

	Anexo Lab-3A, Facultad de Química, UNAM	PNT-16-6098/4
	RECUPERACIÓN Y PURIFICACIÓN DE YODURO DE POTASIO A PARTIR DE RESIDUOS DE TITULACIONES YODIMÉTRICAS	Fecha: 06/12/24 Revisión: 11/12/24 Página 1 de 29

Procedimiento Normalizado de Trabajo

Clave TR-REC-01-04

RECUPERACIÓN Y PURIFICACIÓN DE YODURO DE POTASIO A PARTIR DE RESIDUOS DE TITULACIONES YODIMÉTRICAS

Elaboró	Joselyn Gutiérrez Avilés
Revisó	Silvia Citlalli Gama González
Aprobó	

	Anexo Lab-3A, Facultad de Química, UNAM	PNT-16-6098/4
	RECUPERACIÓN Y PURIFICACIÓN DE YODURO DE POTASIO A PARTIR DE RESIDUOS DE TITULACIONES YODIMÉTRICAS	Fecha: 06/12/24 Revisión: 11/12/24 Página 2 de 29

Agradecimientos

Agradezco profundamente a la Dirección General de Asuntos del Personal Académico (DGAPA) de la UNAM por el apoyo otorgado a través del proyecto PE201324 “Apoyo a la titulación y formación terminal desde la investigación formativa y docencia en química analítica” por permitirme realizar este proyecto. El apoyo financiero ayudó a poder dedicarle más tiempo al trabajo experimental y, además, a no descuidar mis estudios de licenciatura durante el semestre en curso.

	Anexo Lab-3A, Facultad de Química, UNAM	PNT-16-6098/4
	RECUPERACIÓN Y PURIFICACIÓN DE YODURO DE POTASIO A PARTIR DE RESIDUOS DE TITULACIONES YODIMÉTRICAS	Fecha: 06/12/24 Revisión: 11/12/24 Página 3 de 29

Contenido

1. Objetivo	4
2. Alcance	4
3. Materiales y equipos	4
4. Reactivos	5
5. Medidas de seguridad	5
5.1 Condiciones y precauciones de operación	5
5.2 Condiciones y precauciones ambientales	6
6. Interferencias	7
7. Recomendaciones	7
8. Recolección y almacenamiento de residuos de las prácticas de laboratorio	8
9. Preparación de disoluciones	9
9.1. Disolución saturada de cal, pH 12.5	9
9.2. Disolución de cal, pH 10	9
9.3. Disolución de KOH, 2 mol/L	10
9.4. Disolución auxiliar de KIO₃, 0.005 mol/L	10
10. Procedimiento de recuperación de yoduro	11
11. Pruebas cualitativas	18
11.1 Prueba cualitativa para sólidos	18
11.2 Prueba cualitativa para cristales	20
11.3 Prueba cualitativa para líquidos	21
12. Formación y purificación del yoduro de potasio	22
13. Modificaciones efectuadas respecto al Protocolo Normalizado de Trabajo anterior (PNT-16-6098/3)	25
ANEXO I. Diagrama de decisiones. Recuperación de yoduro, parte 1	27
ANEXO II. Diagrama de flujo. Recuperación de yoduro, parte 2	28
ANEXO III. Diagrama de decisiones. Formación de cristales	29

	Anexo Lab-3A, Facultad de Química, UNAM	PNT-16-6098/4
	RECUPERACIÓN Y PURIFICACIÓN DE YODURO DE POTASIO A PARTIR DE RESIDUOS DE TITULACIONES YODIMÉTRICAS	Fecha: 06/12/24 Revisión: 11/12/24 Página 4 de 29

1. Objetivo

Recuperar y purificar el reactivo yoduro de potasio a partir de los residuos, de las titulaciones yodométricas y yodimétricas, generados en las prácticas de Química Analítica I y Analítica Experimental III.

2. Alcance

Aplicable para el tratamiento, con fines de recuperación de KI, en residuos de titulaciones yodométricas y yodimétricas en ausencia de arsénico en medio neutro o moderadamente ácido y en presencia de compuestos de azufre producto de la descomposición del tiosulfato.

3. Materiales y equipos

- Agitadores de vidrio
- Agitadores magnéticos
- Aros metálicos
- Balanza analítica
- Balanza granataria
- Büchner de máxima capacidad
- Crisol o mortero
- Desecador
- Embudos de vidrio
- Espátulas
- Goteros o pipetas Pasteur
- Matraz Kitasato de máxima capacidad
- Papel filtro de filtración lenta o rápida
- Parrillas de agitación con calentamiento
- Soportes universales
- Vasos de precipitado de máxima capacidad
- Vasos de precipitado de diferentes capacidades
- Vidrio de reloj

	Anexo Lab-3A, Facultad de Química, UNAM	PNT-16-6098/4
	RECUPERACIÓN Y PURIFICACIÓN DE YODURO DE POTASIO A PARTIR DE RESIDUOS DE TITULACIONES YODIMÉTRICAS	Fecha: 06/12/24 Revisión: 11/12/24 Página 5 de 29

4. Reactivos

- Bisulfito de sodio (NaHSO_3)
Pureza: $\geq 58.5\%$
PM: 104.06 g/mol
- Cal
Producto comercial
Mezcla de compuestos de calcio, principalmente carbonato y óxido de calcio
- Hidróxido de potasio (KOH)
Pureza: 90.0%
PM: 56.11 g/mol
- Yodato de potasio (KIO_3)
Pureza: $\geq 98\%$
PM: 214.00 g/mol
- Ácido sulfúrico (H_2SO_4)
Pureza: 95-98%
PM: 98.08 g/mol
- Agua destilada

5. Medidas de seguridad

5.1 Condiciones y precauciones de operación

- Trabajar siempre en el laboratorio con bata de algodón, lentes de seguridad y guantes.
- Mantener limpia el área de trabajo: Las mesas de trabajo deben estar libres para un mejor manejo de los materiales y el equipo.
- Prohibido comer, beber y/o fumar en la zona de trabajo.
- Lavar y secar perfectamente el material de laboratorio previo a su uso.

	Anexo Lab-3A, Facultad de Química, UNAM	PNT-16-6098/4
	RECUPERACIÓN Y PURIFICACIÓN DE YODURO DE POTASIO A PARTIR DE RESIDUOS DE TITULACIONES YODIMÉTRICAS	Fecha: 06/12/24 Revisión: 11/12/24 Página 6 de 29

- Todos los residuos sólidos y papel filtro utilizados deben colectarse en bolsas de capacidad máxima de 2 Kg, correctamente identificadas, sin contener derrame de líquido, por lo que de ser necesario deberán secarse adecuadamente.
- El cambio súbito de pH al añadir el óxido de calcio, al inicio del tratamiento de residuos, promueve efervescencia violenta.
- Al añadir bisulfito de sodio a la disolución puede desprender olores fétidos, siendo necesario revisar en este paso que el pH nunca sea menor a 8, esto también para evitar la sublimación de yodo.
- Se recomienda estudiar las advertencias de protección personal de las hojas de seguridad de los reactivos.

5.2 Condiciones y precauciones ambientales

- No desechar en la tarja ningún residuo generado durante el proceso.
- Todo aquel proceso que requiera de evaporación debe realizarse en una campana de extracción de vapores encendida.
- En caso de derrames, se puede utilizar polvo para derrames de yodo o cal seca y coleccionar en bolsas correctamente identificadas.
- Se recomienda estudiar las advertencias de protección ambiental de las hojas de seguridad de los reactivos.

	Anexo Lab-3A, Facultad de Química, UNAM	PNT-16-6098/4
	RECUPERACIÓN Y PURIFICACIÓN DE YODURO DE POTASIO A PARTIR DE RESIDUOS DE TITULACIONES YODIMÉTRICAS	Fecha: 06/12/24 Revisión: 11/12/24 Página 7 de 29

6. Interferencias

Los residuos concentrados contienen almidón diluido. Además de tiosulfato de sodio y ácido sulfúrico, por lo que durante su tratamiento puede generarse desprendimiento de dióxido de carbono y azufre.

La formación de cristales azufrados es simultánea con la precipitación de cristales de yoduro. Si no se separan los cristales de la disolución en tratamiento, la disolución con yodo puede adsorberse en los cristales, lo que dificulta el desecho de los precipitados que no son de interés.

7. Recomendaciones

- 1) La disolución saturada de cal se puede utilizar para preparar 3 o 4 L de disolución de cal, pH 10. El resto de la disolución saturada se puede utilizar para la alcalinización de los residuos iniciales, teniendo cuidado de no trasvasar mucho precipitado en el proceso de decantación. Dicho precipitado se puede reutilizar una o dos veces más para volver preparar la disolución saturada de cal, procurando que el pH siga siendo de 12.5
- 2) Para la preparación de la disolución de KOH es necesario emplear material de vidrio debido a la reacción exotérmica de la potasa en contacto con el agua. Preparar en la campana de extracción encendida. Transvasar a un frasco de plástico de alta densidad en caso de no usarse inmediatamente debido a que las disoluciones alcalinas atacan el vidrio.
- 3) Verificar que el pH de la mezcla inicial sea mayor a 8 antes de empezar el proceso de evaporación. De lo contrario, separar la mezcla en dos vasos y añadir en ambos vasos más disolución saturada de cal hasta alcanzar como mínimo el pH indicado o de preferencia llegar a un pH de 12.
- 4) No agregar directamente la cal en grandes cantidades, el exceso de precipitado evita la evaporación eficiente y también provoca ebullición violenta. Siempre es mejor decantar y usar agitación con barra magnética durante la evaporación.
- 5) No exceder los 300 °C.
- 6) Trabajar dentro de una campana de extracción encendida al momento de mezclar el bisulfito de sodio a la disolución en tratamiento.

	Anexo Lab-3A, Facultad de Química, UNAM	PNT-16-6098/4
	RECUPERACIÓN Y PURIFICACIÓN DE YODURO DE POTASIO A PARTIR DE RESIDUOS DE TITULACIONES YODIMÉTRICAS	Fecha: 06/12/24 Revisión: 11/12/24 Página 8 de 29

- 7) Utilizar directamente el reactivo bisulfito de sodio. El compuesto en disolución tiende a descomponerse a temperatura ambiente y se debe refrigerar si es necesario almacenarla.
- 8) Si el pH de la disolución a la que se le agregó bisulfito de sodio es menor a 8 o su coloración es verdosa. Dividir los residuos en dos vasos de precipitado, agregar disolución saturada de cal hasta que se alcance el pH indicado anteriormente.
- 9) No dejar ninguna disolución en tratamiento más de 1 mes en el mismo vaso de precipitado. El pH alcalino, el constante calentamiento a altas temperaturas y la formación de cristales, puede provocar la fractura del contenedor.
- 10) Al finalizar la filtración se debe liberar el yoduro remanente en el papel filtro, depositando 25 mL de la disolución de cal en el mismo sistema de filtración acoplado, para evitar la pérdida del reactivo.

8. Recolección y almacenamiento de residuos de las prácticas de laboratorio

Los residuos se colectan en garrafas de plástico de máxima capacidad, debidamente etiquetadas.

	Anexo Lab-3A, Facultad de Química, UNAM	PNT-16-6098/4
	RECUPERACIÓN Y PURIFICACIÓN DE YODURO DE POTASIO A PARTIR DE RESIDUOS DE TITULACIONES YODIMÉTRICAS	Fecha: 06/12/24 Revisión: 11/12/24 Página 9 de 29

9. Preparación de disoluciones

9.1. Disolución saturada de cal, pH 12.5

Pesar 5 gramos de cal seca y agregar agua destilada hasta llevar la disolución a un volumen de 500 mL, agitar vigorosamente para disolver posibles grumos, no es necesario filtrar. Almacenar en un envase de plástico grueso. (Fig. 1)

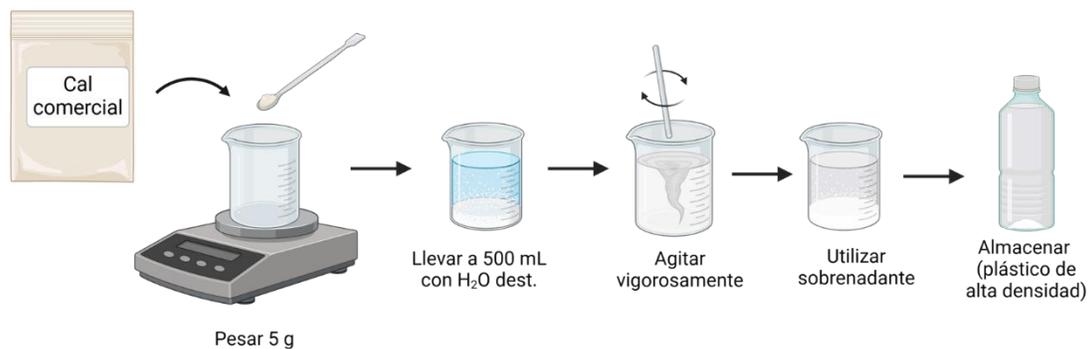


Figura 1. Preparación de la disolución saturada de cal. Creado en BioRender.

9.2. Disolución de cal, pH 10

Tomar 65 mL del sobrenadante de la disolución saturada de cal, llevar a un volumen de 1 L con agua destilada y homogeneizar. No es necesario filtrar. Almacenar en un envase de plástico grueso. (Fig. 2)

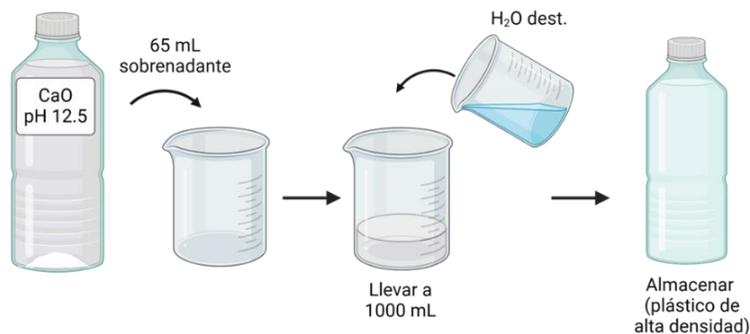


Figura 2. Preparación de la disolución de cal, pH 10. Creado en BioRender.

	Anexo Lab-3A, Facultad de Química, UNAM	PNT-16-6098/4
	RECUPERACIÓN Y PURIFICACIÓN DE YODURO DE POTASIO A PARTIR DE RESIDUOS DE TITULACIONES YODIMÉTRICAS	Fecha: 06/12/24 Revisión: 11/12/24 Página 10 de 29

9.3. Disolución de KOH, 2 mol/L

Colocar una cama de agua destilada en un vaso de precipitados de 500 mL. Pesar 50 g de hidróxido de potasio y agregar poco a poco en el vaso hasta completa disolución. Añadir agua destilada hasta completar 500 mL de disolución, con agitación constante con agitador de vidrio. La reacción es exotérmica y se debe preparar la disolución en la campana de extracción. Almacenar en un envase de plástico alta densidad (Fig. 3).

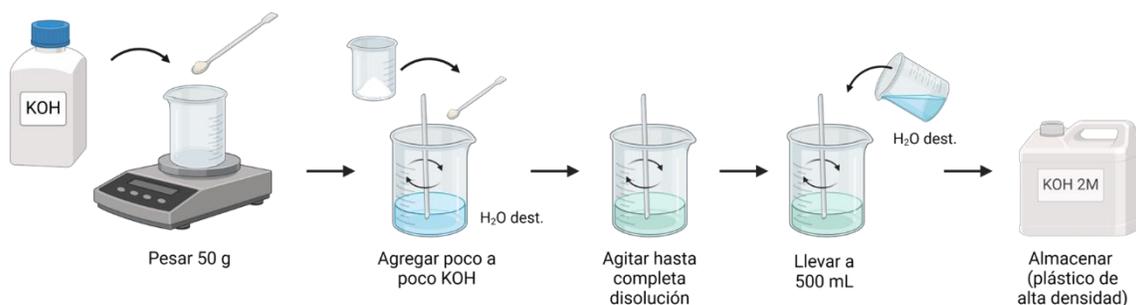


Figura 3. Preparación de la disolución de KOH, 2 mol/L. Creado en BioRender.

9.4. Disolución auxiliar de KIO₃, 0.005 mol/L

Pesar 0.107 gramos de KIO₃ y disolver en 100 mL de disolución de H₂SO₄ 4 M y agitarlo continuamente con un agitador de vidrio. Almacenar en un envase de vidrio limpio y seco (Fig. 4).

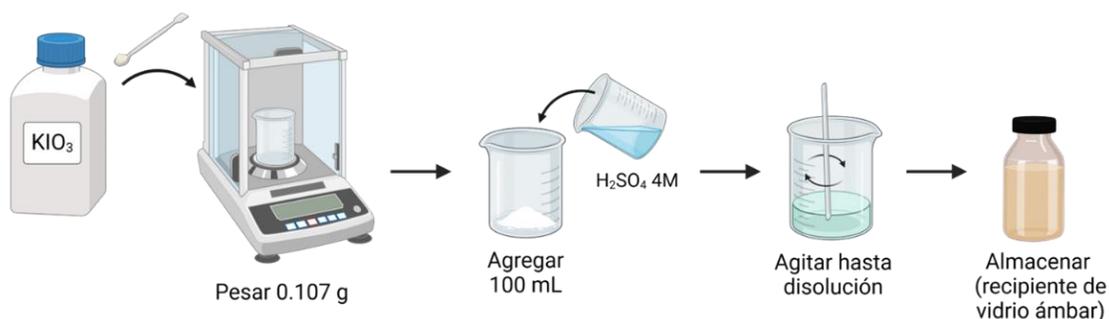


Figura 4. Preparación de la disolución auxiliar de KIO₃, 0.005 mol/L. Creado en BioRender.

	Anexo Lab-3A, Facultad de Química, UNAM	PNT-16-6098/4
	RECUPERACIÓN Y PURIFICACIÓN DE YODURO DE POTASIO A PARTIR DE RESIDUOS DE TITULACIONES YODIMÉTRICAS	Fecha: 06/12/24 Revisión: 11/12/24 Página 11 de 29

10. Procedimiento de recuperación de yoduro

1. En un vaso de precipitados de máxima capacidad, agregar residuos sin tratar. Añadir, lentamente y con agitación constante, 200 mL del sobrenadante de la disolución saturada de cal por cada 1.8 litros de residuos sin tratar. (Fig. 5)
2. Medir el pH, usando tiras reactivas (Fig. 5), y proceder según lo indicado en la sección [7. Recomendaciones](#), inciso 3.
3. Dentro de la campana de extracción, evaporar la mezcla hasta cerca de la mitad del volumen inicial (Fig. 5).
4. Completar el volumen del vaso con residuos sin tratar, y añadir disolución de cal saturada en proporción (Fig. 5).

Ejemplo: Si el vaso de precipitados es de 2 L, añadir aproximadamente 1.8 L de residuos sin tratar y agregar lentamente 200 mL de disolución saturada de cal. Dejar evaporar 1 L de la mezcla y posteriormente agregar 900 mL de residuos sin tratar y 100 mL de disolución saturada de cal (Fig. 5).

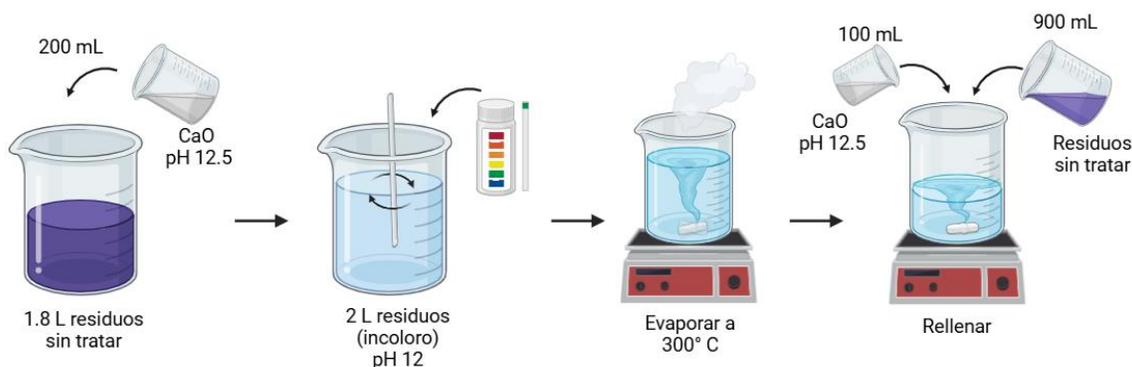


Figura 5. Procedimiento de recuperación de yoduro (pasos 1 a 4). Creado en BioRender.

5. Repetir los pasos 1 a 4, de manera tal que, al evaporar el exceso de agua, se concentra la disolución en tratamiento y se acumula un precipitado blanco-gris de aspecto lodoso con textura espesa y grumosa. (Fig. 6)
6. Separar este precipitado de la disolución porque obstruye la evaporación de los residuos acuosos. Verter los sólidos en un vaso de precipitado de 1 L (Fig. 6).

	Anexo Lab-3A, Facultad de Química, UNAM	PNT-16-6098/4
	RECUPERACIÓN Y PURIFICACIÓN DE YODURO DE POTASIO A PARTIR DE RESIDUOS DE TITULACIONES YODIMÉTRICAS	Fecha: 06/12/24 Revisión: 11/12/24 Página 12 de 29

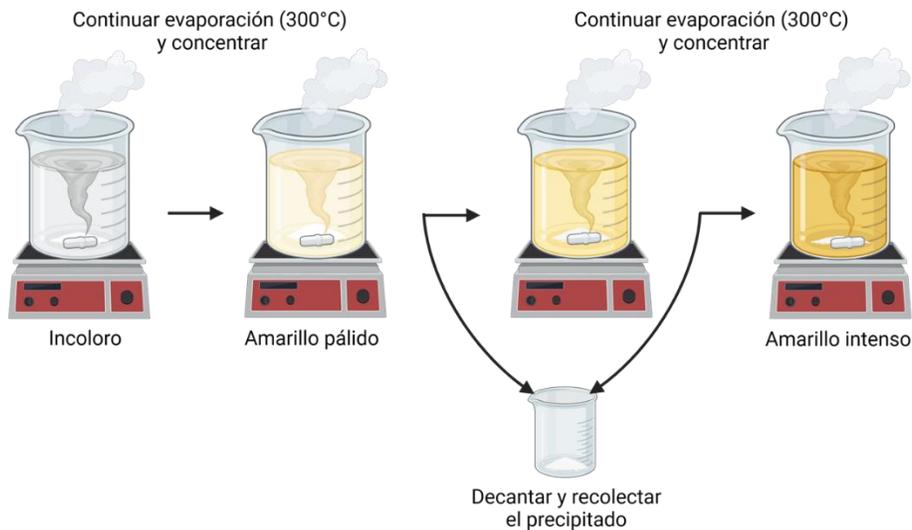


Figura 6. Procedimiento de recuperación de yoduro (pasos 5 y 6). Creado en BioRender.

7. Para detener el proceso de evaporación se debe cumplir con alguna de las siguientes condiciones (Fig. 7):
 - a) La disolución en tratamiento se observa amarillo ámbar o anaranjado/marrón.
 - b) Se han juntado 150 mL de sólidos hidratados. Esta cantidad se junta al tratar aproximadamente 10 a 15 L de residuos sin tratar.



Figura 7. Procedimiento de recuperación de yoduro (paso 7). Creado en BioRender.

8. Añadir, a los sólidos generados, 30 mL de solución saturada de cal y agregar agua destilada hasta alcanzar un volumen 300 mL de la mezcla. (Fig. 8).
9. Adicionar poco a poco bisulfito de sodio, usando como medida la capacidad de la cuchara de la espátula, manteniendo la mezcla en agitación constante, hasta

	Anexo Lab-3A, Facultad de Química, UNAM	PNT-16-6098/4
	RECUPERACIÓN Y PURIFICACIÓN DE YODURO DE POTASIO A PARTIR DE RESIDUOS DE TITULACIONES YODIMÉTRICAS	Fecha: 06/12/24 Revisión: 11/12/24 Página 13 de 29

llegar a un pH mínimo de 8 (Fig. 8). Leer la sección [7. Recomendaciones](#), incisos 6 a 8, antes de iniciar con este paso.

10. Dejar reposar por 24 horas, para extraer de manera efectiva el yoduro. Esta mezcla se separa por decantación y filtración rápida (Fig. 8).

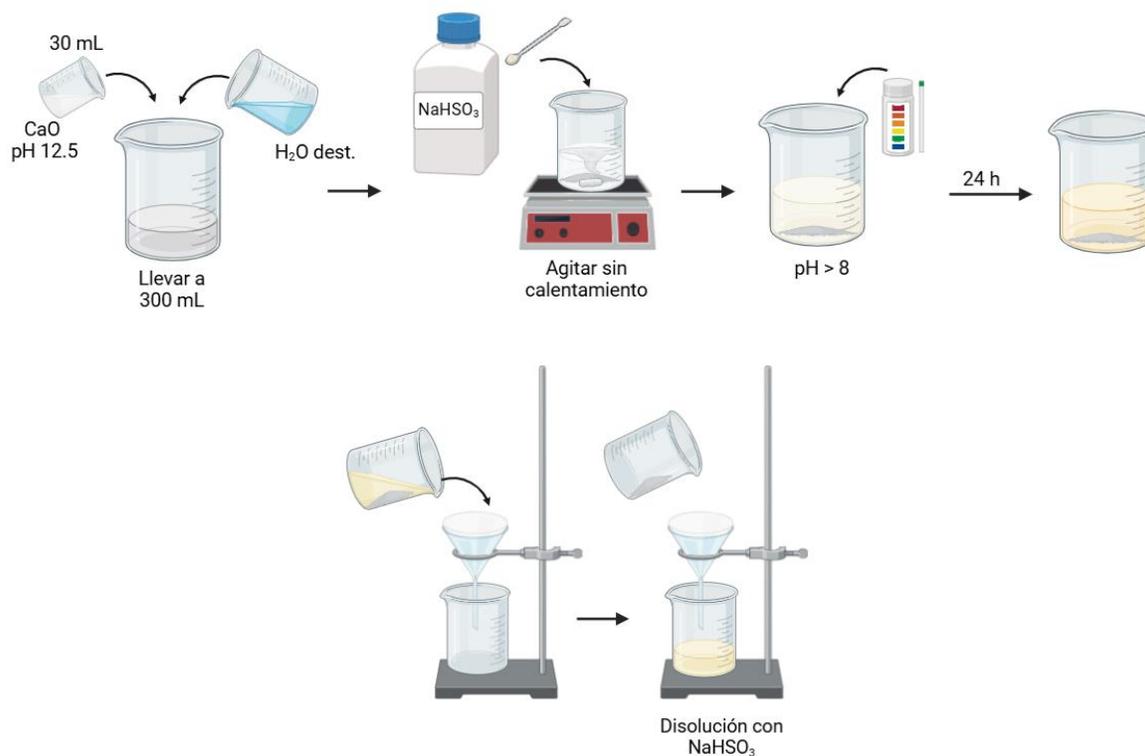


Figura 8. Procedimiento de recuperación de yoduro (pasos 8 a 10). Creado en BioRender.

11. Lavar dos veces el sólido con 100 mL de disolución de cal, pH 10. Decantar la mezcla después de cada lavado, utilizando también un sistema de filtrado para evitar la presencia de sólido en la fase líquida (Fig. 9).

12. Después de los dos lavados, filtrar el sólido en porciones de 30 a 50 mL por embudo, y se deja secar a temperatura ambiente. Posteriormente se le realiza el procedimiento de la sección [11.1 Prueba cualitativa para sólidos](#) (Fig. 9)

	Anexo Lab-3A, Facultad de Química, UNAM	PNT-16-6098/4
	RECUPERACIÓN Y PURIFICACIÓN DE YODURO DE POTASIO A PARTIR DE RESIDUOS DE TITULACIONES YODIMÉTRICAS	Fecha: 06/12/24 Revisión: 11/12/24 Página 14 de 29

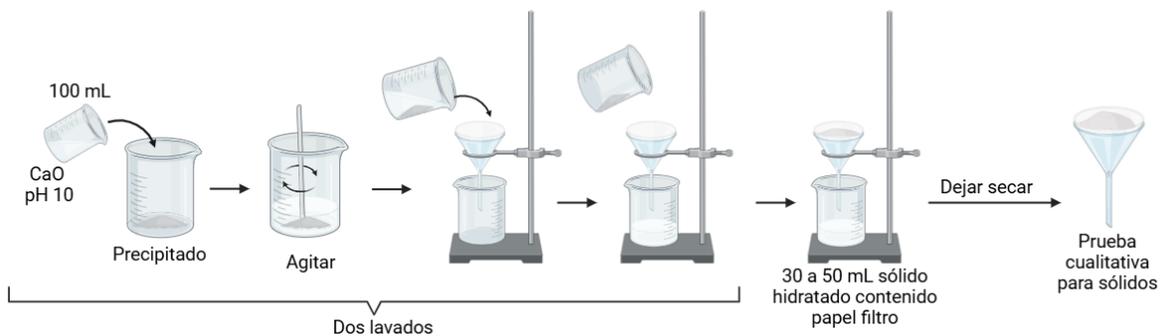


Figura 9. Procedimiento de recuperación de yoduro (pasos 11 y 12). Creado en BioRender.

13. Devolver a la disolución de recuperación en tratamiento el líquido filtrado (el de los lavados del precipitado y el que contiene NaHSO_3). Homogeneizar y dejar en reposo durante 12 horas (Fig. 10).

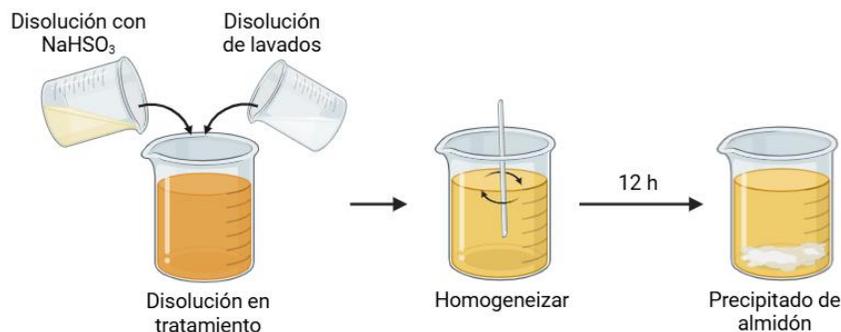


Figura 10. Procedimiento de recuperación de yoduro (paso 13). Creado en BioRender.



A veces, desde que se agregan ambas disoluciones filtradas a la disolución de tratamiento, la presencia de almidón se observa inmediatamente (Fig. 11). En cualquier caso, es importante dejar reposar la disolución para que se sedimente el sólido.

Figura 11. Procedimiento de recuperación de yoduro. Formación de precipitado de almidón.

	Anexo Lab-3A, Facultad de Química, UNAM	PNT-16-6098/4
	RECUPERACIÓN Y PURIFICACIÓN DE YODURO DE POTASIO A PARTIR DE RESIDUOS DE TITULACIONES YODIMÉTRICAS	Fecha: 06/12/24 Revisión: 11/12/24 Página 15 de 29

14. Al presentarse una capa de precipitado de almidón en la disolución debe separarse. Decantar con cuidado la mayoría de la disolución si el almidón se encuentra sedimentado o usar el sistema de filtración rápida para mayor seguridad (Fig. 12).

15. Agregar, al precipitado de almidón hidratado, 100 mL de disolución de cal saturada y, después, filtrar en porciones de 30 a 50 mL (Fig 12).

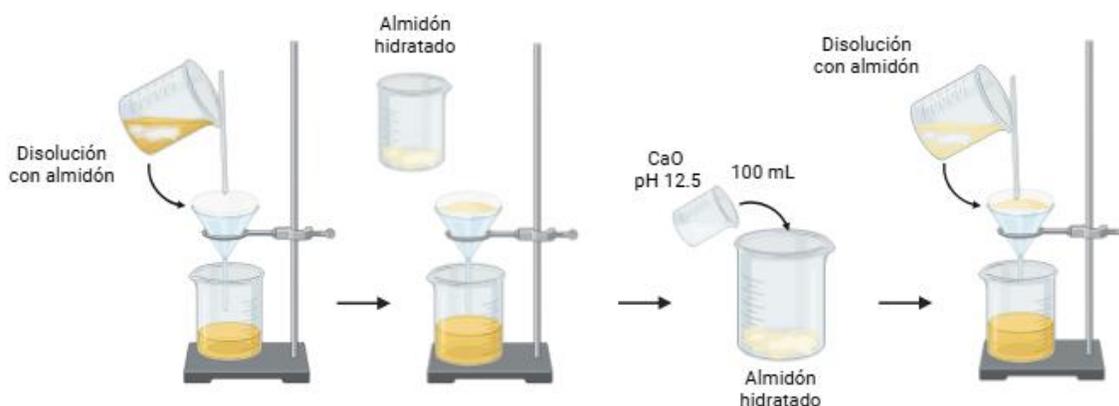


Figura 12. Procedimiento de recuperación de yoduro (pasos 14 y 15). Creado en BioRender.

16. Arrastrar el yoduro que permanezca remanente en el almidón del papel filtro hacia la disolución con 100 mL de disolución saturada de cal por cada litro de disolución de residuos de donde procede (Fig. 13).

Ejemplo: Si la disolución en la que se formó el precipitado de almidón tiene un volumen de 2 L, al papel filtro con el residuo de almidón se le debe hacer ocho lavados de 25 mL con disolución saturada de cal intercalando cada lavado con una porción de 30 a 50 mL de precipitado de almidón. Si la cantidad de almidón es poca, realizar solo cuatro lavados (Fig 13).

17. Mezclar las aguas de filtración en la misma disolución de la que proviene el almidón precipitado (Fig 13).

	Anexo Lab-3A, Facultad de Química, UNAM	PNT-16-6098/4
	RECUPERACIÓN Y PURIFICACIÓN DE YODURO DE POTASIO A PARTIR DE RESIDUOS DE TITULACIONES YODIMÉTRICAS	Fecha: 06/12/24 Revisión: 11/12/24 Página 16 de 29

18. Desechar el papel filtro y el almidón una vez se hayan secado (Fig. 13). Hacer una prueba cualitativa para sólidos, si se cree que el almidón aun contiene yodo.

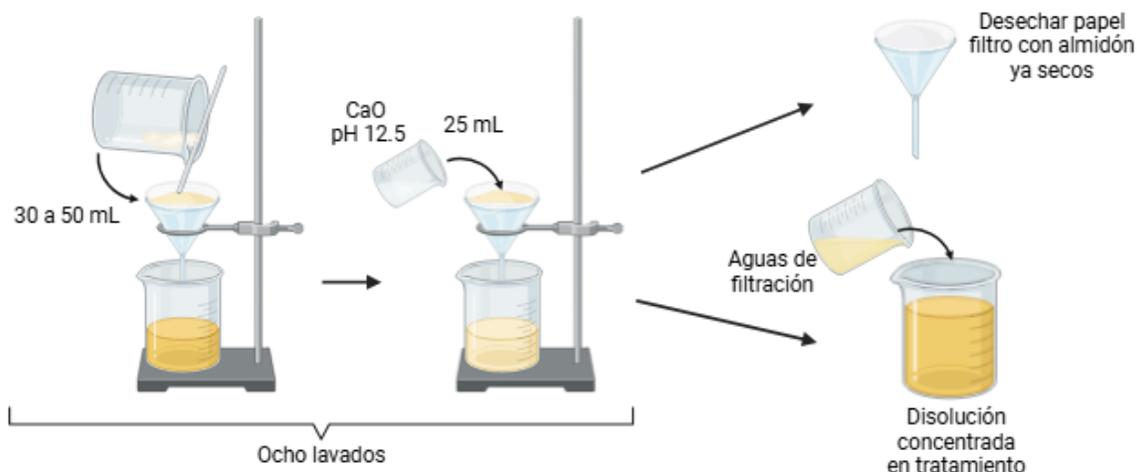


Figura 13. Procedimiento de recuperación de yoduro (pasos 16 a 18). Creado en BioRender.

19. Someter a la disolución en tratamiento a evaporación en una parrilla de calentamiento para eliminar agua y promover la separación del almidón de la fase acuosa.

20. Detener este procedimiento cuando el precipitado es claramente más pesado incluso con apariencia desde arenoso, hasta cristalino (Fig. 14).



Figura 14. Procedimiento de recuperación de yoduro (paso 20). Creado en BioRender.

	Anexo Lab-3A, Facultad de Química, UNAM	PNT-16-6098/4
	RECUPERACIÓN Y PURIFICACIÓN DE YODURO DE POTASIO A PARTIR DE RESIDUOS DE TITULACIONES YODIMÉTRICAS	Fecha: 06/12/24 Revisión: 11/12/24 Página 17 de 29

21. Los primeros cristales formados son principalmente de sulfatos de sodio y calcio, sin embargo, es necesario confirmar su destino haciendo una prueba cualitativa, sección [11.2 Prueba cualitativa para cristales](#). Revisar también el [ANEXO III. Diagrama de decisiones. Formación de cristales](#)
22. Las aguas de lavado de la prueba cualitativa anterior deben mezclarse en la misma disolución de la que proviene el sólido separado y continuar en evaporación.
23. Al obtener cristales de yoduro en forma sólida, se observan como cristales cúbicos pequeños, se separa decantando la disolución acuosa (Fig. 15). A todos los cristales se les hace también la [prueba cualitativa de cristales](#).

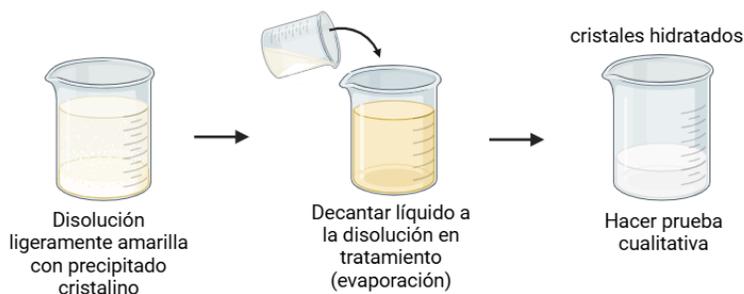


Figura 15. Procedimiento de recuperación de yoduro (paso 23). Creado en BioRender.

24. Si se confirma la presencia de yoduros se debe continuar con lo indicado en la Sección [12. Formación y purificación de yoduro de potasio](#).
25. La fase acuosa continúa únicamente en evaporación y se repiten los dos pasos anteriores a este (23 y 24), no se recomienda agitar o añadir agua, debido a la alta solubilidad del yoduro. Toda fase acuosa se evapora por completo hasta extraer todos los sólidos que presenten alto contenido de yoduro.

	Anexo Lab-3A, Facultad de Química, UNAM	PNT-16-6098/4
	RECUPERACIÓN Y PURIFICACIÓN DE YODURO DE POTASIO A PARTIR DE RESIDUOS DE TITULACIONES YODIMÉTRICAS	Fecha: 06/12/24 Revisión: 11/12/24 Página 18 de 29

11. Pruebas cualitativas

Estas pruebas son auxiliares para reconocer la presencia de yoduro de potasio (KI), se recomienda emplear en caso de desconocer la naturaleza del precipitado que aparezca en la disolución o para disoluciones extrañas de las que se sospeche que puedan contener yoduro.

11.1 Prueba cualitativa para sólidos

1. Si los sólidos provienen de la disolución, es recomendable extraer el sólido por filtración y lavar el sólido con un poco de la disolución alcalina pH 10 y dejar secar a temperatura ambiente (Fig. 16).

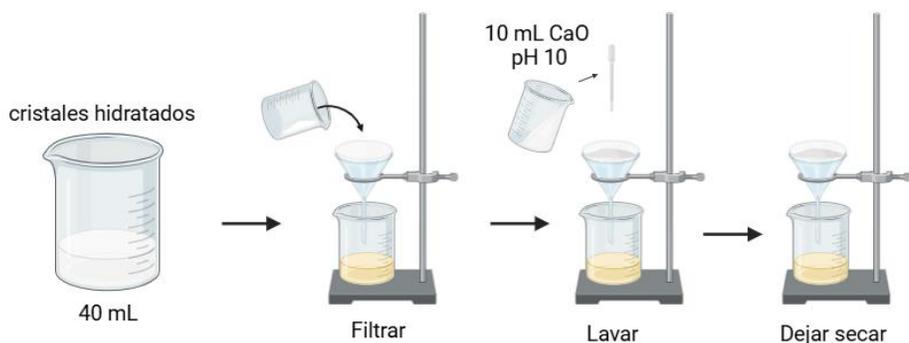


Figura 16. Prueba cualitativa para sólidos (paso 1). Creado en BioRender.

2. Tomar una fracción del sólido con una espátula y depositarlo en un vidrio de reloj. Colocar un fondo blanco bajo el vidrio de reloj y agregar sobre el sólido una gota de la disolución de KIO_3 (Fig.17).

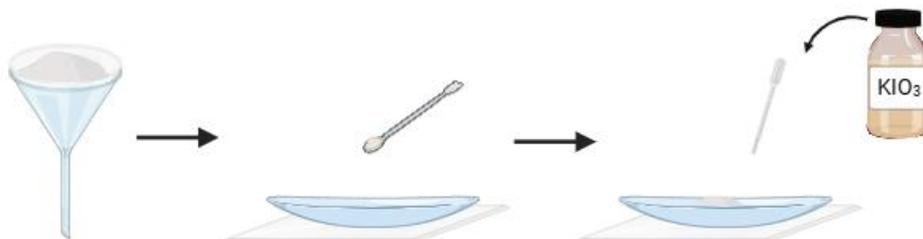


Figura 17. Prueba cualitativa para sólidos (paso 2). Creado en BioRender.

	Anexo Lab-3A, Facultad de Química, UNAM	PNT-16-6098/4
	RECUPERACIÓN Y PURIFICACIÓN DE YODURO DE POTASIO A PARTIR DE RESIDUOS DE TITULACIONES YODIMÉTRICAS	Fecha: 06/12/24 Revisión: 11/12/24 Página 19 de 29

3. Observar la reacción para la posterior toma de decisiones, según el caso:

a) **La disolución no ha cambiado de color.** En este caso se considera que el sólido está libre del reactivo de interés y puede desecharse (Fig. 18).

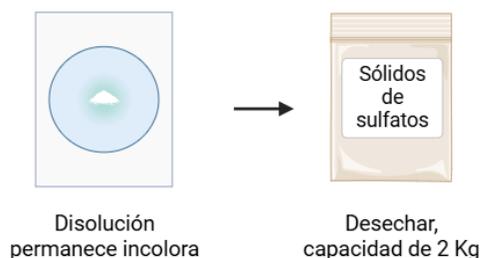


Figura 18. Prueba cualitativa para sólidos (paso 3, caso a). Creado en BioRender.

b) **La disolución cambia a color amarillo o marrón:**

I. **El sólido no se disuelve.** Colocar el sólido en un volumen de 25 mL de disolución de cal pH 10, por cada 10 g de sólido. Mantener en agitación constante durante 10 minutos, dejar en reposo 30 minutos y, posteriormente, filtrar nuevamente para extraer el yoduro en la fase líquida (Fig. 19), el proceso se puede repetir hasta obtener el resultado negativo para yoduros.

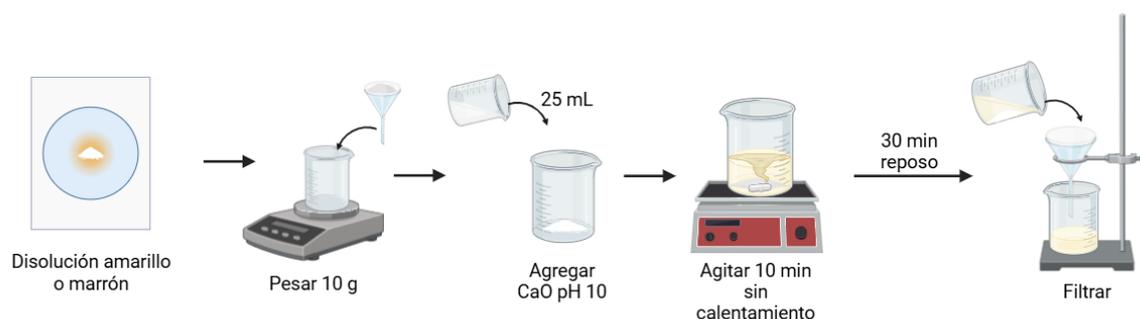


Figura 19. Prueba cualitativa para sólidos (paso 3, caso b-I). Creado en BioRender.

II. **El sólido se disuelve.** Este comportamiento es característico del reactivo yoduro de potasio (Fig. 20), por lo que debe colectarse y comenzar el proceso de purificación.

	Anexo Lab-3A, Facultad de Química, UNAM	PNT-16-6098/4
	RECUPERACIÓN Y PURIFICACIÓN DE YODURO DE POTASIO A PARTIR DE RESIDUOS DE TITULACIONES YODIMÉTRICAS	Fecha: 06/12/24 Revisión: 11/12/24 Página 20 de 29



Figura 20. Prueba cualitativa para sólidos (paso 3, caso b-II). Creado en BioRender.

11.2 Prueba cualitativa para cristales

1. Si los cristales provienen de una disolución, separar por filtración, teniendo cuidado de no agitar mucho la disolución por la alta solubilidad del yoduro (Fig. 21).
2. Lavar el sólido con una disolución constituida de 2 mL de agua destilada y seis gotas de la disolución de KOH concentrada, por cada 5 g de sólido que se desee evaluar (Fig. 21).
3. Dejar secar los cristales a temperatura ambiente (Fig. 21).

Ejemplo: Se tienen 20 gramos de cristales hidratados, se filtran y se hacen un lavado con una disolución constituida por 8 mL de agua destilada y 24 gotas de la disolución de KOH concentrada (Fig. 21).

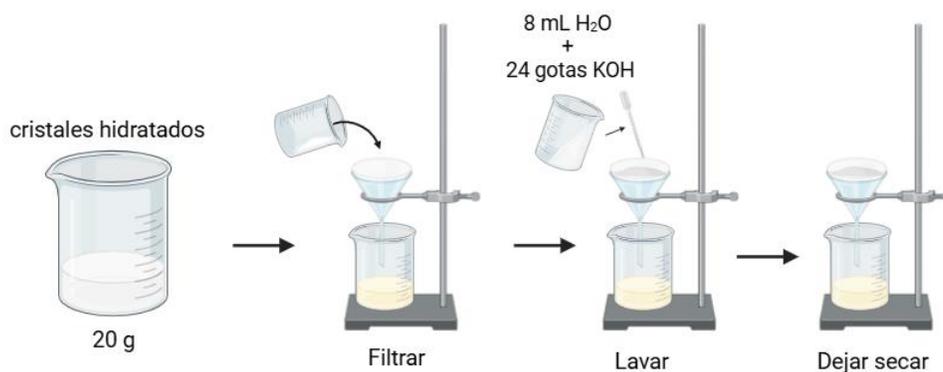


Figura 21. Prueba cualitativa para cristales (pasos 1 a 3). Creado en BioRender.

	Anexo Lab-3A, Facultad de Química, UNAM	PNT-16-6098/4
	RECUPERACIÓN Y PURIFICACIÓN DE YODURO DE POTASIO A PARTIR DE RESIDUOS DE TITULACIONES YODIMÉTRICAS	Fecha: 06/12/24 Revisión: 11/12/24 Página 21 de 29

4. Tomar una fracción de cristal seco con la espátula y depositarlo en un vidrio de reloj. Colocar un fondo blanco bajo el vidrio de reloj y agregar sobre el cristal una gota de la disolución de KIO_3 (Fig. 22).

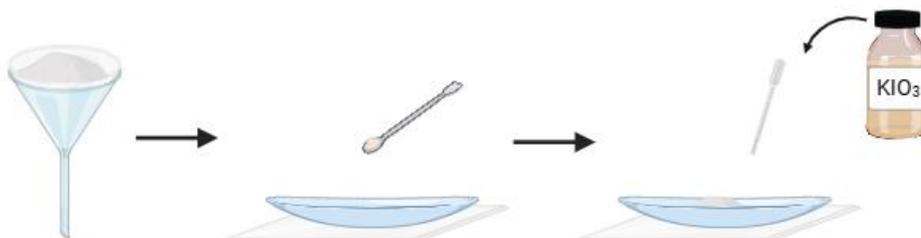


Figura 22. Prueba cualitativa para cristales (paso 4). Creado en BioRender.

5. Observar la reacción producida para la toma de decisiones, según el caso, como se indica en la [prueba cualitativa para sólidos](#).

11.3 Prueba cualitativa para líquidos

- a) **Disolución desconocida que presenta coloración amarilla.** Tomar una muestra de 5 mL de la disolución y agregar una punta de espátula de cal.
- b) **Disolución que presenta una ligera coloración amarillenta o es incolora.** Tomar una muestra de 5 mL de la disolución y agregar 3 mL de la disolución de cal, pH 10.

Mezclar con agitador de vidrio y observar la reacción para la toma de decisiones, según sea el caso:

- I. **La disolución muestra pérdida de coloración**, incluso puede quedar completamente incolora, y además parece formarse un precipitado con apariencia de almidón. La disolución contiene yoduros y se procede a evaporar y los cristales formados pueden someterse al procedimiento de recuperación de yoduro.
- II. **La disolución no presenta pérdida de tonalidad aparente**, tampoco muestra un precipitado con apariencia de almidón. La disolución no contiene yoduros, por lo que se procede a su evaporación.

	Anexo Lab-3A, Facultad de Química, UNAM	PNT-16-6098/4
	RECUPERACIÓN Y PURIFICACIÓN DE YODURO DE POTASIO A PARTIR DE RESIDUOS DE TITULACIONES YODIMÉTRICAS	Fecha: 06/12/24 Revisión: 11/12/24 Página 22 de 29

12. Formación y purificación del yoduro de potasio

1. Decantar el yoduro si está en una disolución, en forma de precipitado cristalino.
2. Disolver en la mínima cantidad de disolución de cal pH 10, aproximadamente 25 mL por cada 20 g de cristales, y agitar continuamente durante 15 minutos (Fig. 23).
3. Filtrar esta disolución y rescatar únicamente la fase acuosa. Lavar el papel filtro con 10 mL de agua destilada (Fig 23).

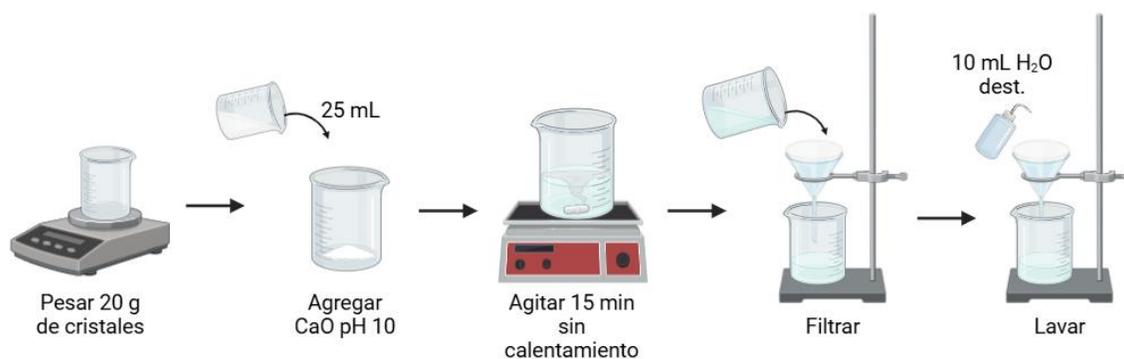


Figura 23. Formación y purificación del yoduro de potasio (pasos 1 a 3). Creado en BioRender.

4. Evaporar hasta observarse un precipitado cristalino o arenoso blanco y haya muy poco líquido (Fig. 24).
5. Decantar el sólido y disolver en 100 mL de disolución concentrada de KOH, con agitación continua y calentamiento, sin llegar a la ebullición (Fig. 24).

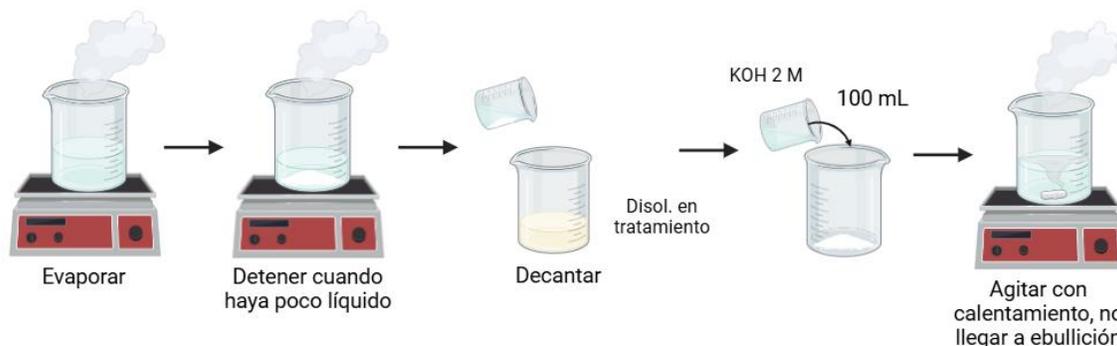


Figura 24. Formación y purificación del yoduro de potasio (pasos 4 y 5). Creado en BioRender.

	Anexo Lab-3A, Facultad de Química, UNAM	PNT-16-6098/4
	RECUPERACIÓN Y PURIFICACIÓN DE YODURO DE POTASIO A PARTIR DE RESIDUOS DE TITULACIONES YODIMÉTRICAS	Fecha: 06/12/24 Revisión: 11/12/24 Página 23 de 29

6. Se presenta una fracción que no se disuelve. Separar por filtración (Fig. 25).
7. Lavar el sólido con 25 mL de disolución de KOH saturada, seguido de 25 mL de agua destilada, para evitar la pérdida de yoduro en el papel filtro (Fig. 25).
8. Continuar evaporando el exceso de agua, hasta que la disolución se observe traslúcida y se deja reposar por 24 horas (Fig. 25).

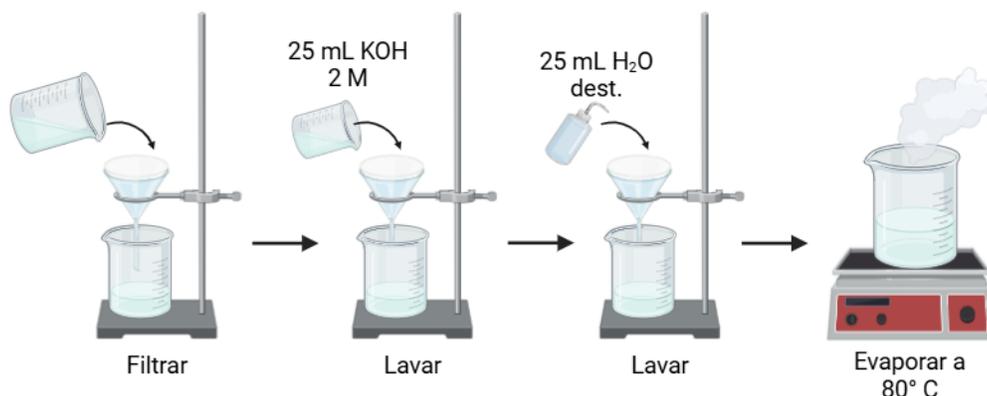


Figura 25. Formación y purificación del yoduro de potasio (pasos 6 a 8). Creado en BioRender

9. Repetir el mismo procedimiento, al menos una vez, a partir del paso 5, si la disolución es de color amarillo y/o los cristales aún mantienen un tono amarillento. Aunque se puede repetir el mismo procedimiento tantas veces sea necesario.
10. Decantar el sólido cuando éste sea totalmente blanco y la disolución acuosa de la que proviene es poco translúcida y sin coloración (Fig. 26). Con la precaución de no agitar para evitar disolver el yoduro de potasio.
11. Transferir los cristales a un sistema de vacío acoplado por un Büchner, papel filtro y un matraz Kitasato conectado al canal de vacío, para secar el yoduro de potasio recristalizado hasta observar la pérdida total de la humedad (Fig. 26). Este proceso puede tardar de 3 a 5 horas, dependiendo de la cantidad de cristal recolectado.

	Anexo Lab-3A, Facultad de Química, UNAM	PNT-16-6098/4
	RECUPERACIÓN Y PURIFICACIÓN DE YODURO DE POTASIO A PARTIR DE RESIDUOS DE TITULACIONES YODIMÉTRICAS	Fecha: 06/12/24 Revisión: 11/12/24 Página 24 de 29

12. Transferir los cristales a un desecador durante 2 horas (Fig. 26).



Figura 26. Formación y purificación del yoduro de potasio (pasos 10 a 12). Creado en BioRender.

13. Moler el yoduro de potasio sólido en un mortero, de ser necesario (Fig.27).

14. Almacenar en un frasco limpio y seco, etiquetado adecuadamente (Fig. 27).

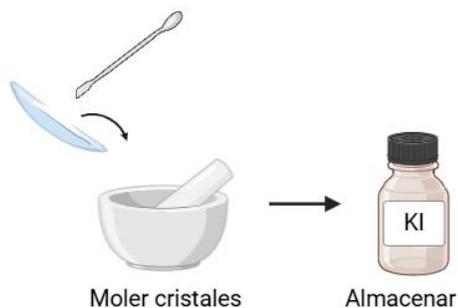


Figura 27. Formación y purificación del yoduro de potasio (pasos 13 y 14). Creado en BioRender.

	Anexo Lab-3A, Facultad de Química, UNAM	PNT-16-6098/4
	RECUPERACIÓN Y PURIFICACIÓN DE YODURO DE POTASIO A PARTIR DE RESIDUOS DE TITULACIONES YODIMÉTRICAS	Fecha: 06/12/24 Revisión: 11/12/24 Página 25 de 29

13. **Modificaciones efectuadas respecto al Protocolo Normalizado de Trabajo anterior (PNT-16-6098/3).**

- Se omiten las definiciones de filtración rápida, de proceso de recuperación y de proceso de purificación. En caso de no comprender los términos, buscarlos en diferentes fuentes.
- En la sección [3. Materiales](#), se agregan aros metálicos y soportes universales. Además, se omite el uso de estufa de calentamiento, aunque se puede utilizar si en el laboratorio hay el equipo. El uso de la estufa se haría después la filtración al vacío, durante 2 horas y a una temperatura de 60 °C.
- En la sección [4. Reactivos](#), se omiten las marcas comerciales de los reactivos utilizados. Se puede utilizar cualquier marca, siempre y cuando se cumpla con la misma pureza de cada reactivo.
- En la sección 5. Medidas de seguridad, subsección [5.1 Condiciones y precauciones de operación](#), se agrega la capacidad máxima de las bolsas de residuos, y las condiciones de operación para el reactivo del bisulfito de sodio.
- En la sección [6. Interferencias](#), se omite “El cambio súbito de pH, al añadir las disoluciones de óxido de calcio y bisulfito de sodio 0.05 molL⁻¹, promueve la efervescencia violenta acompañada de olores fétidos.”. Pero se menciona en la sección anterior la efervescencia violenta.
- En la sección [7. Recomendaciones](#), se agregan los puntos 1, 3, 4, 5 y 9. Se omite el punto anteriormente mencionado como 4, en el que se habla de una disolución de bisulfito debido a que ya se usa el reactivo de manera directa en este nuevo protocolo.
- Se cambia la sección “Recolección, preservación y almacenamiento”, por la sección [8. Recolección y almacenamiento de residuos de las prácticas de laboratorio](#).
- En la sección [9. Preparación de disoluciones](#), se utilizan otras cantidades de los reactivos o disoluciones de los reactivos para preparar las disoluciones a utilizar durante todo el procedimiento, y se omite la preparación de una disolución de bisulfito de sodio. Se añaden diagramas de flujo ilustrados.

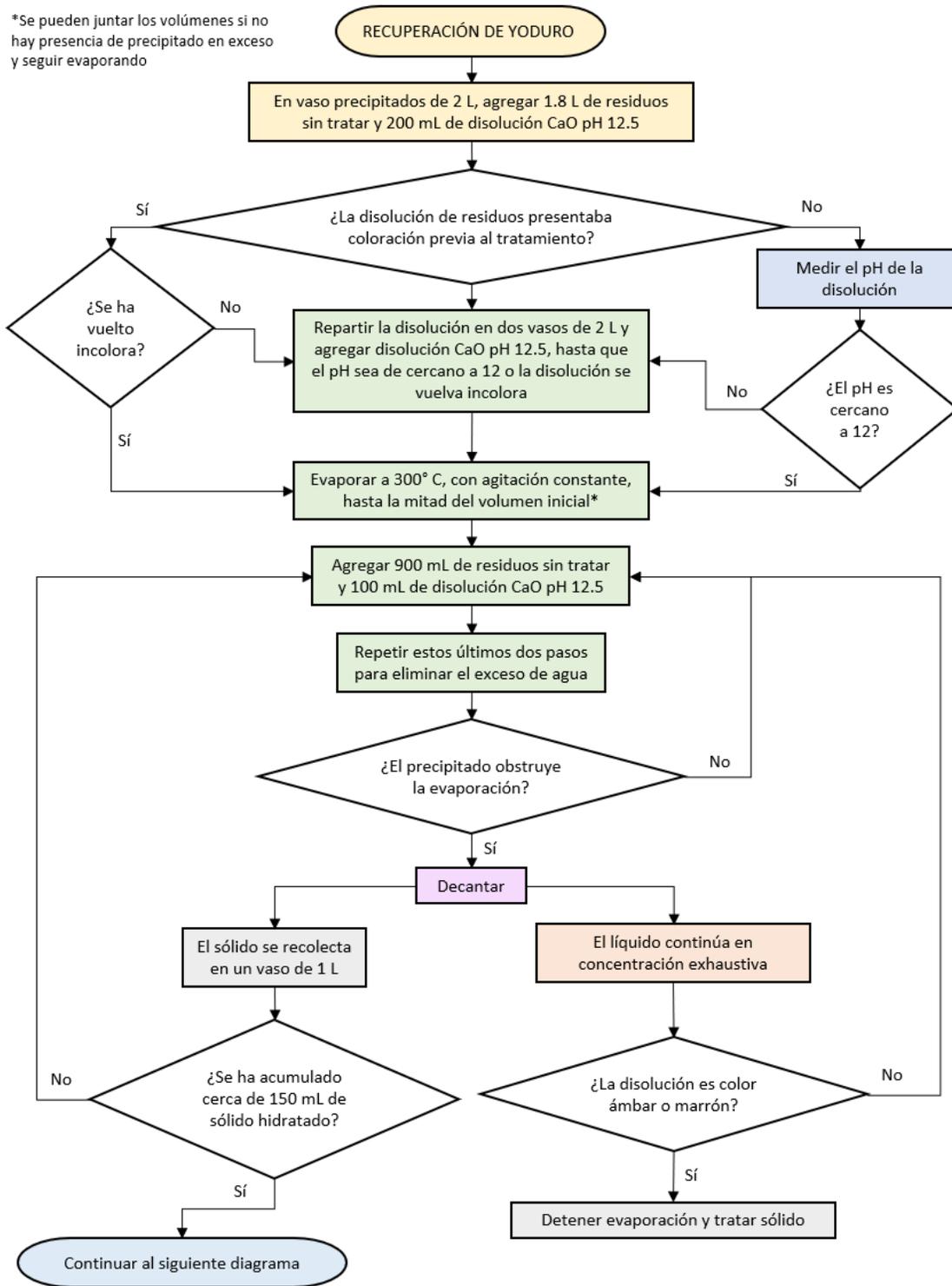
	Anexo Lab-3A, Facultad de Química, UNAM	PNT-16-6098/4
	RECUPERACIÓN Y PURIFICACIÓN DE YODURO DE POTASIO A PARTIR DE RESIDUOS DE TITULACIONES YODIMÉTRICAS	Fecha: 06/12/24 Revisión: 11/12/24 Página 26 de 29

- En la sección 10. Procedimiento para la recuperación de yoduro, se describen más detalladamente paso a paso los puntos. Se añaden diagramas de flujo ilustrados. Se sugiere también revisar la sección [11.2 Prueba cualitativa para cristales](#), el [ANEXO III. Diagrama de decisiones. Formación de cristales](#) y la sección [12. Formación y purificación del yoduro de potasio](#)
- En la sección [11. Pruebas cualitativas](#), se modifican algunas cantidades de las disoluciones o reactivos a utilizar, además, nuevamente es necesario usar el [ANEXO III](#). Se incluyen diagramas de flujo con ilustraciones.
- En la sección [12. Formación y purificación del yoduro de potasio](#), se agregan cantidades que anteriormente no habían sido tomadas en cuenta para dicho proceso y se omite el secado con estufa.



ANEXO I. Diagrama de decisiones. Recuperación de yoduro, parte 1

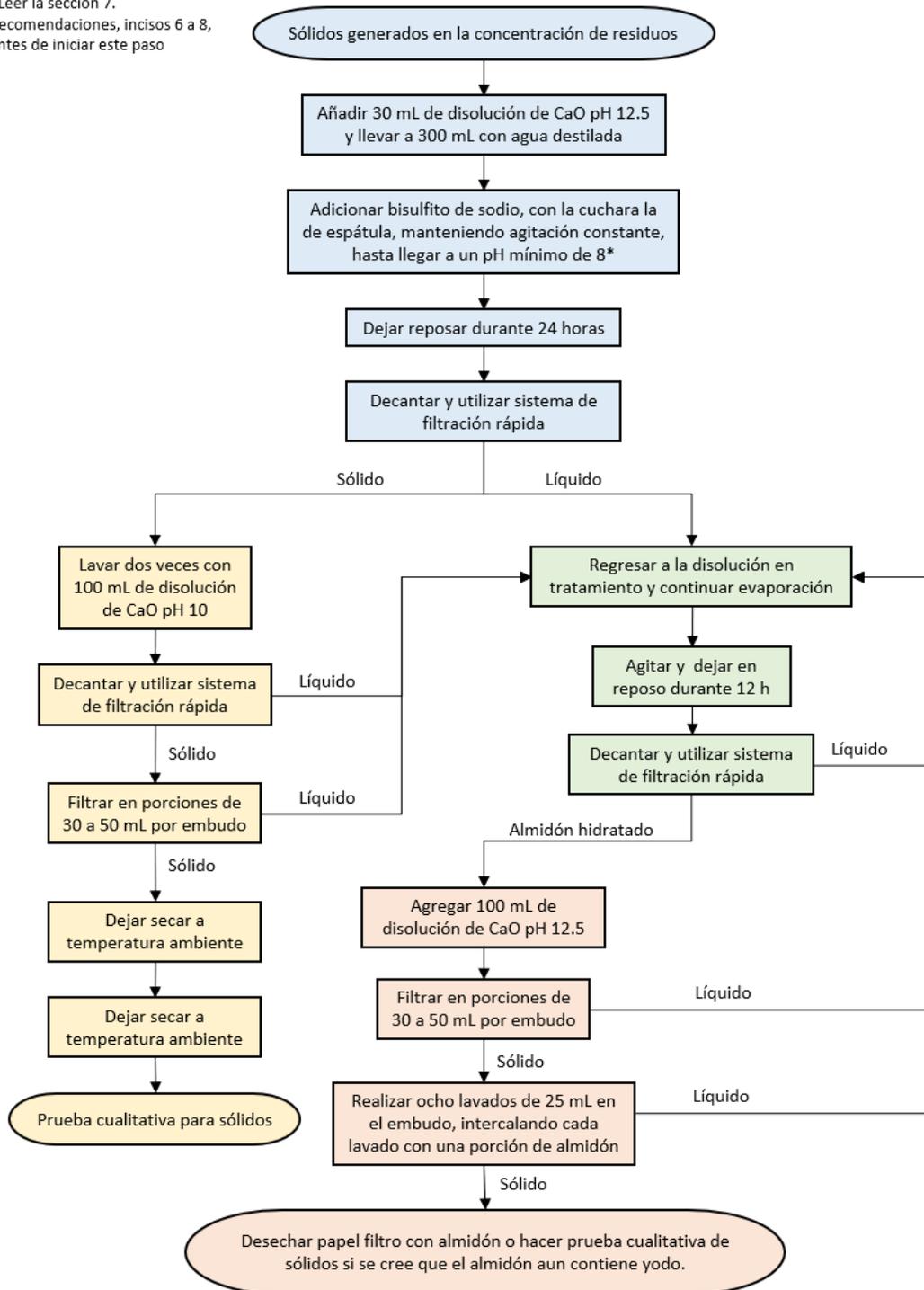
*Se pueden juntar los volúmenes si no hay presencia de precipitado en exceso y seguir evaporando





ANEXO II. Diagrama de flujo. Recuperación de yoduro, parte 2

*Leer la sección 7.
Recomendaciones, incisos 6 a 8,
antes de iniciar este paso





ANEXO III. Diagrama de decisiones. Formación de cristales

