



Guía de uso y acceso a material de apoyo para Analítica I

Elaborado: García González Jonathan Isaac – Ingeniero Químico – 319001471

Material realizado durante el Servicio Social para el proyecto de PAPIME
PE201324

Tutores responsables: Dra. Águeda Elena Ceniceros

Dr. Luis Gerardo Martínez Jardines

Objetivo del material: El siguiente material se desarrolló para el apoyo de los alumnos al momento de cursar Analítica I, donde se muestra una aplicación ambiental del tema de los equilibrios ácido-base, así como el uso de una hoja de cálculo para el apoyo de cálculos en normalizaciones y titulaciones por retroceso para la obtención de datos de interés.

Agradecimientos

A la responsable PAPIME Dra. María Teresa de Jesús Rodríguez Salazar
Y Laboratorio Geoquímica Ambiental Aplicada del Instituto de Geología de la
UNAM



Guía de uso de la hoja de cálculo.

El acceso al archivo y el video de guía se encontrara al final del documento.

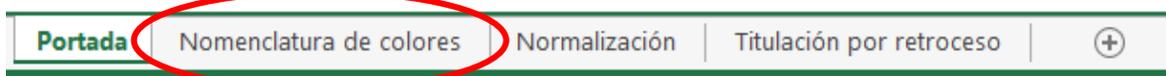
Se recomienda descargar el archivo para que funcione de la forma correcta, ya que en la versión en línea puede presentar alguna falla.

Al abrir el archivo encontraremos en la primera hoja una portada.



Imágen 1. Portada de la hoja de cálculo

Posteriormente cambiaremos a la segunda hoja dando clic en la hoja con el título Nomenclatura de colores.



Imágen 2. Cambio de hoja

Nomenclatura de colores.- Al ingresar a la hoja se nos presenta la siguiente nomenclatura de colores, que nos indica que datos tenemos que poner en las celdas o bien que información tendremos en dichas celdas.

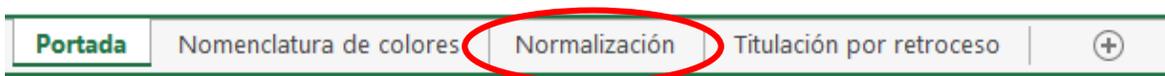


Nomenclatura de colores de celdas

Datos experimentales que debes registrar	En dichas celdas deberás hacer registro de los datos que obtendrás en el experimento, recuerda verificar las unidades
Datos que debes investigar para poder ocupar la hoja	En dichas celdas debes registrar datos que deberás investigar de forma previa al experimento y uso de esta hoja de cálculo
Cálculos o celdas con fórmulas necesarias	En dichas celdas se realizarán los cálculos requeridos o bien se ocupará alguna fórmula para la obtención de datos
Resultados	En dichas celdas se obtendrán los resultados obtenidos

Imágen 3. Nomenclatura de colores

Ahora cambiaremos a la siguiente hoja, donde podremos hacer los cálculos de normalización de las sustancias que ocuparemos en el experimento.



Imágen 4. Cambio de hoja

Al acceder a dicha hoja se nos pedirán varios datos, que deberemos registrar de forma previa al experimento y algunos obtenidos durante la fase experimental.

Normalización de disoluciones

Condiciones experimentales

Concentraciones teóricas			
HCl		M	
NaOH		M	

Reacción balanceada

a.1) Normalización de HCl

Patrón primario	MM	g/mol	
Indicador			
Ensayo	masa de PP	V gastado, mL	[HCl]
1			
2			
3			
Promedio			
CV%			
[HCl]			0.00

Reacción balanceada

a.2) Normalización de NaOH

Patrón primario	MM	g/mol	
Indicador:			
Ensayo	masa de PP	V gastado, mL	[NaOH]
1			
2			
3			
Promedio			
CV%			
[NaOH]			0.00

Recuerda antes de empezar, investigar los patrones primarios que ocuparas y que indicador es el más adecuado. Plantea cuales serán las reacciones y que estequiometría tienen.

Imágen 5. Presentación de la hoja de normalización.

De forma previa es necesario investigar que patrón primario se ocupara, la masa molar del mismo, así como que indicador es el adecuado para observar el punto de equivalencia.



Reacción balanceada			Reacción balanceada		
$\text{Na}_2\text{CO}_3 + 2 \text{HCl} \rightarrow 2 \text{NaCl} + \text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O}$			$\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4 + \text{NaOH} \rightarrow \text{KNaC}_8\text{H}_4\text{O}_4 + \text{H}_2\text{O}$		
a.1) Normalización de HCl			a.2) Normalización de NaOH		
Patrón primario	Na ₂ CO ₃		Patrón primario	BifK	
MM	105.99	g/mol	MM	204.22	g/mol
Indicador	Naranja de metilo		Indicador:	Fenolftaleína	

Imagen 6. Registro de datos previo al experimento.

Posteriormente haremos el registro de las concentraciones teóricas de nuestras sustancia, posteriormente se hará el registro de datos experimentales que serán el peso del patrón primario (PP) y el volumen gastado de nuestra sustancia para la normalización.

Ensayo	masa de PP	V gastado, mL
1	0.556	10.1
2	0.538	10
3	0.511	9.5

Registro de datos experimentales, para cada ensayo

Ensayo	masa de PP	V gastado, mL
1	0.2009	9.8
2	0.2048	10
3	0.2017	9.5

Imagen 7. Registro de datos experimentales.

Ahora realizaremos los cálculos necesarios para conocer la concentración de nuestra sustancia.

Para el cálculo de nuestra concentración ocuparemos el siguiente cálculo.

$$\frac{[(g \text{ de PP}) \left(\frac{\text{mol de PP}}{g \text{ de PP}}\right) \left(\frac{\text{mol de sustancia a normalizar}}{\text{mol de PP}}\right)]}{\text{El volumen gastado en L}} \rightarrow \text{Relación estequiometría.}$$

Ecuación 1. Cálculo de concentración

En la hoja de cálculo se pondrá de la siguiente forma.

$$=((C20/\$C\$17)*2)/((D20/1000))$$

Imagen 8. Ecuación 1 escrita en excel.

a.1) Normalización de HCl			
Patrón primario	Na ₂ CO ₃		
MM	105.99	g/mol	
Indicador	Naranja de metilo		
Ensayo	masa de PP	V gastado, mL	[HCl]
1	0.556	10.1	=(20/1000)
2	0.538	10	1.0152
3	0.511	9.5	1.0150

Imagen 9. Señalamiento de celdas ocupadas.



Posteriormente arrastraremos la formula a celdas de abajo y tendremos el cálculo de nuestras concentraciones.

El siguiente paso será obtener la concentración promedio, el coeficiente de variación y el resultado será igual al valor promedio, siempre y cuando nuestro porcentaje de variación sea igual o menor al 10% y buscando una preferencia a valores por debajo del 5%.

Promedio	1.0230	=PROMEDIO(E20:E22)
CV%	1.09%	=DESVEST.P(E20:E22)/E23
[HCl]	1.02	=E23

Imagen 10. Cálculos

Ahora haremos el último cambio de hoja, esto será a la hoja "Titulación por retroceso"

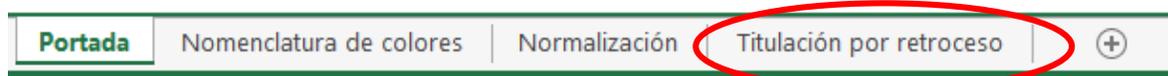


Imagen 11. Cambio de hoja.

En dicha hoja podremos calcular el porcentaje de CaCO₃ presente en la muestra como el PN que se describe en la NOM-141-SEMARNAT-2003, pueden consultar a dicha norma a través del siguiente enlace

<http://www.ordenjuridico.gob.mx/Federal/PE/APF/APC/SEMARNAT/Normas/Oficiales/NOM-141-SEMARNAT-2003.pdf>



Imagen 12. Presentación de la hoja titulación por retroceso.

En la primera parte, podremos hacer el registro del nombre de nuestra muestra, el tratamiento que paso, que cantidad en g estamos ocupando, así como el volumen adicionado de nuestra sustancia en exceso en este caso HCl, recuerda que debe estar en exceso para asegurarlo puedes realizar el cálculo buscando gastar un volumen determinado o bien como es este caso siguiendo las indicaciones de la norma.



Datos experimentales	
Muestra	LGA-1278-24
Tratamiento	
Cantidad a analizar (g)	2.00
V de HCl adicionado (mL)	6.50

Imágen 13. Registro de datos.

En la siguiente sección se hará la curva potenciométrica por retroceso donde se identificara el punto de equivalencia por medio de la primera y segunda derivada, primero se hará el registro del volumen adicionado como del cambio de pH.

V agregado de NaOH, mL	pH
0	2.04
0.2	2.06
0.4	2.09
0.5	2.1
0.7	2.11
0.9	2.13
1.1	2.14
1.3	2.15
1.5	2.15
1.7	2.16

Imágen 14. Ejemplo de llenado de datos.

Ahora aplicaremos los cálculos de la primera y segunda derivada, donde en la primera derivada veremos el cambio del pH respecto la adicción de nuestro titulante.

$$\frac{d(pH)}{d(V)} = \frac{(pH_2 - pH_1)}{(V_2 - V_1)}$$

Ecuación 2. Primera derivada.

Y la segunda.

$$\frac{d^2(pH)}{dV^2} = \frac{\left(\frac{d(pH)}{d(V)}_2 - \frac{d(pH)}{d(V)}_1\right)}{(V_2 - V_1)}$$

Ecuación 3. Segunda derivada.

En la hoja de cálculo se hará registrando las siguientes formulas y arrastrando hasta el último de nuestros datos, don esto buscamos en la primera derivada el máximo posible y en la segunda el cambio de nuestra pendiente, esto lo podremos realizar a través de fórmulas y por la visualización en gráficas.



V agregado de NaOH, mL	pH	$\frac{d(pH)}{d(V)}$	$\frac{d^2(pH)}{dV^2}$
0	2.04		
0.2	2.06	0.10	
0.4	2.09	0.15	0.25
0.5	2.1	0.10	-0.50
0.7	2.11	0.05	-0.25
0.9	2.13	0.10	0.25
1.1	2.14	0.05	-0.25
1.3	2.15	0.05	0.00
1.5	2.15	0.00	-0.25
1.7	2.16	0.05	0.25
1.8	2.18	0.20	1.50
2	2.19	0.05	-0.75
2.2	2.22	0.15	0.50
2.4	2.23	0.05	-0.50
2.6	2.25	0.10	0.25
2.8	2.26	0.05	-0.25

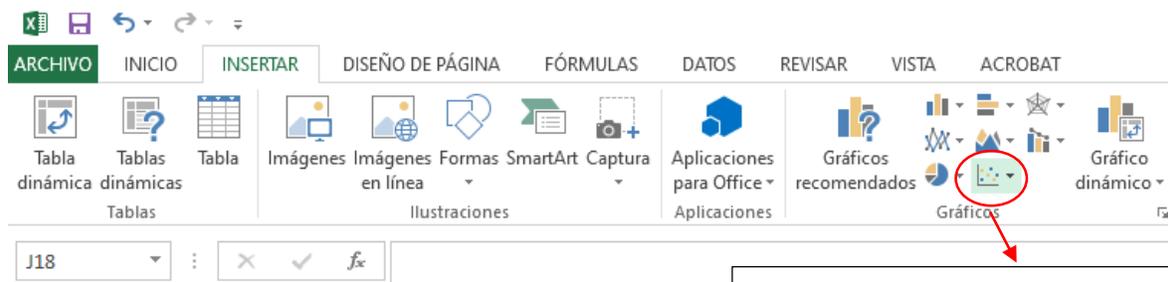
La fórmula que registramos para la primera derivada será la siguiente:
 $=((C16-C15)/(\$B16-\$B15))$

La fórmula que registramos para la segunda derivada será la siguiente:
 $=((D17-D16)/(\$B17-\$B16))$

Imagen 15. Cálculo de la primera y segunda derivada.

Con estos datos podremos hacer las siguientes gráficas, Gráfica 1 de Vol. Adicionado vs pH, Gráfica 2 de Vol. Adicionado vs primera derivada y Gráfica 3 de Vol. Adicionado vs segunda derivada.

Para insertar un gráfico iremos a la pestaña de insertar y seleccionaremos gráfico de dispersión.



Este es el símbolo del gráfico que necesitamos, más puede cambiar segundo la versión que se usa.

Imagen 16. Insertar gráfico.

Con esto tendremos un gráfico en blanco en el cual podremos ingresar los datos que necesitamos.



Guía de uso y acceso a Material de apoyo para Análítica I elaborado para el proyecto PAPIME PE201324



PAPIME-video - Excel (Error de activación de productos)

HERRAMIENTAS DE GRÁFICOS

ARCHIVO INICIO INSERTAR DISEÑO DE PÁGINA FÓRMULAS DATOS REVISAR VISTA ACROBAT DISEÑO FORMATO

Agregar elemento de gráfico Diseños de gráfico Diseño rápido Cambiar colores Estilos de diseño Cambiar entre filas y columnas Datos Seleccionar datos Cambiar tipo de gráfico Tipo Mover gráfico Ubicación

Gráfico 6

Muestra		LGA-1278-24	
Tratamiento			
Cantidad a analizar (g)	2.00		
V de HCl adicionado (mL)	6.50		
V agregado de NaOH, mL	pH	$\frac{d(pH)}{d(V)}$	$\frac{d^2(pH)}{dV^2}$
0	2.04	0.10	
0.2	2.06	0.15	0.25
0.4	2.09	0.15	0.25
0.5	2.1	0.10	-0.50
0.7	2.11	0.05	-0.25
0.9	2.13	0.10	0.25
1.1	2.14	0.05	-0.25
1.3	2.15	0.05	0.00
1.5	2.15	0.00	-0.25
1.7	2.16	0.05	0.25
1.8	2.18	0.20	1.50
2	2.19	0.05	-0.75
2.2	2.22	0.15	0.50
2.4	2.23	0.05	-0.50
2.6	2.25	0.10	0.25
2.8	2.26	0.05	-0.25
3	2.28	0.10	0.25
3.2	2.3	0.10	0.00
3.5	2.34	0.15	0.11

Titulación por retroceso

Datos experimentales

Curva potenciométrica por retroceso

Genera las siguientes gráficas que nos ayudaran a determinar el punto de equivalencia del HCl con el NaOH

- Gráfica 1 de Vol. Adicionado vs pH
- Gráfica 2 de Vol. Adicionado vs primera derivada
- Gráfica 3 de Vol. Adicionado vs segunda derivada

Gráfica 1

pH

Vol. adicionado en mL

Imágen 17. Selección de datos

Dando clic sobre el grafico en blanco se nos desplegaran dos pestañas de **Herramientas de gráficos**, la que nos interesa es la nombrada **diseño**, donde ubicaremos el icono de **Seleccionar datos**, al darle clic se nos desplegara el siguiente menú.

Seleccionar origen de datos

Rango de datos del gráfico:

Cambiar fila/columna

Entradas de leyenda (Series)

Agregar Modificar Quitar

Etiquetas del eje horizontal (categoría)

Editar

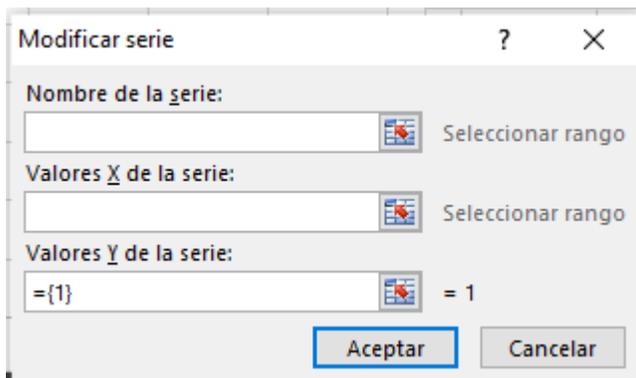
Celdas ocultas y vacías

Aceptar Cancelar

Imágen 18. Selección de datos



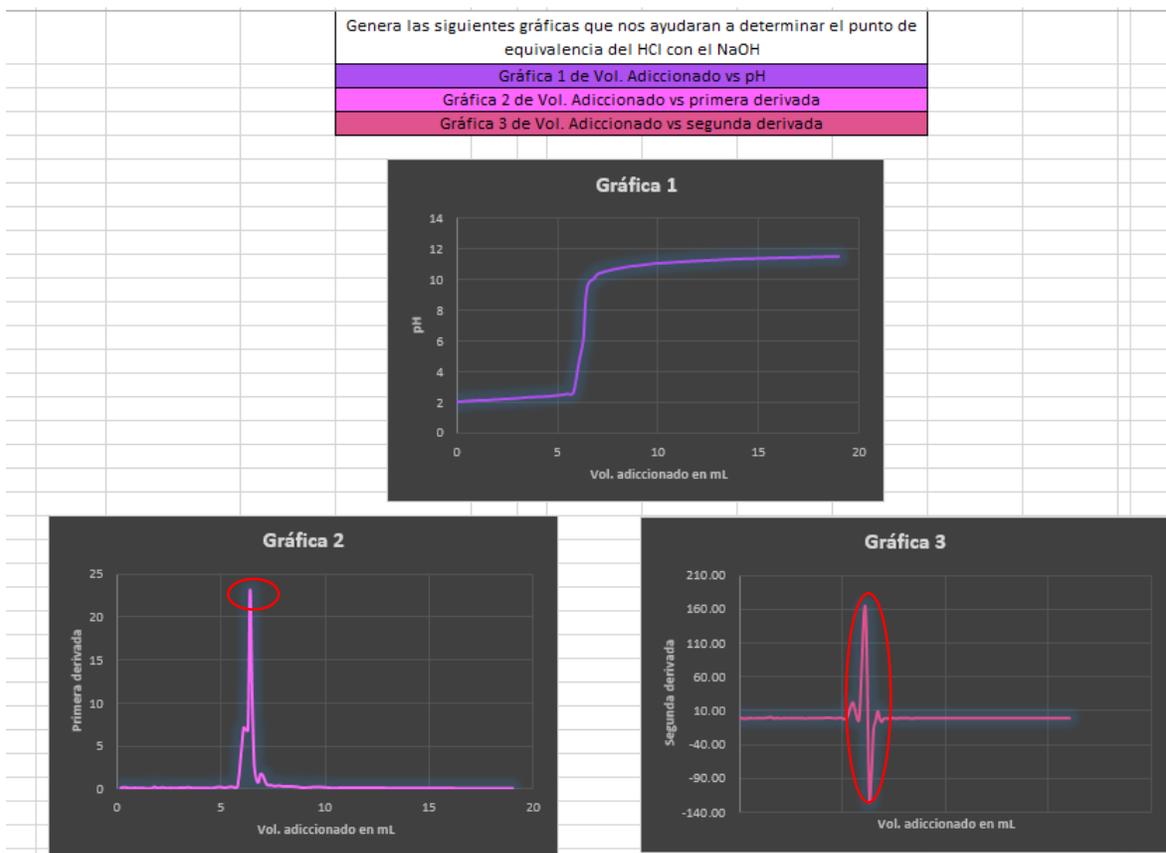
En diseña ventana daremos clic sobre **Agregar** para poder seleccionar los datos de interés.



En el primer recuerdo pondremos el nombre del gráfico, en el segundo los valores de x, en el caso de los tres gráficos que haremos son los datos de volumen, en el tercero van los valores de y, para el primer grafico son los valores de pH, mientras que para los siguientes son los datos de la primera y segunda derivada según corresponda.

Imágen 19. Selección de datos para los gráficos.

Esto se repetirá para cada gráfico para obtener el punto de equivalencia, teniendo al final los siguientes gráficos. Recuerda agregar títulos a los ejes y las unidades en caso de ser necesario.



Imágen 20. Gráficos.

Con ayuda de las gráficas podemos sacar el punto de equivalencia, siendo de la primera donde este el valor **máximo** de la primera derivada y en la segunda donde se presenta el **cambio en la pendiente**. Para facilitarlo ocuparemos la siguiente función y verificaremos con la gráfica.



Punto de equivalencia		
Primera derivada	23.20	
Vol. Equivalencia	6.4	mL

Pondremos la siguiente función seleccionando los datos de la columna de la primera derivada
 =MAX(D16:D68)

Imágen 21. Datos de equivalencia

Con esto tendremos el volumen de equivalencia y podremos pasar a los cálculos, donde lo primero será poner los datos de las concentraciones de nuestras sustancias, así como el peso molecular de nuestra sustancia a determinar, en este ejemplo es el CaCO₃.

Información		
Normalización		
HCl	1.022983166	M
NaOH	0.101543399	M
CaCO ₃	100.09	g/mol

Imágen 22. Datos de concentraciones.

Ahora pasaremos a realizar los cálculos necesarios para obtener el porcentaje de CaCO₃ en la muestra y finalmente el PN de nuestra muestra según la NOM-141-SEMANART-2003.

Cálculos		
Cálculos		
moles iniciales H ⁺		moles
moles en exceso H ⁺		moles
moles que reaccionaron con CaCO ₃		moles
moles de CaCO ₃		moles
%CaCO ₃		
PN		kg CaCO ₃ /ton jal

1. Determine la cantidad mol iniciales de ácido clorhídrico
2. Determine la cantidad mol final de ácido clorhídrico
3. Determine la cantidad mol de ácido clorhídrico que reaccionó con el CaCO₃ de la muestra analizada
4. Determine los moles de CaCO₃
5. Determine el % de CaCO₃ en a muestra analizada

Imágen 23. Cálculos necesarios.

La fórmula que se ocupa para el cálculo del PN está en la NOM y es la siguiente.

$$PN = \frac{(V_f \text{ en mL de HCl}) - (0.1 \times \text{vol en mL de NaOH})}{\text{peso de la muestra (g)}} \times 50$$

Ecuación 3. Cálculo de PN en kg de CaCO₃/ton jal



Links de acceso.

- Carpeta de archivos:
https://drive.google.com/drive/folders/1EmJXq127FBfAM8_jdTGIMB5mvcY0B562?usp=sharing

En esta carpeta encontraras los vídeos de la presentación sobre equilibrios ácido-base, el vídeo guía de la hoja de cálculo, en la carpeta nombrada videos y en la carpeta nombrada documentos estarán este documento, la presentación y la hoja de cálculo.

Muchas gracias por ocupar este material y espero te ayude a comprender de mejor manera el tema de equilibrios acido-base.