O}_{4(g)} \rightleftharpoons 2\text{NO}_{2(g)}$	$K_C=0,142$	25
	$K_P=0,32$	35
$\text{H}_{2(g)} + \text{I}_{2(g)} \rightleftharpoons 2\text{HI}_{(g)}$	$K_C=56,6$	450
$2\text{HI}_{(g)} \rightleftharpoons \text{H}_{2(g)} + \text{I}_{2(g)}$	$K_C=0,019$	350
	$K_C=0,022$	490
$\text{PCl}_{5(g)} \rightleftharpoons \text{PCl}_{3(g)} + \text{Cl}_{2(g)}$	$K_C=0,050$	250
	$K_P=2,144$	250
$\text{N}_2\text{O}_4 \rightleftharpoons 2\text{NO}_2$ (Dis. de cloroformo)	$K_C=1,07 \cdot 10^{-5}$	25
$\text{N}_{2(g)} + \text{O}_{2(g)} \rightleftharpoons 2\text{NO}_{(g)}$	$K_C=0,0120$	2800
	$K_P=5,33 \cdot 10^{-31}$	25
$\text{C}_{(s)} + \text{CO}_{2(g)} \rightleftharpoons 2\text{CO}_{(g)}$	$K_P=122$	1000
$\text{CO}_{2(g)} + \text{H}_{2(g)} \rightleftharpoons \text{CO}_{(g)} + \text{H}_2\text{O}_{(g)}$	$K_P=1,59$	1000
$\text{C}_{(s)} + \text{H}_2\text{O}_{(g)} \rightleftharpoons \text{CO}_{(g)} + \text{H}_{2(g)}$	$K_P=76,4$	1000
$2\text{SO}_{2(g)} + \text{O}_{2(g)} \rightleftharpoons 2\text{SO}_{3(g)}$	$K_C=279$	727
	$K_C=729$	550
$\text{CaCO}_{3(s)} \rightleftharpoons \text{CaO}_{(s)} + \text{CO}_{2(g)}$	$K_P=0,25$	800
	$K_C=2,84 \cdot 10^{-3}$	800
	$K_P=7,08 \cdot 10^{-4}$	327
	$K_P=4,30 \cdot 10^{-5}$	427
$\text{N}_{2(g)} + 3\text{H}_{2(g)} \rightleftharpoons 2\text{NH}_{3(g)}$	$K_P=6,64 \cdot 10^5$	25
	$K_C=100$	257
	$K_P=2,97 \cdot 10^{-6}$	1000
$2\text{H}_2\text{O}_{(g)} \rightleftharpoons 2\text{H}_{2(g)} + \text{O}_{2(g)}$	$K_C=9,3 \cdot 10^{-12}$	1000
$2\text{HCl}_{(g)} \rightleftharpoons \text{Cl}_{2(g)} + \text{H}_{2(g)}$	$K_C=10^{-7}$	1000
$4\text{HCl}_{(g)} + \text{O}_{2(g)} \rightleftharpoons 2\text{Cl}_{2(g)} + 2\text{H}_2\text{O}_{(g)}$	$K_C=1,1 \cdot 10^{-3}$	1000
$\text{CO}_{(g)} + \text{H}_2\text{O}_{(g)} \rightleftharpoons \text{CO}_{2(g)} + \text{H}_{2(g)}$	$K_P=5$	530
$\text{H}_{2(g)} + \text{Cl}_{2(g)} \rightleftharpoons 2\text{HCl}_{(g)}$	$K_C=3,17 \cdot 10^{16}$	27
	$K_P=0,3178$	538
$\text{COCl}_{2(g)} \rightleftharpoons \text{CO}_{(g)} + \text{Cl}_{2(g)}$	$K_C=4,77 \cdot 10^{-3}$	538

Fuente: elaboración propia.

Tabla 7. 38. Constantes de formación de iones complejos.

<b>Ión complejo</b>	<b>K<sub>f</sub></b>	<b>Ión complejo</b>	<b>K<sub>f</sub></b>
[Ag(CN) <sub>2</sub> ] <sup>-</sup>	5,6 × 10 <sup>18</sup>	[CuI <sub>2</sub> ] <sup>-</sup>	8,0 × 10 <sup>8</sup>
[Ag(EDTA)] <sup>3-</sup>	2,1 × 10 <sup>7</sup>	[Fe(CN) <sub>6</sub> ] <sup>3-</sup>	1,0 × 10 <sup>42</sup>
[Ag(NH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ] <sup>+</sup>	1,6 × 10 <sup>7</sup>	[Fe(CN) <sub>6</sub> ] <sup>4-</sup>	1,0 × 10 <sup>37</sup>
[Ag(S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ] <sup>3-</sup>	1,7 × 10 <sup>13</sup>	[Fe(EDTA)] <sup>-</sup>	1,7 × 10 <sup>24</sup>
[Ag(SCN) <sub>4</sub> ] <sup>3-</sup>	1,2 × 10 <sup>10</sup>	[Fe(EDTA)] <sup>2-</sup>	2,1 × 10 <sup>14</sup>
[AgBr <sub>2</sub> ] <sup>-</sup>	1,0 × 10 <sup>11</sup>	[Fe(SCN)] <sup>2+</sup>	8,9 × 10 <sup>2</sup>
[AgCl <sub>2</sub> ] <sup>-</sup>	1,8 × 10 <sup>5</sup>	[Hg(CN) <sub>4</sub> ] <sup>2-</sup>	3,0 × 10 <sup>41</sup>
[AgI <sub>2</sub> ] <sup>-</sup>	1,0 × 10 <sup>11</sup>	[Hg(EDTA)] <sup>2-</sup>	6,3 × 10 <sup>21</sup>
[Al(EDTA)] <sup>-</sup>	1,3 × 10 <sup>16</sup>	[Hg(NH <sub>3</sub> ) <sub>4</sub> ] <sup>2+</sup>	1,8 × 10 <sup>19</sup>
[Al(OH) <sub>4</sub> ] <sup>-</sup>	1,1 × 10 <sup>33</sup>	[HgBr <sub>4</sub> ] <sup>2-</sup>	3,0 × 10 <sup>4</sup>
[AlF <sub>4</sub> ] <sup>-</sup>	2,0 × 10 <sup>8</sup>	[HgCl <sub>4</sub> ] <sup>2-</sup>	1,2 × 10 <sup>15</sup>
[AlF <sub>6</sub> ] <sup>3-</sup>	2,5 × 10 <sup>4</sup>	[HgI <sub>4</sub> ] <sup>2-</sup>	1,9 × 10 <sup>30</sup>
[BeF <sub>4</sub> ] <sup>2-</sup>	1,3 × 10 <sup>13</sup>	[HgI <sub>4</sub> ] <sup>2-</sup>	6,8 × 10 <sup>29</sup>
[Cd(CN) <sub>4</sub> ] <sup>2</sup>	6,0 × 10 <sup>18</sup>	[Ni(CN) <sub>4</sub> ] <sup>2</sup>	2,0 × 10 <sup>31</sup>
[Cd(NH <sub>3</sub> ) <sub>4</sub> ] <sup>2+</sup>	1,3 × 10 <sup>7</sup>	[Ni(EDTA)] <sup>2-</sup>	3,6 × 10 <sup>18</sup>
[Cd(NH <sub>3</sub> ) <sub>6</sub> ] <sup>2+</sup>	2,6 × 10 <sup>5</sup>	[Ni(NH <sub>3</sub> ) <sub>6</sub> ] <sup>2+</sup>	5,5 × 10 <sup>8</sup>
[Co(EDTA)] <sup>-</sup>	1,0 × 10 <sup>36</sup>	[Pb(EDTA)] <sup>2-</sup>	2,0 × 10 <sup>18</sup>
[Co(EDTA)] <sup>2-</sup>	2,0 × 10 <sup>16</sup>	[Pb(OH) <sub>3</sub> ] <sup>-</sup>	3,8 × 10 <sup>14</sup>
[Co(NH <sub>3</sub> ) <sub>6</sub> ] <sup>2+</sup>	1,3 × 10 <sup>5</sup>	[Pb(S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ] <sup>4</sup>	2,2 × 10 <sup>6</sup>
[Co(NH <sub>3</sub> ) <sub>6</sub> ] <sup>3+</sup>	4,6 × 10 <sup>33</sup>	[PbCl <sub>3</sub> ] <sup>-</sup>	2,4 × 10 <sup>1</sup>
[Co(SCN) <sub>4</sub> ] <sup>2-</sup>	1,0 × 10 <sup>3</sup>	[PbCl <sub>4</sub> ] <sup>2-</sup>	2,5 × 10 <sup>15</sup>
[Cr(EDTA)] <sup>-</sup>	1,0 × 10 <sup>23</sup>	[PbI <sub>4</sub> ] <sup>2-</sup>	3,0 × 10 <sup>4</sup>
[Cr(OH) <sub>4</sub> ] <sup>-</sup>	8,0 × 10 <sup>29</sup>	[Pt(NH <sub>3</sub> ) <sub>6</sub> ] <sup>2+</sup>	2,0 × 10 <sup>35</sup>
[Cu(CN) <sub>2</sub> ] <sup>-</sup>	1,0 × 10 <sup>16</sup>	[PtCl <sub>4</sub> ] <sup>2-</sup>	1,0 × 10 <sup>16</sup>
[Cu(CN) <sub>4</sub> ] <sup>2-</sup>	1,0 × 10 <sup>25</sup>	[SnF <sub>6</sub> ] <sup>2-</sup>	1,0 × 10 <sup>25</sup>
[Cu(CN) <sub>4</sub> ] <sup>3-</sup>	2,0 × 10 <sup>30</sup>	[Zn(CN) <sub>4</sub> ] <sup>2-</sup>	1,0 × 10 <sup>18</sup>
[Cu(EDTA)] <sup>2-</sup>	5,0 × 10 <sup>18</sup>	[Zn(EDTA)] <sup>2-</sup>	3,0 × 10 <sup>16</sup>
[Cu(NH <sub>3</sub> ) <sub>4</sub> ] <sup>2+</sup>	1,1 × 10 <sup>13</sup>	[Zn(NH <sub>3</sub> ) <sub>4</sub> ] <sup>2+</sup>	7,8 × 10 <sup>8</sup>
[CuBr <sub>2</sub> ] <sup>-</sup>	8,0 × 10 <sup>5</sup>	[Zn(OH) <sub>4</sub> ] <sup>2-</sup>	4,6 × 10 <sup>17</sup>
[CuCl <sub>2</sub> ] <sup>-</sup>	3,0 × 10 <sup>5</sup>	[ZnCl <sub>4</sub> ] <sup>2-</sup>	1,6
[CuCl <sub>3</sub> ] <sup>2-</sup>	5,0 × 10 <sup>5</sup>		

Fuente: Vaxa Software.

Tabla 7. 39. Constantes de producto de solubilidad a 25 °C.

Tipo	Compuesto	$K_{ps}$	Tipo	Compuesto	$K_{ps}$
Cloruros	AgCl	$1,7 \cdot 10^{-10}$	Sulfatos	$Ag_2SO_4$	$1,6 \cdot 10^{-5}$
	CuCl	$1,2 \cdot 10^{-6}$		$BaSO_4$	$1,1 \cdot 10^{-10}$
	$Hg_2Cl_2$	$2,0 \cdot 10^{-18}$		$CaSO_4$	$2,5 \cdot 10^{-5}$
	$PbCl_2$	$1,7 \cdot 10^{-5}$		$PbSO_4$	$1,3 \cdot 10^{-8}$
Fluoruros	$BaF_2$	$1,7 \cdot 10^{-6}$	Sulfuros	$Ag_2S$	$5,5 \cdot 10^{-51}$
	$CaF_2$	$3,4 \cdot 10^{-11}$		$CuS$	$4,0 \cdot 10^{-38}$
	$PbF_2$	$4,0 \cdot 10^{-8}$		$Cu_2S$	$2,0 \cdot 10^{-47}$
Bromuros	AgBr	$5,0 \cdot 10^{-13}$		$FeS$	$6,3 \cdot 10^{-18}$
	$CaBr_2$	$3,2 \cdot 10^{-11}$		$HgS$	$2,0 \cdot 10^{-52}$
	$CuBr$	$5,3 \cdot 10^{-9}$		$MnS$	$7,0 \cdot 10^{-16}$
	$PbBr_2$	$6,5 \cdot 10^{-5}$	$SnS$	$1,0 \cdot 10^{-25}$	
Carbonatos	$BaCO_3$	$1,6 \cdot 10^{-9}$	Ioduros	$SnS_2$	$1,0 \cdot 10^{-46}$
	$CuCO_3$	$2,5 \cdot 10^{-10}$		$PbS$	$1,0 \cdot 10^{-29}$
	$CaCO_3$	$4,8 \cdot 10^{-9}$		$ZnS$	$4,0 \cdot 10^{-24}$
	$MgCO_3$	$1,1 \cdot 10^{-5}$		$AgI$	$8,5 \cdot 10^{-17}$
	$ZnCO_3$	$2,0 \cdot 10^{-10}$		$CuI$	$1,7 \cdot 10^{-12}$
Hidróxidos	$Al(OH)_3$	$5,0 \cdot 10^{-33}$	$PbI_2$	$8,3 \cdot 10^{-9}$	
	$Ca(OH)_2$	$8,0 \cdot 10^{-6}$	Otros	$Ag_2CrO_4$	$1,9 \cdot 10^{-12}$
	$Cu(OH)_2$	$1,0 \cdot 10^{-19}$		$Ag_3PO_4$	$1,6 \cdot 10^{-19}$
	$Fe(OH)_3$	$1,1 \cdot 10^{-36}$		$Ba(IO_3)_2$	$6,5 \cdot 10^{-10}$
	$Mg(OH)_2$	$1,2 \cdot 10^{-11}$		$Ca_3(PO_4)_2$	$1,3 \cdot 10^{-32}$
	$Zn(OH)_2$	$4,5 \cdot 10^{-17}$			

Fuente: elaboración propia.

Tabla 7. 40. Potenciales de reducción.

Semirreacción de reducción	$\epsilon^\circ$ (V)
$\text{Li}^+ + \text{e}^- \rightarrow \text{Li}_{(s)}$	-3,0401
$\text{K}^+ + \text{e}^- \rightarrow \text{K}_{(s)}$	-2,931
$\text{Ca}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Ca}_{(s)}$	-2,868
$\text{Na}^+ + \text{e}^- \rightarrow \text{Na}_{(s)}$	-2,7144
$\text{Mg}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Mg}_{(s)}$	-2,3568
$\text{Al}^{3+} + 3\text{e}^- \rightarrow \text{Al}_{(s)}$	-1,676
$\text{Mn}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Mn}_{(s)}$	-1,185
$2\text{H}_2\text{O} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{H}_{2(g)} + 2\text{OH}^-$	-0,8277
$\text{Zn}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Zn}_{(s)}$	-0,7628
$\text{Cr}^{3+} + 3\text{e}^- \rightarrow \text{Cr}_{(s)}$	-0,74
$\text{Fe}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Fe}_{(s)}$	-0,440
$\text{Cr}^{3+} + \text{e}^- \rightarrow \text{Cr}^{2+}_{(s)}$	-0,42
$\text{Cd}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Cd}_{(s)}$	-0,40
$\text{Ni}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Ni}_{(s)}$	-0,236
$\text{Sn}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Sn}_{(s)}$	-0,13
$\text{Pb}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Pb}_{(s)}$	-0,1266
<b><math>2\text{H}^+ + 2\text{e}^- \rightarrow \text{H}_{2(g)}</math></b>	<b>0,0000</b>
$\text{Cu}^{2+} + \text{e}^- \rightarrow \text{Cu}^+$	+0,159
$\text{SO}_4^{2-} + 4\text{H}^+ + 2\text{e}^- \rightarrow \text{SO}_{2(g)} + 2\text{H}_2\text{O}$	+0,17
$\text{Cu}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Cu}_{(s)}$	+0,3394
$\text{O}_{2(g)} + 2\text{H}_2\text{O} + 4\text{e}^- \rightarrow 4\text{OH}^-$	+0,414
$\text{Cu}^+ + \text{e}^- \rightarrow \text{Cu}_{(s)}$	+0,5180
$\text{I}_{2(s)} + 2\text{e}^- \rightarrow 2\text{I}^-$	+0,535
$\text{MnO}_4^- + 2\text{H}_2\text{O} + 3\text{e}^- \rightarrow \text{MnO}_{2(s)} + 4\text{OH}^-$	+0,597
$\text{Fe}^{3+} + \text{e}^- \rightarrow \text{Fe}^{2+}$	+0,769
$\text{Ag}^+ + \text{e}^- \rightarrow \text{Ag}_{(s)}$	+0,7996
$\text{NO}_3^- + 4\text{H}^+ + 3\text{e}^- \rightarrow \text{NO}_{(g)} + 2\text{H}_2\text{O}$	+0,96
$\text{Br}_{2(l)} + 2\text{e}^- \rightarrow 2\text{Br}^-$	+1,066
$\text{Br}_{2(aq)} + 2\text{e}^- \rightarrow 2\text{Br}^-$	+1,0873
$2\text{IO}_3^- + 12\text{H}^+ + 10\text{e}^- \rightarrow \text{I}_{2(s)} + 6\text{H}_2\text{O}$	+1,2093
$\text{O}_{2(g)} + 4\text{H}^+ + 4\text{e}^- \rightarrow 2\text{H}_2\text{O}$	+1,2288
$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} + 14\text{H}^+ + 6\text{e}^- \rightarrow 2\text{Cr}^{3+} + 7\text{H}_2\text{O}$	+1,33
$\text{Cl}_{2(g)} + 2\text{e}^- \rightarrow 2\text{Cl}^-$	+1,3601
$\beta\text{-PbO}_{2(s)} + 4\text{H}^+ + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Pb}^{2+} + 2\text{H}_2\text{O}$	+1,458
$\alpha\text{-PbO}_{2(s)} + 4\text{H}^+ + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Pb}^{2+} + 2\text{H}_2\text{O}$	+1,468
$\text{ClO}^- + 2\text{H}^+ + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Cl}^- + \text{H}_2\text{O}$	+1,46
$\text{MnO}_4^- + 8\text{H}^+ + 5\text{e}^- \rightarrow \text{Mn}^{2+} + 4\text{H}_2\text{O}$	+1,5119
$\text{Au}^{3+} + 3\text{e}^- \rightarrow \text{Au}_{(s)}$	+1,52
$\text{H}_2\text{O}_{2(l)} + 2\text{H}^+ + 2\text{e}^- \rightarrow 2\text{H}_2\text{O}$	+1,78
$\text{Au}^+ + \text{e}^- \rightarrow \text{Au}_{(s)}$	+1,83
$\text{F}_{2(g)} + 2\text{e}^- \rightarrow 2\text{F}^-$	+2,890

Fuente: elaboración propia.

CAPÍTULO VII • Apéndices

Tabla 7. 41. Tabla periódica de los elementos.

		s										d						p					
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18				
		IA	IIA	IIIB	IVB	VB	VIB	VII B	VIII	VIII	VIII	IB	IIB	IIIA	IVA	VA	VI A	VII A	VIIIA				
1	<b>H</b> 1 Hidrógeno 1,00794	<p>Color del símbolo (30 °C):</p> <p><b>Sólidos</b> <b>Líquidos</b> <b>Gases</b> <b>Sintéticos</b></p> <p><b>N</b> 7 Nitrógeno 14,00674</p> <p>Símbolo Número atómico Nombre</p> <p>Masa atómica media. (Los valores entre paréntesis se refieren al isótopo más estable)</p>												<p>Color de fondo:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>Metales representativos</li> <li>No metales</li> <li>Semimetales</li> <li>Metales de transición</li> <li>Lantánidos</li> <li>Actínidos</li> <li>Gases nobles</li> </ul>						<b>He</b> 2 Helio 4,0026			
2	<b>Li</b> 3 Litio 6,939	<b>Be</b> 4 Berilio 9,01218	<b>B</b> 5 Boro 10,811	<b>C</b> 6 Carbono 12,01115	<b>N</b> 7 Nitrógeno 14,00674	<b>O</b> 8 Oxígeno 15,9994	<b>F</b> 9 Fluor 18,9984	<b>Ne</b> 10 Neón 20,1797															
3	<b>Na</b> 11 Sodio 22,9898	<b>Mg</b> 12 Magnesio 24,305	<b>Al</b> 13 Aluminio 26,9815	<b>Si</b> 14 Silicio 28,0855	<b>P</b> 15 Fósforo 30,9738	<b>S</b> 16 Azufre 32,066	<b>Cl</b> 17 Cloro 35,4527	<b>Ar</b> 18 Argón 39,948															
4	<b>K</b> 19 Potasio 39,0983	<b>Ca</b> 20 Calcio 40,078	<b>Sc</b> 21 Escandio 44,9559	<b>Ti</b> 22 Titanio 47,867	<b>V</b> 23 Vanadio 50,9415	<b>Cr</b> 24 Cromo 51,9961	<b>Mn</b> 25 Manganeso 54,9380	<b>Fe</b> 26 Hierro 55,8457	<b>Co</b> 27 Cobalto 58,9332	<b>Ni</b> 28 Níquel 58,6934	<b>Cu</b> 29 Cobre 63,546	<b>Zn</b> 30 Cinc 65,39	<b>Ga</b> 31 Gallo 69,723	<b>Ge</b> 32 Germanio 72,61	<b>As</b> 33 Arsénico 74,9216	<b>Se</b> 34 Selenio 78,96	<b>Br</b> 35 Bromo 79,904	<b>Kr</b> 36 Criptón 83,80					
5	<b>Rb</b> 37 Rubidio 85,4679	<b>Sr</b> 38 Estroncio 87,62	<b>Y</b> 39 Itrio 88,9058	<b>Zr</b> 40 Circonio 91,224	<b>Nb</b> 41 Niobio 92,9064	<b>Mo</b> 42 Molibdeno 95,94	<b>Tc</b> 43 Tecnecio 97,9072	<b>Ru</b> 44 Rutenio 101,07	<b>Rh</b> 45 Rodio 102,906	<b>Pd</b> 46 Paladio 106,42	<b>Ag</b> 47 Plata 107,868	<b>Cd</b> 48 Cadmio 112,411	<b>In</b> 49 Indio 114,818	<b>Sn</b> 50 Estaño 118,71	<b>Sb</b> 51 Antimonio 121,757	<b>Te</b> 52 Telurio 127,60	<b>I</b> 53 Yodo 126,905	<b>Xe</b> 54 Xenón 131,29					
6	<b>Cs</b> 55 Cesio 132,905	<b>Ba</b> 56 Bario 137,327	*	<b>Hf</b> 72 Hafnio 178,49	<b>Ta</b> 73 Tantalio 180,948	<b>W</b> 74 Volframio 183,84	<b>Re</b> 75 Renio 186,207	<b>Os</b> 76 Osmio 190,23	<b>Ir</b> 77 Iridio 192,217	<b>Pt</b> 78 Platino 195,078	<b>Au</b> 79 Oro 196,967	<b>Hg</b> 80 Mercurio 200,59	<b>Tl</b> 81 Talio 204,383	<b>Pb</b> 82 Plomo 207,19	<b>Bi</b> 83 Bismuto 208,980	<b>Po</b> 84 Polonio (209)	<b>At</b> 85 Astato (210)	<b>Rn</b> 86 Radón (222)					
7	<b>Fr</b> 87 Francio (223)	<b>Ra</b> 88 Radio (226)	**	<b>Rf</b> 104 Rutherfordio (261)	<b>Db</b> 105 Dubnio (262)	<b>Sg</b> 106 Seaborgio (266)	<b>Bh</b> 107 Bohrio (264)	<b>Hs</b> 108 Hassio (270)	<b>Mt</b> 109 Meitnerio (268)	<b>Ds</b> 110 Darmstadtio (281)	<b>Rg</b> 111 Roentgenio (272)	<b>Cn</b> 112 Copernicio (285)	<b>Uut</b> 113 Ununtrio (286)	<b>Fl</b> 114 Flerovio (289)	<b>Uup</b> 115 Ununpentio (288)	<b>Lv</b> 116 Livermorio (293)	<b>Uus</b> 117 Ununseptio (294)	<b>Uuo</b> 118 Ununoctio (294)					
		f																					
* Lantánidos		6	<b>La</b> 57 Lantano 138,906	<b>Ce</b> 58 Cerio 140,115	<b>Pr</b> 59 Praseodimio 140,908	<b>Nd</b> 60 Neodimio 144,24	<b>Pm</b> 61 Prometio (145)	<b>Sm</b> 62 Samario 150,36	<b>Eu</b> 63 Europio 151,965	<b>Gd</b> 64 Gadolinio 157,25	<b>Tb</b> 65 Terbio 158,925	<b>Dy</b> 66 Disprosio 162,5	<b>Ho</b> 67 Holmio 164,930	<b>Er</b> 68 Erbio 167,26	<b>Tm</b> 69 Tulio 168,934	<b>Yb</b> 70 Yterbio 173,04	<b>Lu</b> 71 Lutecio 174,967						
** Actínidos		7	<b>Ac</b> 89 Actinio (227)	<b>Th</b> 90 Torio 232,038	<b>Pa</b> 91 Protactinio (231)	<b>U</b> 92 Uranio 238,029	<b>Np</b> 93 Neptunio (237)	<b>Pu</b> 94 Plutonio (244)	<b>Am</b> 95 Americio (243)	<b>Cm</b> 96 Curio (247)	<b>Bk</b> 97 Berkelio (247)	<b>Cf</b> 98 Californio (251)	<b>Es</b> 99 Einsteinio (252)	<b>Fm</b> 100 Fermio (257)	<b>Md</b> 101 Mendelevio (258)	<b>No</b> 102 Nobelio (259)	<b>Lr</b> 103 Lawrencio (262)						

Fuente: Vaxa Software.



## ACERCA DE LOS AUTORES

### About the authors



**Dr. Jhon Jairo Rios Acevedo**

Químico egresado de la Universidad del Valle, Doctor en Química Analítica en la Universidad Complutense de Madrid con reconocimiento “CUM LAUDE” y un Diploma de Estudios Avanzados en Química Analítica obtenido en la Universidad Complutense de Madrid. Cuenta con una experiencia de más 15 años enfocados al desarrollo y validación de métodos analíticos en diferentes matrices, usando métodos de preparación de muestras basados en técnicas miniaturizadas, como la Extracción en Fase Sólida (SPE), la Microextracción en Fase Sólida (SPME) y la extracción en Disco Rotatorio (RDSE). Experto en el manejo de la Cromatografía Líquida (HPLC) y de Gases (GC) acoplado a Espectrometría de Masas (MS) con diferentes modos de ionización (Maldi-TOF, ESI, EI y CI) y detectores como ultravioleta (UV), diodo array (DAD), fluorescencia (FLD) para HPLC y ionización de llama (FID) y Captura de electrones (ECD) para CG.

Actualmente vinculado en la Universidad Santiago de Cali desde el año 2017 como docente en el Programa de Química de la Facultad de Ciencias Básicas.

© <https://orcid.org/0000-0001-9972-4591>



**MSc. Sandra Patricia Castro Narváz**

Magister en Ciencias- Química, con competencias para la investigación y desarrollo de nuevos productos y/o materiales, a partir de técnicas electroquímicas. Conocimiento y manejo de técnicas instrumentales especializada, con implementación de métodos de validación y seguimiento estadístico de resultados. Actuación investigativa en áreas de nuevos materiales, mejoramiento ambiental, electroanálisis, electrosíntesis, pertenece al Grupo de Investigación en Electroquímica y Medio Ambiente. Liderazgo en la administración de programas académicos y entornos relacionados con las ciencias básicas especialmente la química. Actualmente es docente asociada en la Universidad Santiago de Cali, con una trayectoria de 19 años en la institución.

© <https://orcid.org/0000-0002-2023-8935>

# **PARES EVALUADORES**

## Peer evaluators

### **Nelson Contreras Coronel**

Investigador Junior (IJ)

© <https://orcid.org/0000-0002-2264-8225>

Universidad Tecnológica de Pereira

### **Hoover Albeiro Valencia Sanchez**

Investigador Asociado (I)

© <https://orcid.org/0000-0001-9193-2089>

Universidad Tecnológica de Pereira

### **Ricardo Antonio Torres Palma**

Investigador Senior (IS)

© <https://orcid.org/0000-0003-4583-9849>

Universidad de Antioquia, Medellín.

### **Luis Alfredo González Monroy**

Investigador Junior (IJ)

© <https://orcid.org/0000-0001-7249-4677>

Universidad del Magdalena

### **Lucely Obando Cabezas**

Investigador Junior (IJ)

© <https://orcid.org/0000-0002-8770-2966>

Universidad Libre

### **Jorge Ladino Gaitán Bayona**

Investigador Junior (IJ)

© <https://orcid.org/0000-0001-9539-4660>

Universidad del Tolima

**Maury Almanza Iglesia**

Investigador Senior (IS)

© <https://orcid.org/0000-0002-3880-4683>

Universidad Simón Bolívar de Barranquilla

**Alejandro Alzate**

© <https://orcid.org/0000-0002-0832-0223>

Universidad Icesi y Universidad Católica

**Arsenio Hidalgo Troya**

Investigador Asociado (I)

© <https://orcid.org/0000-0002-6393-8085>

Universidad de Nariño

**Jean Jader Orejarena**

© <https://orcid.org/0000-0003-0401-3143>

Universidad Autónoma de de Puebla, México

**Mildred Alexandra Vianchá Pinzón**

Investigador Asociado (I)

© <https://orcid.org/0000-0001-9438-8955>

Corporación Universitaria Minuto de Dios

**Alexander Luna Nieto**

© <https://orcid.org/0000-0002-9297-8043>

Fundación Universitaria de Popayán

**David Leonardo Quitián Roldán**

Investigador Junior (IJ)

© <https://orcid.org/0000-0003-2099-886X>

Uniminuto, Villavicencio.

**Jairo Vladimir Llano Franco**

Investigador Senior (IS)

© <https://orcid.org/0000-0002-4018-5412>

Universidad Libre de Colombia Seccional Cali



**Distribución y Comercialización**

*Distribution and Marketing*  
Universidad Santiago de Cali  
Publicaciones / Editorial USC  
Bloque 7 - Piso 5  
Calle 5 No. 62 - 00  
Tel: (57+) (2+) 518 3000  
Ext. 323 - 324 - 414  
editor@usc.edu.co  
publica@usc.edu.co  
Cali, Valle del Cauca  
Colombia

**Diseño y diagramación**

*Design and layout by*  
Artes Gráficas del Valle S.A.S.

Este libro fue diagramado utilizando fuentes tipográficas Minion Pro en sus respectivas variaciones a 11 puntos en el contenido y a 12 puntos en títulos, para los capítulos Ubuntu a 18 puntos.

Se Terminó de imprimir en octubre, en los talleres de Artes Gráficas del Valle S.A.S.  
Cali - Colombia 2021.

Fue publicado por la Facultad de Ciencias Básicas de la Universidad Santiago de Cali.