

**LABORATORIO
DE
QUÍMICA ANALÍTICA
II
Dr. Alejandro Baeza**

Contenido

- 0.0 Programa, evaluación, calificación y observaciones.
- 1.0 Acidez-complejos.
Determinación de la pureza de un reactivo comercial.
(Macroescala)
- 2.0 Redox-acidez. Análisis de un medicamento. (Microescala)
- 3.0 Redox-complejos. Pureza de la sal de Mohr. (Microescala)
- 4.0 Precipitación. Análisis de SSI. (Microescala)
- 5.0 Equilibrios de solubilidad. Ácido Benzoico. (Macroescala)
- 6.0 Equilibrios de distribución líquido-líquido. Ácido Benzoico. (*idem*).
- 7.0 Intercambio iónico. Control de una resina catiónica fuerte.
(Microescala).

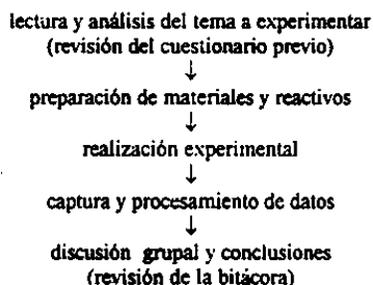


Dr. Alejandro Baeza

**PROGRAMA DE TRABAJO PARA EL LABORATORIO DE QUIMICA ANALITICA II (1356)
PARA EL SEMESTRE 2003-1, EN EL LABORATORIO DE INVESTIGACION-DOCENCIA
DR. ALEJANDRO BAEZA**

1.0 Estrategia de trabajo.

Se realizarán las prácticas de acuerdo al siguientes etapas por práctica:



2.0 Contenido del curso.

Temas experimentales a cubrir:

TEMA	
1	Determinación de la pureza del EDTA en medio complejante
2	Determinación de ácido ascórbico a pH controlado por yodometría
3	Determinación de la pureza de una sal de Fe(II) con dicromato en 3 medios complejantes
4	Estudio de la solubilidad del ácido benzoico
5	Estudio de la extracción líquido-líquido del ácido benzoico. Titulación bifásica
6	Exámen: Determinación de la capacidad de una resina .

3.0 SEGUIMIENTO Y CALIFICACIÓN FINAL:

4.0 En cada sesión de discusión se revisará la bitácora personalmente y ella debe estar completa: fechada, hojas numeradas, a tinta, con los datos generados en las sesiones de análisis previo de la práctica, datos experimentales, gráficos pegados al cuaderno con pie de figura adecuado y cálculos. Esta revisión se calificará como ACEPTADA, RECHAZADA.

5.0 Dos exámenes de laboratorio de duración de 1 h y 10 preguntas técnicas (a la mitad y al final del semestre aproximadamente). El segundo exámen puede ser de carácter experimental.

6.0 Preparación y exposición de un seminario final de trabajo experimental. En este seminario se calificará: preparación previa de la información a presentar, la claridad de exposición, las respuestas a las preguntas planteadas durante la exposición y la organización del equipo para la presentación. El seminario se calificará como MB, B, S o NA.

5.0 Casos limite. Causa baja del laboratorio las siguientes circunstancias:

- 2 faltas
- 2 revisiones de la bitácora rechazadas.
- 2 exámenes no presentados.
- no presentar el seminario.
- -NO TRAER LA BITÁCORA Y LA BATA DE TRABAJO.

7.0 LA ENTRADA AL LABORATORIO TENDRÁ UNA TOLERANCIA DE 10 MINUTOS. DESPUÉS DE ESE TIEMPO NO SE PERMITIRÁ LA ENTRADA Y SE ANOTARA FALTA.

ELECTROQUIMICA
ANALITICA
3E 24 FEB 2003 3F

ALEJANDRO BAEZA

Práctica 1: Determinación de la pureza de un reactivo comercial. Valoración volumétrica de sal disódica de EDTA en medio complejante a pBa= 0.1

Objetivos:

- Demostrar potenciométricamente que la valoración volumétrica de una muestra comercial de sal disódica del EDTA, $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$, por el NaOH es poco cuantitativa.
- Demostrar que la valoración anterior es cuantitativa si se realiza en presencia de $\text{Ba}(\text{II})$ que es un complejante del Y^{4-} .
- Determinar la pureza de la sal disódica del EDTA comercial.

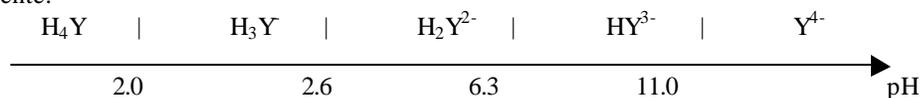
Antecedentes teóricos

Consultar los siguientes documentos:

- A. Baeza
“Acidez complejación. Valoración del $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$ en medios complejantes”
Manual de Equilibrios Químicos Simultáneos en medio homogéneo y Heterogéneo”
Facultad de Química. UNAM. 1988. Pág. 30-37
- M. Roche, J. Desbarres. C. Colin, A. Jardy, D. Bauer
“Chimie des Solutions”
Chapitre 6. “Influence de la formation de complexes sur le propriétés acide-base”.
Technique et Documentation. Lavoisier.
París 1990. Pág. 177-180.

Preguntas preliminares al trabajo experimental

- Con la información proporcionada por el diagrama unidimensional de zonas de predominio, *DUZP*, siguiente:



Trazar la curva de valoración volumétrica teórica, $\text{pH}=\text{f}(f)$, de una disolución 0.05 mol/L de $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$ por adiciones $f\text{Co}$ de NaOH donde f es el parámetro adimensional de operación analítica $f = (n_{\text{agr}}/n_0)$.

Para ello utilizar alguna de las siguientes estrategias de cálculo:

- Por especies representativas durante el transcurso de la valoración.
 - Por cálculo de $[\text{H}^+]$ de la ecuación completa del balance de electroneutralidad en función de v_{agr} o de f .
 - Por un diagrama logarítmico acoplado $\log [i]=\text{f}(\text{pH}, f)$.
- Con base a la curva de valoración teórica anterior explicar la falta de cuantitatividad de ésta.
 - Escribir la fórmula de la sal sódica del EDTA y su masa molecular.

Actividades experimentales

Los volúmenes a usar de estándares y analitos deben calcularse con base a la utilización de buretas de 10 mL de capacidad.

- 1.0 Preparación de la disolución patrón
 - a) Preparar disoluciones de NaOH de concentración nominal 0.1 mol/L a partir de disolución saturada de NaOH (aprox. 16.5 mol/L) . Titular con patrón primario de biftalato de potasio y fenoftaleína como indicador del punto final por triplicado para obtener la concentración molar exacta y el título correspondiente.
- 2.0 Calibración de los electrodos combinados de vidrio.
 - a) Verificar que los electrodos combinados (indicador de vidrio y referencia de calomel saturado) estén correctamente conectados e hidratados (conservados en agua destilada.). EL potenciómetro debe indicar “standby”.
 - b) Enjuagarlos con agua destilada y sumergirlos en la disolución reguladora de pH=7.0. Con el potenciómetro en “ajuste” o “calib” o “intercept” y “pH” , ajustar a 7. Regresar a “standaby, sacar los electrodos y enjuagar.
 - c) Sumergir los electrodos en la disolución reguladora de pH=4.0. Con el potenciómetro en “slope” “pendiente” y “pH” , ajustar a 4.0. Regresar a “standby”, sacar los electrodos y enjuagar. Conservar los electrodos sumergidos en agua destilada.
- 3.0 Valoración volumétrica de la sal disódica del EDTA comercial en medio no complejante.
 - a) En una celda de 30 mL de capacidad agregar 10 mL de agua destilada. Adicionar la cantidad pesada de sal disódica de EDTA, $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$, para alcanzar una concentración total de 0.025 mol/L suponer una pureza del 100%). Sumergir los electrodos: Valorar con la disolución de NaOH y con el potenciómetro en “pH” , tomar las lecturas de pH después de cada adición en incrementos de 0.2 mL hasta 10 mL totales. Durante la operación de valoración volumétrica mantener agitación magnética de la disolución. Simultáneamente elaborar la gráfica $\text{pH}=\text{f}(\text{volumen agregado})$ en una hoja de papel milimetrado.
- 4.0 Valoración volumétrica de la sal disódica del EDTA comercial en medio complejante .
 - a) En una celda limpia de 30 mL de capacidad agregar 10 mL de agua destilada. Adicionar la cantidad pesada de sal disódica de EDTA, $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$, para alcanzar una concentración total de 0.025 mol/L (suponer una pureza del 100%). Adicionar nitrato de bario suficiente para 0.1 mol/L. Sumergir los electrodos: Valorar con la disolución de NaOH y con el potenciómetro en “pH”, tomar las lecturas de pH después de cada adición en incrementos de 0.2 mL hasta 10 mL totales. Durante la operación de valoración volumétrica mantener agitación magnética de la disolución. Simultáneamente elaborar la gráfica $\text{pH}=\text{f}(\text{volumen agregado})$ en la misma hoja de papel milimetrado anterior.

Procesamiento y análisis de datos

- 1) Explicar la forma de las curvas de monitoreo $\text{pH}=\text{f}(\text{v})$ en cuanto a las especies responsables del pH de sendas mesetas y puntos de inflexión.
- 2) Determinar con el método algebraico de la primera derivada ($\Delta\text{pH}/\Delta\text{v}$) el volumen de punto final y la pureza de la sal comercial analizada.

Práctica 2: Análisis de un medicamento. Valoración volumétrica de ácido ascórbico por yodometría a dos valores de pH impuesto.
--

Objetivo

- a) Demostrar potenciométricamente que la valoración volumétrica de una muestra la comercial de ácido ascórbico por el ión triyoduro (yodo-yodurado) depende del pH.
- b) Determinar el contenido de ácido ascórbico en un medicamento comercial.

Antecedentes teóricos

Consultar los siguientes documentos

- 1) A. Baeza
Química Analítica II. Nota informativa 1.
“Redox-acidez: Reacciones redox y ácido-base del ácido ascórbico”
Facultad de Química. UNAM. 1996.
- 2) Y.I. Turyan and R. Kohen
Journal of Electroanalytical Chemistry **380**(1995)273
- 3) R. Ramette,
“Equilibrio y Análisis Químico”
Fondo Educativo Interamericano. 1983. Pág. 425.
- 4) D.C. Harris
“Análisis Químico Cuantitativo”
Grupo Editorial Iberoamericana. 1992. Pág. 330
- 5) Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos
Sexta Edición. México. 1994. Pág. 391.

Preguntas preliminares al trabajo experimental

- 1) Escribir la estructura del ácido ascórbico a pH=0 y su masa molecular.
- 2) Escribir la reacción de valoración del ácido ascórbico por el ión triyoduro.
- 3) Escribir la reacción de titulación del ión triyoduro por el tiosulfato de sodio RA.
- 4) Calcular el porcentaje de ácido ascórbico en comprimidos de “Redoxón” (Roche).

Actividades experimentales

Los volúmenes a usar de estándares y analitos deben calcularse con base a la utilización de buretes de 2 mL de capacidad.

- 1.0 Preparación de la disolución patrón.
 - a) Preparar disoluciones de yodo de concentración nominal 0.1 N (0.05 mol/L) disuelto en presencia de KI 0.5 mol/L. Titular con patrón primario tiosulfato de sodio R:A:y almidón como indicador del punto final por triplicado para obtener la concentración molar exacta y el título correspondiente. Para

- ello pesar en un matraz de 25 mL la cantidad suficiente de tiosulfato para neutralizar 1 mL de disolución de yodo-yodurado, agregar 10 mL de agua destilada y 5 gotas de ácido acético concentrado e indicador de almidón.
- 2.0 Preparación de los medios de reacción.
- a) Mezclar el volumen necesario de ácido sulfúrico concentrado, 18 mol/L, con agua para preparar el volumen requerido de una disolución 0.5 mol/L.
- b) Mezclar el volumen de ácido acético concentrado (17.4 mol/L), y de hidróxido de sodio concentrado (15.4 mol/L), para tener el volumen requerido de disolución de acetato de sodio-ácido acético de concentración total 0.5 mol/L y pH=5.0, disolución ABS/5. Considerar que el par acético/acetato tiene un valor de pKa = 4.8.
- 3.0 Valoración de la muestra de ácido ascórbico en “Redoxón” en medio sulfúrico
- a) Registrar el peso de un comprimido. Procurar no tocar la muestra.
- b) Colocar la muestra en un vaso de 100 mL y disolverlo con aproximadamente 75 mL de agua destilada. tapan el vaso con un vidrio de reloj para capturar proyecciones de la solución debidas a la efervescencia del comprimido. Trasvasar cuantitativamente a un matraz aforado de 250 mL y llevar al aforo con agua destilada.
- c) En una celda de 10 mL verter 1 mL de la muestra disuelta, 1 mL de ácido sulfúrico 0.5 mol/L. Introducir los microelectrodos de carbón-referencia. Valorar con la disolución 0.05 mol/L (0.1N) de yodo-yodurado. Medir la diferencia de potencial entre los electrodos (mV), después de adicionar titulante en incrementos de 0.05 mL hasta un total de 1.9 mL. mantener la disolución bajo constante agitación micromagnética. Simultáneamente elaborar la gráfica $\Delta E=f(v)$ sobre papel milimetrado.
- 4.0 Valoración de la muestra de ácido ascórbico en “Redoxón” en medio débilmente ácido.
- a) En una celda de 10 mL verter 1 mL de la muestra disuelta, 1 mL de ABS/5. Introducir los microelectrodos de carbón-referencia. Valorar con la disolución 0.05 mol/L (0.1N) de yodo-yodurado. Medir la diferencia de potencial entre los electrodos (mV), después de adicionar titulante en incrementos de 0.05 mL hasta un total de 1.9 mL. mantener la disolución bajo constante agitación micromagnética. Simultáneamente elaborar la gráfica $\Delta E=f(v)$ sobre el mismo papel milimetrado del experimento anterior.

Procesamiento y análisis de datos:

- 1) Calcular el parámetro adimensional “pe” a partir de los valores de ΔE en unidades de milivoltios de sendas series de datos, de la siguiente manera:

$$pe = \frac{\Delta E}{60}$$

- 2) Elaborar las gráficas $pe=f(v)$ de ambas valoraciones juntas. Comparar y explicar cualitativamente la diferencia.
- 3) Obtener las gráficas de $(\Delta pe/\Delta v) = f(v_{prom.})$ de sendas valoraciones. Determinar el volumen de punto final.
- 4) Con los volúmenes de punto final determinar el contenido total de ácido ascórbico por comprimido. Comparar con el valor nominal y comentar.

Práctica 3: Estudio de las propiedades redox del Fe(III)/Fe(II) en tres medios complejantes.**Objetivos:**

- a) Demostrar potenciométricamente que la curva de titulación de la sal de Mohr con dicromato de potasio se modifica por la presencia de complejantes en medio ácido
- b) Determinar el valor del pK_d' redox del par Fe(III)/Fe(II)
- c) Determinar el valor de E° del mismo par.

Antecedentes teóricos

Consultar los siguientes documentos:

- 1) A. Baeza
"Oxido-reducción y complejos. Valoración del Fe(II) por Cr(VI) en dos medios"
Manual de Equilibrios Químicos Simultáneos en medio homogéneo y Heterogéneo"
Facultad de Química. UNAM. 1988. Pág. 25-29
- 2) Arthur I. Vogel
"Química Analítica Cuantitativa" Volumen I.
Editorial Kapelusz. 1960. Pág. 412-416.
- 3) D.C. Harris
"Análisis Químico Cuantitativo"
Grupo Editorial Iberoamericana. 1992. Pág. 396t
- 4) A. Tallec
"Electrochimie organique. Synthésis et mécanismes"
Masson. 1985. Pag. 176.

Preguntas preliminares al trabajo experimental

- 1.0 De la información reportada en la literatura escribir los equilibrios representativos de titulación de Fe(III)/Fe(II) por el dicromato en las siguientes condiciones operatorias:
 - (a) $C_{\text{HClO}_4} = 1.00 \text{ M}$ y $\text{pH} = 0.00$
 - (b) $C_{\text{H}_2\text{PO}_4} = 1.40 \text{ M}$ y $\text{pH} = 0.00$
 - (c) $C_{\text{H}_2\text{SO}_4} = 0.45$ y $\text{pH} = 0.05$
- 2.0 Con los valores de constantes de equilibrio reportados en la literatura para el equilibrio redox del Fe(III)/Fe(II), las constantes de complejación y de acidez de los complejantes, calcular el valor de E° y pK_d' redox de este par en las siguientes condiciones de trabajo del inciso anterior.
- 3.0 Calcular el volumen que se espera gastar a la equivalencia.
- 4.0 Efectuar la tabla de variación de especies en función del parámetro adimensional $f = (n_{\text{agr}}/n_0)$ y C_0 (concentración inicial total de Fe(II)) de acuerdo a las condiciones operatorias de la práctica.
- 5.0 Buscar el valor de E° , la reacción de oxidación de la difenilamina, DFA, y los colores del vire como indicador redox.

Actividades experimentales

Los volúmenes a usar de estándares y analitos deben calcularse con base a la utilización de buretas de 2 mL de capacidad.

1.0 Preparación de la disolución patrón.

- a) Preparar una disolución de dicromato de potasio 0.1N

2.0 Titulación en medio no complejante.

- a) En la microcelda de valoración con microelectrodos integrados (ver anexo) pesar directamente 40 mg de sal de Mohr ($\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), 0.1 mL de ácido perclórico concentrado (aprox. 12 M) y 1 mL de agua.

Nota: La sal de Mohr debe pesarse en balanza analítica. Los volúmenes indicados pueden ser aproximados. Se sugiere usar una jeringa de insulina.

- b) Llenar la microbureta con la disolución de dicromato de potasio. Tener cuidado de llenarla completamente sin burbujas de aire desde el cero de volumen hasta la salida final de la bureta.

- c) Conectar los microelectrodos al multímetro. Verificar que el microelectrodo de referencia tenga solución interna suficiente (agua destilada).

- d) Adicionar el dicromato en incrementos de $\Delta V = 50 \mu\text{L}$. Medir el ΔE después de cada adición. Se sugiere tomar las lecturas después de 20 o 30 segundos de realizar la adición de titulante.

3.0 Titulación en medio sulfúrico concentrado.

- b) En la microcelda de valoración con microelectrodos integrados (ver anexo) pesar directamente 40 mg de sal de Mohr ($\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), 0.1 mL de ácido sulfúrico concentrado (aprox. 18 M) y 1 mL de agua.

Nota: La sal de Mohr debe pesarse en balanza analítica. Los volúmenes indicados pueden ser aproximados. Se sugiere usar una jeringa de insulina.

- b) Llenar la microbureta con la disolución de dicromato de potasio. Tener cuidado de llenarla completamente sin burbujas de aire desde el cero de volumen hasta la salida final de la bureta.

- c) Conectar los microelectrodos al multímetro. Verificar que el microelectrodo de referencia tenga solución interna suficiente (agua destilada).

- d) Adicionar el dicromato en incrementos de $\Delta V = 50 \mu\text{L}$. Medir el ΔE después de cada adición. Se sugiere tomar las lecturas después de 20 o 30 segundos de realizar la adición de titulante.

4.0 Titulación en medio fosfórico concentrado.

- c) En la microcelda de valoración con microelectrodos integrados (ver anexo) pesar directamente 40 mg de sal de Mohr ($\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), 0.1 mL de ácido fosfórico concentrado (aprox. 14 M) y 1 mL de agua.

Nota: La sal de Mohr debe pesarse en balanza analítica. Los volúmenes indicados pueden ser aproximados. Se sugiere usar una jeringa de insulina.

b) Llenar la microbureta con la disolución de dicromato de potasio. Tener cuidado de llenarla completamente sin burbujas de aire desde el cero de volumen hasta la salida final de la bureta.

c) Conectar los microelectrodos al multímetro. Verificar que el microelectrodo de referencia tenga solución interna suficiente (agua destilada).

d) Adicionar el dicromato en incrementos de $\Delta V = 50 \mu\text{L}$. Medir el ΔE después de cada adición. Se sugiere tomar las lecturas después de 20 o 30 segundos de realizar la adición de titulante.

Procesamiento y análisis de datos:

- 1) Calcular el parámetro adimensional "pe" a partir de los valores de ΔE en unidades de milivoltios de sendas series de datos, de la siguiente manera:

$$pe = \frac{\Delta E}{60}$$

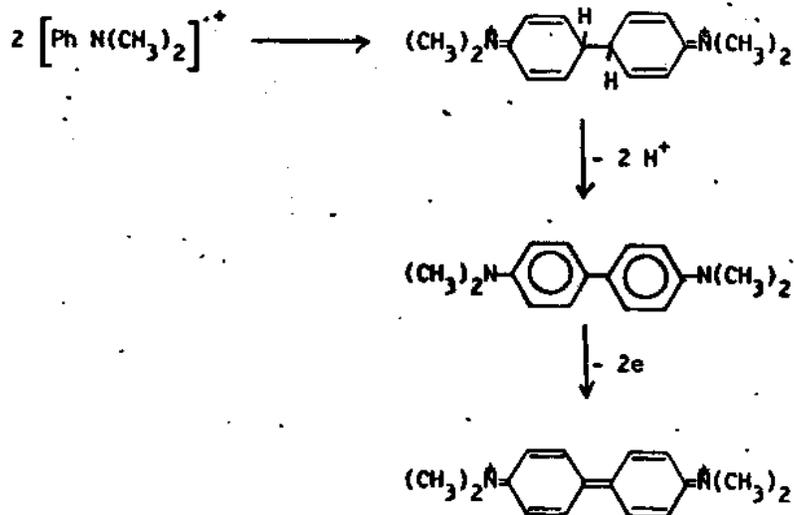
- 2) Calcular el parámetro adimensional "f" a partir de los valores de volumen agregado y de la masa de sal de Mohr usada, de la siguiente manera:

$$f = \frac{n_{agr}}{n_0}$$

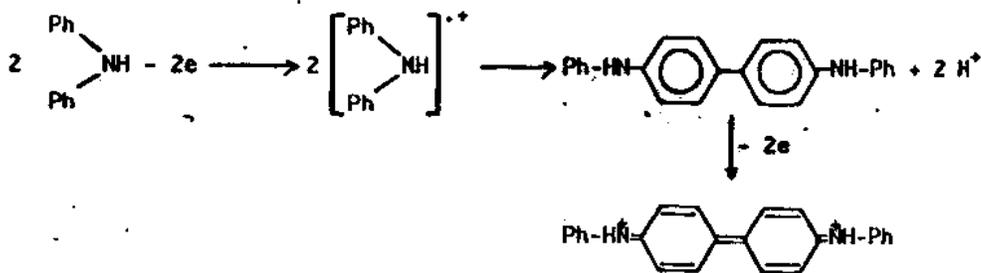
- 2) Elaborar las gráficas $pe=f(f)$ de sendos experimentos en la misma hoja. Comparar y explicar cualitativamente la diferencia.
- 3) Obtener las gráficas de $pe = f \log [6/f - 6f]$ de sendas experimentos para valores de $0 < f < 1/6$. Determinar la pendiente y la ordenada al origen de las rectas obtenidas y volumen de punto final.
- 4) De la información anterior determinar el pKd y E° del par Fe(III)/Fe(II) en los tres medios de reacción. Explicar la diferencia.

176

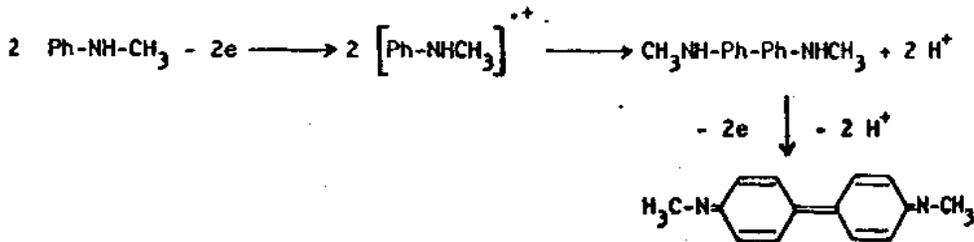
Principales réactions de l'électrochimie organique



Le même mécanisme intervient lors de l'oxydation d'amines secondaires en milieu acide ; la déprotonation du radical cation est alors ralentie. Par exemple, dans ces conditions, la diphenylamine donne aussi une benzidine oxydable :



En milieu aqueux de pH = 2,4, la N-méthylaniline est oxydée, sur platine ou graphite, en quinone-imine :



Oxido-reducción y complejos.
 Valoración de Fe(II) por Cr(VI) en dos medios complejantes.

I/ OBJETIVOS:

Mostrar como la complejación en medio ácido concentrado modifica el potencial normal del par Fe(III)/Fe(II) y en consecuencia su curva de valoración por el dicromato también se modifica.

Verificar que la complejación mejora la cuantitatividad de la valoración de la sal de Mohr por el dicromato usando un medio complejante de ácido fosfórico concentrado.

II/ INTRODUCCION:

En esta práctica se estudia la valoración de una sal de Fe(II), la sal de Mohr, por el dicromato de potasio en dos medios complejantes diferentes: medio sulfúrico concentrado y medio fosfórico concentrado.

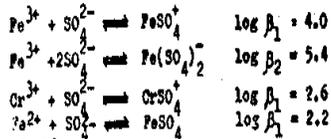
La valoración se realiza primero en un medio no complejante muy ácido: medio perclórico concentrado. La valoración se sigue -potenciométricamente y en presencia del indicador colorido - difenil-sulfonato de bario ó de la difenil-amina.

III/ FUNDAMENTO TEORICO:

El potencial de equilibrio establecido por un par conjugado redox que involucra protones dependerá del pH impuesto en la disolución. De igual manera cuando el oxidante, el reductor o ambos a la vez forman complejos estables con alguna partícula ligante L, el potencial de equilibrio de la disolución dependerá del pH impuesto.

Tal es el caso del par redox Fe(III)/Fe(II) y Cr(VI)/Cr(III) ya que pueden formar complejos con la especies disociadas del ácido sulfúrico y fosfórico:

En medio sulfúrico:



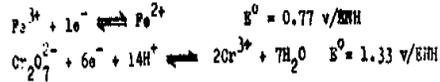
En medio fosfórico:



Además se conocen los valores de pKa de los ácidos complejantes:

$$\begin{aligned} \text{pK}_a \text{H}_3\text{PO}_4/\text{H}_2\text{PO}_4^-/\text{HPO}_4^{2-}/\text{PO}_4^{3-} &= 2.15; 7.2; 12.4. \\ \text{pK}_a \text{HSO}_4^-/\text{SO}_4^{2-} &= 1.6. \end{aligned}$$

Los valores de potenciales normales para titulado y titulante son:



Los datos anteriores permiten predecir la variación de $E^0 = f(\text{pL})$ tanto en medio fosfórico como en medio sulfúrico si se mantiene el pH constante y muy ácido. Las figuras siguientes muestran a modo de ejemplo tales diagramas:

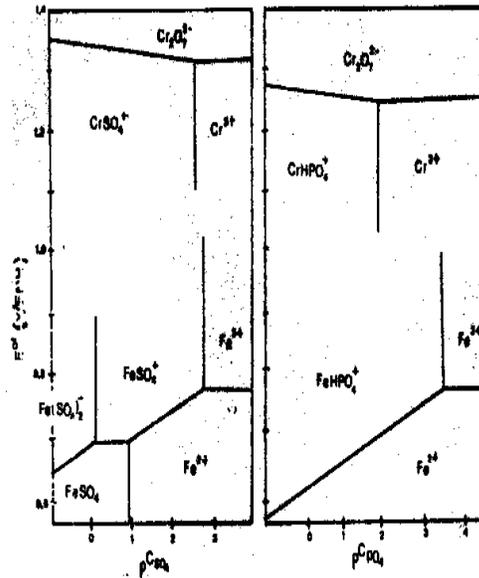


Diagrama $E^0 = f(\text{pSO}_4)$ para el Fe(III)/Fe(II) y Cr(VI)/Cr(III), a pH = 0.05

Diagrama $E^0 = f(\text{pPO}_4)$ para el Fe(III)/Fe(II) y Cr(VI)/Cr(III), a pH = 1.5

ELECTROQUÍMICA
 ANALÍTICA

3E 28 MAY 2002 3F

ALEJANDRO BAEZA

ráctica 4: Titulación por precipitación con monitoreo potenciométrico a Microescala Total. Control de una solución de solución salina isotónica (SSI, 0.85% p/v).

Objetivos:

- a) Normalizar una disolución de nitrato de plata con NaCl estándar con indicación visual utilizando cromato de potasio como indicador.
- b) Determinar el contenido de NaCl en una solución salina isotónica con monitoreo micropotenciométrico.
- b) Procesar los datos gráfica y algebraicamente así como con una Función de Gran Conveniente para determinar el volumen de punto final.

Antecedentes teóricos

Consultar los siguientes documentos:

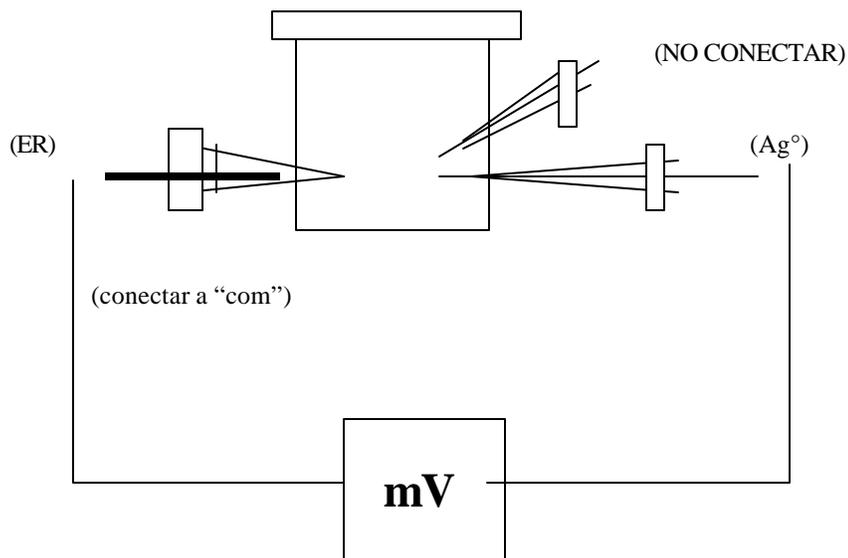
- 1) R. Ramette,
“Equilibrio y Análisis Químico”
Fondo Educativo Interamericano. 1983. Pág. 199.
- 2) D.C. Harris
“Análisis Químico Cuantitativo”
Grupo Editorial Iberoamericana. 1992. Pág. 151.
- 3) Santiago Vicente Perez
“Química de las Disoluciones: diagramas y cálculos gráficos”
Editorial Alambra S.A. Pág. 85.

Preguntas preliminares al trabajo experimental

- 1.0 Escribir la reacción de titulación y la reacción indicadora del punto final con dicromato.
- 2.0 Explicar porqué es necesario un puente de agar en una titulación argentométrica con electrodos convencionales a macroescala.
- 3.0 Trazar la curva de valoración teórica de NaCl 0.1 mol/L por nitrato de plata 0.1 mol/L por medio de sendos diagramas acoplados $\log [i] = f(pAg) = f(f)$.
- 4.0 Calcular gráficamente la concentración de cromato de potasio para tener el menor error de titulación.
- 5.0 Encontrar la Función de Gran adecuada para determinar el volumen de punto final por extrapolación a $F(G)=0$.

Actividades experimentales

Los volúmenes a usar de estándares y analitos deben calcularse con base a la utilización de buretas de 1 mL de capacidad.



b) Introducir 0.5 mL de la muestra de SSI y agua c.b.p. cubrir los electrodos.

c) Titular por adiciones de 20 μL con microagitación constante. Medir el potencial después de cada adición.

c) Elaborar la grafica $E = f(\text{ volumen agregado})$

Procesamiento de datos y discusión

- 1.0 Determinar el Titulo de la disolución de nitrato de plata (1 mL : mg NaCl)
- 2.0 Elaborar la gráficas $p_e = f(v)$; $(\Delta p_e / \Delta v) = f(\text{ vol. prom.})$. Determinar el v_{pf}
- 3.0 Elaborar la gráfica $F(G) = f(v)$ y por extrapolación determinar el v_{pf}
- 5.0 Determinar el contenido exacto del NaCl en la SSI analizada con sendos volúmenes de punto final Encontrados.
- 5.0 Comparar y concluir.

SEGUNDO CURSO DE QUIMICA ANALITICA

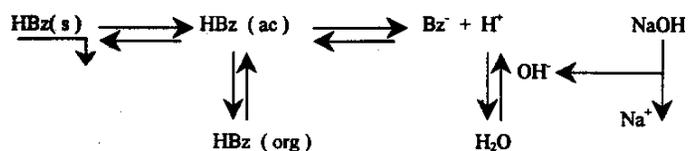
Ejercicio Práctico :

Estudio de los equilibrios heterogéneos sólido-líquido y líquido-líquido :El sistema del ácido benzoico

Dr. Alejandro Baeza.

PROPOSITOS

Estudiar los equilibrios de solubilidad y de distribución del ácido benzoico en un amplio dominio de pH acuoso :



Estrategia Experimental.

ESTUDIO DE LOS EQUILIBRIOS DE SOLUBILIDAD

sintetizar NaBz a partir de HBz y NaOH
 ↓
 valorar con HCl en medio monofásico acuoso
 ↓
 monitorear el pH durante la operación de valoración.

ESTUDIO DE LOS EQUILIBRIOS DE REPARTO

sintetizar NaBz a partir de HBz y NaOH
 ↓
 valorar con HCl en medio bifásico agua-cloroformo
 o agua-tetracloruro de carbono
 ↓
 monitorear el pH en la fase acuosa durante la operación de valoración

Consideraciones técnicas

- 1) Pesar una masa de HBz para tener en todas las experiencias una cantidad mol total no= 2.5 mmol.
- 2) Usar el NaOH para generar el benzoato de sodio en disolución. Su concentración debe ser tal que que se gaste un volumen pequeño para la síntesis requerida (por ejemplo \cong 1 ml). Procurar un exceso de NaOH de 0.5 mmol.
- 3) Se recomienda que el volumen de las fases acuosos y/o orgánicas sean iguales aproximadamente de 5 ml.
- 4) El potenciometro y/o pHmetro debe ser previamente calibrado.
- 5) Preparar el HCl para gastar aproximadamente 3 ml de volumen en cada punto final.
- 6) Anotar los datos en la bitácora de trabajo debidamente registrados.

Procesamiento de datos.

- 1) Mostrar las gráficas $\text{pH} = f(v)$ obtenidas.
- 2) Explicar los fenómenos ocurridos durante las experiencias.
- 3) Deducir los valore de K_s , K_D que caracterizan a los equilibrios heterogéneos estudiados.
- 4) Reflexionar sobre la utilidad de las operaciones químicas efectuadas (extracción, valoración) para el análisis de ácido benzoico en muestras de alimentos.
- 5) Proponer y realizar un experimento que corrobore la técnica de análisis propuesta (extraclase y opcional).

NOTA : Se sugiere apoyarse de sendos diagramas de solubilidad y extracción a pH controlado.

LABORATORIO DE QUIMICA ANALITICA II**EXAMEN PRACTICO: Intercambio iónico.****Dr. Alejandro Baeza*****Planteamiento del sistema en estudio.***

La Amberlita es una resina catiónica fuerte en forma sulfonato, RH, con una capacidad técnica, C_I aproximadamente igual a 5 mmol/g de H^+ intercambiables. Para determinar con exactitud la capacidad de intercambio se titula con NaOH normalizado en presencia de NaCl para acelerar la cinética de intercambio. Se determina el volumen de punto final con fenolftaleína.

Para llevar a cabo las operaciones analíticas convenientes se cuenta con microburetas de 1mL, microceldas y agitación micromagnética.

Preguntas

- 1.0 Diseñar y reportar un protocolo para determinar C_I . Indicar todos los procedimientos: masas pesadas de NaOH, biftalato de potasio, masas de muestras de resina catiónica, etc.

En esta protocolo debe indicarse las formulas para realizar los cálculos para determinar la capacidad de la resina.

- 2.0 Reportar en una tabla la masa de muestra, el volumen de punto final gastado, la capacidad de la resina.
- 3.0 Reportar el valor de C_I y el coeficiente de variación asociado, CV%, para $n=5$.

NOTA: SE PERMITIRÁ LA REALIZACIÓN EXPERIMENTAL DE LA DETERMINACION UNA VEZ QUE SEA APROBADO EL PROTOCOLO EXPERIMENTAL PRESENTADO