

DETERMINACIÓN COMEJOMÉTRICA DE ALUMINIO Y MAGNESIO EN ANTIACIDOS

Carolina Flores Ávila y Norma Ruth López Santiago
Revisores

1. INTRODUCCIÓN

La complejometría es un método analítico de valoración, muy utilizado por su eficacia para conocer concentraciones de iones metálicos en disolución. Sus aplicaciones son muy variadas: desde el control de calidad, hasta el tratamiento de aguas residuales. Este método se basa en la formación de compuestos de coordinación de los cationes metálicos con una especie donadora de pares electrónicos.

2. REFLEXIONES PREVIAS (INVESTIGACIÓN PREVIA)

Revisa los siguientes conceptos:

1. Titulaciones:
 - a. Concepto de titulación y valoración.
 - b. Titulación complejométrica
 - c. Titulación directa
 - d. Titulación por retroceso
2. Normalización del EDTA
 - a. Patrón primario
 - b. Reacción que se efectúa
 - c. Cálculo de la alícuota de patrón primario a medir para gastar aproximadamente 20 mL de EDTA 0.01 mol/L
 - d. Indicador utilizado (color inicial y color al exceso de titulante)
3. ¿Por qué es necesario agregar una solución buffer? ¿Por qué se debe realizar la titulación a pH 10?
4. Normalización del ZnSO₄
 - a. Patrón secundario
 - b. Reacción que se efectúa
 - c. Indicador utilizado (color inicial y color al exceso de titulante)

- d. ¿Por qué es necesario agregar una solución buffer? ¿Por qué se debe realizar la titulación a pH 10?
5. Muestra problema
 - a. Reacciones que se efectúan
 - b. Cálculos del volumen de valorante a gastar
 - c. Indicador utilizado (color inicial y color al punto final de la titulación)
6. Estadística
 - a. Definición y forma de calcular el coeficiente de variación
 - b. ¿Qué información proporciona?
7. Realizar el diagrama simplificado de los experimentos (1 por cada parte experimental). Incluir las reacciones que se llevarán a cabo.

3. OBJETIVOS

1. Entender los factores que afectan en la formación de complejos.
2. Usar los equilibrios de complejación para la cuantificación de hierro.
3. Especificar entre hierro(II) y hierro(III).

4. PARTE EXPERIMENTAL

Equipos, materiales, reactivos y disoluciones

Revisar documento anexo correspondiente

Disoluciones a preparar

Preparación del patrón primario de CaCO_3

1. En un vaso de precipitados de 50 mL pesar 1g de CaCO_3 anhidro, registrar en la bitácora el peso exacto.
2. Agregar aproximadamente 20 mL de agua destilada y 2 gotas del ácido clorhídrico 6 mol/L, agitar hasta disolver por completo.
3. Transferir a un matraz volumétrico de 100 mL, enjuagar en dos ocasiones el vaso de precipitados con agua destilada y adicionarla al matraz. Llevar a la marca de aforo con agua destilada.

Preparación del amortiguador amonio/amoniaco $C_T = 6 \text{ mol/L}$ a pH 10

En un vaso de precipitados de 100 mL pesar 11 g de NH_4Cl , disolver en aproximadamente 50 mL de agua y transferir a un matraz volumétrico de 250 mL, enjuagar el vaso con agua destilada en dos ocasiones e incorporar las aguas de lavado al matraz, agregar lentamente 90 mL de amoniaco concentrado, homogeneizar y llevar a la marca de aforo con agua destilada.

Preparación y normalización de EDTA 0.01 mol/L

1. Pesar 3.8 g de la sal disódica del ácido etilendiaminotetraacético, disolver en agua y transferir a un matraz volumétrico de 1 L, llevar a la marca de aforo con agua destilada.
2. Transferir 4 mL de la disolución estándar de carbonato de calcio a un matraz Erlenmeyer
3. Agregar agua hasta un volumen de 50 mL, adicionar 2 mL de la solución amortiguadora pH 10 y una punta de espátula de indicador NET.
4. Titular con la disolución de EDTA hasta que el vire del indicador prevalezca durante al menos 30 segundos.
5. Hacer la titulación por triplicado

Normalización de la disolución de ZnSO₄ 0.01 mol/L

1. Transferir una alícuota de 20.0 mL de la disolución normalizada de EDTA 0.01 mol/L a un matraz Erlenmeyer,
2. Adicionar 2 mL de solución buffer amoniacal, una punta de espátula del indicador NET y agregar agua hasta llevar a un volumen de 50 mL.
3. Titular con la solución de ZnSO₄ 0.01 mol/L al vire del indicador.
4. Hacer la titulación por triplicado.

Determinación del contenido total de cationes metálicos

1. Pesar aproximadamente 0.3 g de muestra en un vaso de precipitados de 50 mL.
2. Agregar 15 gotas de HCl 6 mol/L, mezclar y esperar unos segundos hasta la disolución casi completa de la muestra (quedan partículas sin disolver, probablemente dimeticona).
3. Agregar 10 mL de agua a la muestra.
4. Transferir la muestra a un matraz Erlenmeyer de 250 mL, realizar enjuagues para asegurar que se transfiere toda la muestra.
5. Adicionar 50.0 mL de una disolución de EDTA 0.01 mol/L, normalizada.
6. Calentar la disolución de la muestra hasta observar vapores en las paredes del matraz.
7. Retirar del calentamiento y dejar enfriar la disolución a temperatura ambiente, puede ayudarse de un baño de hielo.
8. Una vez fría la disolución, agregar 2 mL de una disolución amortiguadora 6 mol/L de NH₄⁺/NH₃ a pH 10.
9. Adicionar una pequeña cantidad de negro de eriocromo T (una punta de espátula).
10. Valorar con la disolución de ZnSO₄ 0.01 mol/L, normalizada, hasta el vire del indicador indicador (1) (2).
11. Hacer por triplicado.

(1) Se consideran 20 segundos de duración del vire para anotar la lectura del volumen de titulante ya que es muy inestable.

(2) Cuidar que el agitador no esté caliente a la hora de titular.

Determinación del contenido de magnesio

1. Pesar aproximadamente 0.3 g de muestra en un vaso de precipitados de 50 mL.
2. Agregar 15 gotas de HCl 6 mol/L, mezclar y esperar unos segundos hasta la disolución casi completa de la muestra (quedan partículas sin disolver, probablemente dimeticona).
3. Agregar 10 mL de agua a la muestra.
4. Transferir la disolución a un matraz Erlenmeyer de 125 mL, realizar enjuagues para asegurar que se transfiera toda la muestra.
5. Agregar 3 mL de trietanolamina medidos con probeta, adicionar agua para ayudar a bajar el líquido pegado en las paredes.
6. Agregar 2 mL de una disolución amortiguadora 6 mol/L de $\text{NH}_4^+/\text{NH}_3$ a pH 10.
7. Adicionar una pequeña cantidad de negro de eriocromo T (una punta de espátula).
8. Valorar con la disolución de EDTA 0.01 mol/L, normalizada, hasta el vire del indicador.
9. Realizar el procedimiento por triplicado.

5. APOYO PARA EL MANEJO RESULTADOS Y LA DISCUSIÓN

Cálculos

1. Usando los volúmenes de punto final obtenidos en la etapa de Normalización calcular la concentración exacta de la disolución de EDTA.
2. Con volumen de punto final de la titulación de magnesio y la concentración exacta del EDTA calcular la concentración de magnesio en la muestra.
3. El volumen usado para determinar la concentración de metales totales y la concentración exacta del EDTA calcular la concentración de metales totales en la muestra.
4. La concentración de Aluminio presente en la muestra resultará de la resta de la concentración metales totales menos la concentración de magnesio.

Reflexiones propuestas

1. ¿Por qué fue necesario agregar ácido clorhídrico para preparar la disolución de carbonato de calcio?
2. ¿Cuál es el proceso que hace al negro de eriocromo T un adecuado indicador para la normalización del EDTA con CaCO_3 a pH 10?
3. ¿Por qué se agrega trietanolamina para determinar el contenido de magnesio en la muestra?

6. BIBLIOGRAFÍA

Recomendada para apoyo y consulta

[1] M. P. Cañizares. *Fundamentos de química analítica. Teoría y Ejercicios*. 2ª Edición. Facultad de Química, UNAM. México (2013).

[2] D. C. Harris. *Análisis Químico Cuantitativo*. 3ª ed. Reverté. México (2006) 260-278.

[3] F. Orozco. *Análisis Químico Cuantitativo*. 18ª ed. Porrúa. México (1978), 100-102, 294-296.

[4] American Public Health Association; American Water Works Association and Water Environment Federation. (1992). *Standard Methods for the examination of water and wastewater*. Washington, United States of America: American Public Health Association.

[5] Skoog, D. A., West, D. M., & Crouch, S. R. (2001). *Química Analítica*. México: Mc.Graw-Hill