

Práctica 1

Preparación de disoluciones y determinación de la concentración de disoluciones por medio de una valoración (titulaciones ácido-base)

Problema a resolver: Para plantear el objetivo e hipótesis de la práctica se recomienda leer el protocolo completo, ya que la práctica está dividida en dos problemas experimentales. De la misma manera existe una tarea previa correspondiente a cada problema experimental. Se puede plantear un objetivo y una hipótesis por cada problema experimental, si lo consideras adecuado.

Primera parte: Preparación de disoluciones

Problemas:

- Preparar una disolución de NaOH aproximadamente 0.1 mol/L.
- Preparar disoluciones aproximadamente 0.1 mol/L de ácido clorhídrico, ácido sulfúrico y ácido cítrico.

Investigación y tarea previa

1. ¿Qué significa la palabra “higroscópico”? ¿cuál de las sustancias que se utilizarán durante la práctica presenta esta característica?
2. ¿Por qué las soluciones de NaOH deben guardarse en botellas de plástico?, ¿Existe alguna restricción a donde deben guardarse las disoluciones de ácidos?
3. ¿Qué cuidados hay que tener al mezclar ácidos o bases con agua?
4. Define las siguientes expresiones, indicando las unidades correspondientes (ej. gramos de soluto, mL de disolución, etc.): a) concentración molar, b) concentración porcentual: %m/m, %m/v, %v/v, c) densidad
5. Calcular las cantidades necesarias del soluto correspondiente para preparar:
 - a. 250 mL de solución de NaOH 0.1 mol/L a partir de una solución 2.5 mol/L.
 - b. 50 mL de solución de HCl 0.1 mol/L a partir de HCl concentrado comercial (37% m/m y densidad 1.18 g/mL)
 - c. 50 mL de solución de H₂SO₄ 0.1 mol/L a partir de H₂SO₄ concentrado comercial (98% m/m y densidad de 1.84 g/mL)
 - d. 50 mL de solución de ácido cítrico C₆H₈O₇ 0.1 mol/L a partir de ácido cítrico sólido.
6. ¿Cómo se preparan cada una de las disoluciones anteriores? Describe el procedimiento incluyendo el materia se requiere para preparar cada una.
7. ¿Cuál será la concentración molar de HCl de una disolución preparada tomando 10mL de una disolución 0.1 mol/L y aforando a 50mL?, ¿Cuál es el factor de dilución empleado?
8. ¿Cómo pueden prepararse, a partir de una disolución 0.1 mol/L, 100mL de una disolución de ácido cítrico cuatro veces menos concentrada?

Material por equipo

1 matraz aforado de 250mL	1 piseta
3 matraces aforados de 50mL	1 espátula
1 probeta de 100 mL	Etiquetas
1 pipeta graduada de 1mL	1 botella de polietileno de alta densidad de 500mL*
1 vaso de precipitados de 50mL	3 botellas de polietileno de alta densidad de aprox. 150 o 100 mL*

*Nota: Las botellas deberán ser llevadas al laboratorio por los alumnos el día de la práctica. Deben estar nuevas, limpias y secas. Estas no deberán ser de ninguna bebida o alimento.

Reactivos

Solución de NaOH 2.5 mol/L
H₂SO₄ concentrado
HCl concentrado
Agua destilada
Ácido cítrico sólido

Procedimiento. Preparación de disoluciones

1. Preparar las soluciones indicadas en la tarea previa (considera las precauciones y el procedimiento descrito).
2. Guardar las soluciones en las botellas de plástico, etiquetadas con la siguiente información:

Etiqueta

Fórmula de la sustancia: _____ Concentración aproximada: _____ *Concentración exacta: _____ Nombre del alumno: _____ Gaveta: _____ Fecha: _____
--

* La concentración exacta de las disoluciones será determinada la siguiente sesión

Resultados: *A fin de organizar mejor tu información, puedes utilizar si lo deseas la siguiente tabla como guía.*

Tabla 1. Datos de las disoluciones preparadas.

Disolución	Volumen preparado (mL)	Concentración (mol/L)	Masa o volumen de soluto requerido para la preparación
NaOH			
HCl			
H ₂ SO ₄			
C ₆ H ₈ O ₇			

Segunda parte: Determinación de la concentración de las disoluciones preparadas

Problema 1:

- Determinar la concentración exacta de la disolución de NaOH preparada en la primera parte de la práctica, empleando un patrón primario para estandarizarla.

Problema 2:

- Determinar la concentración de las disoluciones de ácidos preparados en la primera parte de la práctica, empleando la disolución de hidróxido de sodio estandarizada para titularla.

Investigación y tarea previa

1. ¿Qué es una titulación o valoración?
2. ¿Cómo se lleva a cabo una titulación?
3. ¿Qué es el punto de equivalencia de una titulación?
4. ¿Qué es un titulante o solución patrón?
5. ¿Qué es un analito? Y ¿Qué es una alícuota?
6. ¿Qué es una solución valorada, estandarizada o normalizada?
7. ¿Qué es un indicador ácido-base? ¿Cuál es el color de la fenolftaleína en medio ácido y en medio básico?
8. Dibujar la estructura de Lewis de los siguientes ácidos: ácido clorhídrico, ácido sulfúrico y ácido cítrico.
9. Escribe las reacciones de neutralización entre los tres ácidos anteriores e hidróxido de sodio. De acuerdo con las ecuaciones balanceadas, ¿Cuántos moles de iones H^+ libera un mol de cada uno de estos ácidos?
10. Investiga los siguientes conceptos: Porcentaje de error, desviación estándar (muestral y poblacional), y coeficiente de variación. ¿Cómo se calculan?, y ¿Qué representan o que información nos arrojan respecto a una determinación experimental?

11. Resuelve el siguiente ejercicio:

En el laboratorio de Química General II se les pidió a cuatro alumnos que realizaran mediciones de volúmenes con una bureta con la intención de saber quién hace las mediciones más precisas y más exactas. A los tres se les indicó que midieran 22.5 mL. Los cuatro alumnos tuvieron los siguientes resultados:

Alumno 1	Alumno 2	Alumno 3	Alumno 4
22.5 mL	22.5 mL	24.2 mL	24.1 mL
22.4 mL	22.4 mL	24.3 mL	22.0 mL
22.7 mL	22.5 mL	24.3 mL	22.4 mL
23.0 mL	22.4 mL	24.2 mL	21.2 mL

Considerando los datos anteriores y el volumen de 22.5 mL como valor verdadero o esperado, relaciona las siguientes columnas:

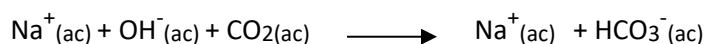
- | | |
|--------------------------------|-------------------------------------|
| a) Las mediciones del Alumno 1 | () Son precisas pero no exactas |
| b) Las mediciones del Alumno 2 | () No son precisas ni exactas |
| c) Las mediciones del Alumno 3 | () Son precisas y exactas |
| d) Las mediciones del Alumno 4 | () No son precisas pero si exactas |

12. Lee el documento Anexo: Cálculo de CV en la página de *amyd*, sección protocolos.

Introducción.

Valoraciones:

Conocer la concentración exacta de un reactivo en una disolución no siempre es un asunto sencillo. El hidróxido de sodio por ejemplo, suele tener una cantidad de humedad no fácil de conocer o eliminar. Así, suele suceder que si pesamos 20 gramos del reactivo tomado del frasco, en realidad tengamos algo como 19 gramos de NaOH y 1 gramo de H₂O. Existe otro inconveniente: el dióxido de carbono ambiental es muy soluble en las disoluciones de hidróxido de sodio, con el que reacciona de la siguiente manera:



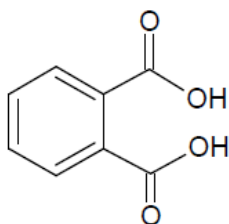
Esta reacción hace que disminuya la concentración de OH⁻ en la solución original.

Por estas razones, cuando se desea conocer la concentración exacta de una disolución de hidróxido de sodio, es necesario realizar un procedimiento químico, al que se le conoce como *valoración, titulación, o estandarización*. A una solución cuya concentración ha sido determinada mediante este procedimiento se le llama una solución *valorada, titulada o estandarizada*.

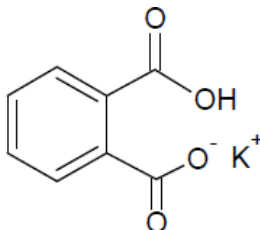
Para llevar a cabo este procedimiento de valoración, se requiere hacer reaccionar a la NaOH con otro reactivo, cuya concentración sí se conozca con precisión. Para esto se requiere que este otro reactivo reúna las siguientes propiedades:

- Tener elevada pureza
- Ser poco higroscópico
- Ser estable a temperatura ambiente
- Ser soluble en agua
- Poder ser secado en una estufa
- No debe absorber gases
- Reaccionar rápida y completamente con la sustancia a valorar

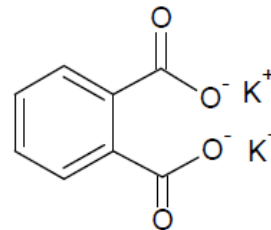
A este tipo de sustancias se les conoce como patrón primario, o estándar primario. Una de las sustancias más empleadas como patrón primario para titular disolución de NaOH, es el biftalato de potasio. El ácido ftálico, es un ácido orgánico con dos hidrógenos ácidos, uno en cada grupo carboxilo. El ion biftalato es el anión resultante de la pérdida de un hidrógeno ácido del ácido ftálico, pero que conserva otro hidrógeno ácido. (Semejante al caso del ácido carbónico H₂CO₃ y el ion bicarbonato).



Ácido ftálico (H₂Ft)



biftalato de potasio (KHFt)



ftalato de potasio (K₂Ft)

Expresiones de la concentración:

Se dice que una disolución es 1 mol/L (antes 1M) cuando contiene *un mol* de soluto en un litro de disolución, sin importar la naturaleza del soluto. En cambio se dice que una disolución es 1 eq/L (también representada como 1 N) si ésta contiene *un equivalente* de soluto en un litro de disolución. En el caso de los ácidos, un mol de ácido puede tener una o más moles de hidrógenos ácidos que pueden reaccionar. Así, una solución 1M de un ácido como el sulfúrico, contiene **un** mol de moléculas de H₂SO₄ y **dos** moles de átomos de hidrógeno, o dos *equivalentes* de partículas H⁺ que se neutralizarán en una reacción ácido-base. Por lo que, para este ácido, decimos entonces que esa solución 1 mol/L es también 2 N.

Nota: Actualmente la molaridad se conoce como **concentración de cantidad**; se refiere a la cantidad de un componente dividido entre el volumen de la mezcla, también se conoce como concentración de cantidad de sustancia o concentración de sustancia. Las unidades son mol/dm³ o mol/L.

Para mayor información consulta: <http://goldbook.iupac.org/A00295.html>

Problema 1:

Reactivos:

Solución de NaOH 0.1 mol/L (preparada por los alumnos)
Biftalato de potasio (204.23g/mol)
Solución de fenolftaleína (indicador)

Material por equipo

1 bureta con pinzas
3 matraces Erlenmeyer de 125 mL
2 Pipetas volumétricas de 10mL

Procedimiento: Titulación de NaOH ≈0.1 mol/L con biftalato de potasio

1.- Pesar cuidadosamente tres muestras de aproximadamente 0.15 g de biftalato de potasio seco. Las muestras, que no deberán tener la misma masa, se transfieren a tres matraces Erlenmeyer etiquetados con la masa correspondiente.

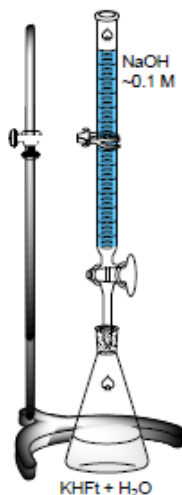
2.- Añadir a cada matraz Erlenmeyer, aproximadamente 50mL de agua destilada, agitar el biftalato de potasio.

Nota 1: No es necesario haber disuelto por completo al biftalato de potasio para iniciar la titulación, éste se irá disolviendo al ir reaccionando.

Nota2: La titulación debe llevarse a cabo por triplicado, variando ligeramente la masa de biftalato de potasio y el volumen de agua)

3.- Agregar tres gotas de fenolftaleína a cada matraz.

4.- Monta el equipo de titulación de acuerdo a la siguiente figura:



5.- Llenar la bureta volumétrica de 50mL limpia y etiquetada con la solución de NaOH por valorar y guardar la solución restante en una botella de plástico con etiqueta.

5.- Titular la primera de las tres disoluciones preparadas de biftalato de potasio, agregando la solución de hidróxido de sodio de gota en gota y con agitación constante hasta que la solución tome un color rosa que perdura a pesar de la agitación.

Nota: Conviene colocar una hoja de papel blanco debajo del Erlenmeyer, para apreciar bien el cambio de color.

6.- El cambio de color indica que la reacción se ha completado y se dice que se ha alcanzado el *punto final* o *punto de equivalencia* de la reacción. Anotar el volumen de sosa gastado..

7.- Titular la segunda y tercera muestras adicionando volúmenes más pequeños al aproximarse el punto de equivalencia esperado. Tomar nota del volumen de sosa gastado en cada experimento. Con esta información y realizando los cálculos necesarios para determinar la concentración de la disolución de NaOH.

Tratamiento de residuos.

Las muestras de biftalato de potasio ya valoradas con sosa, pueden verterse al drenaje.

Resultados

A fin de organizar mejor tu información, puedes utilizar si lo deseas las siguientes tablas como guía.

Considerando la cantidad de biftalato de potasio pesado para cada valoración, calcula el volumen de solución de NaOH 0.1 mol/L necesario para reaccionar con cada muestra (**volumen teórico**) y en la última columna anota el volumen de NaOH que obtuviste en tus experimentos (**volumen experimental**).

Tabla 2. Volúmenes teóricos de las valoraciones de NaOH con biftalato de potasio.

Muestra	Masa de biftalato de potasio (g)	Cantidad de biftalato de potasio (mol)	Volumen teórico de NaOH 0.1 mol/L (mL)	Volumen experimental de NaOH 0.1mol/L (mL)
1				
2				
3				

Tabla 3. Resultados de la valoración de NaOH con biftalato de potasio.

Reacción: $\text{HFt}^- + \text{OH}^- \longrightarrow \text{Ft}^{2-} + \text{H}_2\text{O}$						
Muestra	masa de biftalato de potasio (g)	cantidad de biftalato de potasio (moles)	relación estequiométrica	cantidad de NaOH que reaccionó (moles)	vol. De NaOH consumido (mL)	concentración de NaOH (mol/L)
1						
2						
3						
					Promedio =	

Una vez que se haya calculado el promedio de la concentración de la disolución de NaOH preparada, **anota este valor en la botella de plástico** donde guardaste la disolución. **Este valor corresponde a la concentración exacta de NaOH** y es necesario para la determinación de la concentración de las disoluciones ácidas.

Análisis de resultados:

1. La cantidad de **agua** añadida al biftalato de potasio, ¿tiene alguna influencia en la determinación de la concentración de la disolución de NaOH? ¿Por qué?
2. Calcula el % de error, comparando la concentración determinada experimentalmente con el valor esperado. Emplea el criterio señalado en la siguiente tabla para calificar tus resultados:

Intervalo de % error	Calificación
De 0 a 1 %	Excelente
De 1 a 5 %	Muy bueno
De 5 a 10 %	Aceptable
De 10 a 20 %	Mejorable
Mayor a 20 %	Inaceptable

3. ¿Qué tan semejante es la concentración del NaOH determinada con respecto a la esperada?
4. ¿Con qué se relaciona el porcentaje de error, en términos de la precisión o exactitud de la determinación?
5. ¿Consideras que es posible preparar experimentalmente una disolución de hidróxido de sodio cuya concentración sea exactamente 0.1 mol/L? Argumenta tu respuesta.

Problema 2:

Reactivos:

Solución de NaOH aprox. 0.1 mol/L (valorada la sesión anterior)
50 mL de solución de HCl 0.1 mol/L preparada la sesión anterior.
50 mL de solución de H₂SO₄ 0.1 mol/L preparada la sesión anterior.
50 mL de solución de H₃Cit 0.1 mol/L preparada la sesión anterior.
Solución de fenolftaleína (indicador)

Material por equipo

1 bureta con pinzas
3 matraces Erlenmeyer de 125 mL
2 Pipetas volumétricas de 10mL

Procedimiento: Titulación de los tres ácidos, empleando la disolución valorada.

1. Titular independientemente tres alícuotas de 10 mL de HCl con el NaOH valorado previamente. Usar dos gotas de solución de *fenolftaleína* como indicador. Registrar los datos en la Tabla 1 (junto con la reacción completa y balanceada) Completar la tabla realizando los cálculos necesarios para conocer la concentración exacta del HCl en molaridad, normalidad y % m/v.

2. Titular independientemente tres alícuotas de 10 mL de H₂SO₄ con el NaOH valorado previamente. Usar dos gotas de solución de *fenolftaleína* como indicador. Registrar los datos en Tabla 2 (junto con la reacción completa y balanceada) Completar la tabla realizando los cálculos necesarios para conocer la concentración exacta del H₂SO₄ en molaridad, normalidad y % m/v.

3. Titular independientemente tres alícuotas de 10 mL de H₃Cit con el NaOH valorado previamente. Usar dos gotas de solución de *fenolftaleína* como indicador. Registrar los datos en Tabla 3, (junto con la reacción completa y balanceada) Completar la tabla realizando los cálculos necesarios para conocer la concentración exacta del H₃Cit en molaridad, normalidad y % m/v.

Tratamiento de los residuos.

Las muestras valoradas pueden desecharse en el drenaje, así como el ácido cítrico sobrante. El resto de las soluciones deben neutralizarse, antes de verterlas al drenaje.

Resultados: A fin de organizar mejor tu información, puedes utilizar si lo deseas las siguientes tablas como guía.

Tabla 4. Normalización de HCl

Concentración del NaOH empleado como titulante: _____ Volumen de la alícuota: _____

Reacción: $\text{HCl}_{(ac)} + \text{NaOH}_{(ac)} \longrightarrow$							
Alícuota	vol. NaOH consumido (mL)	Cantidad de NaOH (moles)	Relación estequiométrica	Cantidad de HCl en la alícuota (moles)	Concentración del HCl		
					Molar	Normal	%m/v
1							
2							
3							
				Promedio:			

Tabla 5. Normalización de H₂SO₄

Concentración del NaOH empleado como titulante: _____ Volumen de la alícuota: _____

Reacción: $H_2SO_{4(ac)} + NaOH_{(ac)} \longrightarrow$							
Alícuota	vol. NaOH consumido (mL)	Cantidad de NaOH (moles)	Relación estequiométrica	Cantidad de H ₂ SO ₄ en la alícuota (moles)	Concentración del H ₂ SO ₄		
					Molar	Normal	%m/v
1							
2							
3							
Promedio:							

Tabla 6. Normalización de H₃Cit

Concentración del NaOH empleado como titulante: _____ Volumen de la alícuota: _____

Reacción $H_3Cit_{(ac)} + NaOH_{(ac)} \longrightarrow$							
Alícuota	vol. NaOH consumido (mL)	Cantidad de NaOH (moles)	Relación estequiométrica	Cantidad de H ₃ Cit en la alícuota (moles)	Concentración del H ₃ Cit		
					Molar	Normal	%m/v
1							
2							
3							
Promedio:							

Análisis de resultados:

1. Considerando la concentración esperada para cada ácido, determina el **porcentaje de error** obtenido para la concentración determinada experimentalmente para cada ácido.
2. Determina la desviación estándar muestral (s), así como el coeficiente de variación, de las concentraciones determinadas para cada disolución.
3. El % error da un indicativo de la exactitud, mientras que la precisión puede medirse con el valor de coeficiente de variación CV. De acuerdo con el criterio establecido en las siguientes tablas, califica la exactitud y precisión para la titulación de los ácidos valorados y da una posible explicación sobre el resultado obtenido.

Intervalo de % error	Calificación
De 0 a 1 %	Excelente
De 1 a 5 %	Muy bueno

CV	Calificación
De 0 a 1 %	Trabajo muy preciso
De 1 a 5 %	Trabajo reproducible y preciso

De 5 a 10 %	Aceptable
De 10 a 20 %	Mejorable
Mayor a 20 %	Inaceptable

De 5 a 10 %	Trabajo poco preciso y mejorable
De 10 a 20 %	Procedimiento experimental con descuidos graves
Mayor a 20 %	Trabajo errático y poco reproducible

Problemas adicionales (para prepararse para el examen, no se incluyen en el informe final)

1. Expresar la concentración de la disolución 1 mol/L de KOH en %m/V
2. La fenolftaleína empleada en esta práctica como indicador, es una disolución al 1% m/v en etanol de una sustancia sólida de fórmula $C_{20}H_{14}O_4$. a) ¿Qué masa de fenolftaleína se requiere para preparar 25 mL de la disolución indicadora? b) ¿Cuál es la molaridad de esta disolución?
3. Se tiene un frasco de hidróxido de sodio húmedo y se desea conocer su pureza. Se pesa 1 g de esta muestra y se disuelve en agua, hasta alcanzar un volumen final de 100 mL. Con esta disolución se titulan 0.5 g de biftalato de potasio disueltos en 30 mL de agua. Si el volumen de NaOH gastado fue de 11.1 mL. Calcula la concentración de la disolución de NaOH preparada y el % de pureza de reactivo analizado.
4. Si se tiene una disolución 0.1 mol/L de H_3Cit y una disolución 0.1 mol/L de H_2SO_4 , ¿Cuál tiene mayor acidez total?
5. Si se tiene una disolución 0.1 eq/L de H_3Cit y una disolución 0.1 eq/L de H_2SO_4 , ¿Cuál tiene mayor acidez total?
6. ¿Qué volumen (mL) de NaOH 1 mol/L se necesita para neutralizar por completo 50 mL de una disolución de ácido fosfórico (H_3PO_4) 0.2 mol/L?

Conclusiones

¿Qué procedimiento experimental permite conocer la concentración exacta de una disolución?, ¿Cuándo es necesario realizar este procedimiento?

Reporta la concentración exacta de las disoluciones determinadas durante la práctica.