UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN NICÓLAS DE HIDALGO

FACULTAD DE BIOLOGÍA

MANUAL DE PRÁCTICAS DEL LABORATORIO

DE

QUÍMICA ANALÍTICA

2022

Elaborado por:

Q. Rosa María Torres Ponce de León

I.Q. Maria Silvia Aguilera Ríos

M.C. Idolina Molina León

UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN NICÓLAS DE HIDALGO

FACULTAD DE BIOLOGÍA

MANUAL DE PRÁCTICAS DE LA MATERIA QUÍMICA ANALÍTICA

Alumno: _____

Matrícula: _____

Semestre _____

Nombre del profesor _____

Nombre del técnico académico _____

Elaborado para el nuevo plan de Estudios de la Facultad de Biología por:

I.Q. Maria Silvia Aguilera Ríos

Q.F.B. Francisco Javier Gaona Zamudio

Q.F.B. Rita Sandra Mendoza Olivares

Q.F.B. Mariela Roque Flores

Revisado en Agosto del 2022 por:

Q.F.B. Rita Sandra Mendoza Olivares

Q.F.B. Francisco Javier Gaona Zamudio

Morelia, Michoacán, Agosto del 2022

CONTENIDO

REGLAMENTO 7

1 CONOCIMIENTO, USO Y MANEJO DE LA BALANZA ANALÍTICA..... 9

2 DETERMINACIÓN DE HUMEDAD EN UNA PLANTA 17

3 DETERMINACIÓN DE CENIZAS EN UNA PLANTA 23

4 PREPARACIÓN DE SOLUCIONES DE ÁCIDO CLORHÍDRICO E HIDRÓXIDO DE SODIO 0.02N ... 29

5 VALORACIÓN DE SOLUCIONES DE ÁCIDO CLORHÍDRICO E HIDRÓXIDO DE SODIO 0.02N..... 37

6 DETERMINACIÓN DE ACIDEZ EN UNA MUESTRA DE AGUA 45

7 DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD EN UNA MUESTRA DE AGUA 53

8 DETERMINACIÓN DE DUREZA TOTAL Y DUREZA PERMANENTE EN UNA MUESTRA DE AGUA 61

9 DETERMINACIÓN DE CLORUROS EN UNA MUESTRA DE AGUA. 69

10 DETERMINACIÓN DE OXÍGENO DISUELTO EN UNA MUESTRA DE AGUA..... 75

11 DETERMINACIÓN DE FÓSFORO EN UNA MUESTRA DE AGUA..... 83

BIBLIOGRAFÍA 91

REGLAMENTO INTERNO DEL LABORATORIO

1. El alumno deberá asistir puntualmente a la hora señalada.
2. Para el ingreso al laboratorio es obligatorio portar la bata de manga larga, el cuestionario resuelto correspondiente a esa práctica.
3. Está prohibido, fumar, comer, tomar bebidas y jugar.
4. Todo material o reactivo que sea dañado será repuesto por el equipo de trabajo en un plazo no mayor de 30 días.
5. Al término de la práctica, el equipo de cada mesa entregará limpio el material y área de trabajo.
6. Guardar respeto hacia sus compañeros así como al profesor.
7. El uso y manejo de sustancias tóxicas será guiado por el profesor del laboratorio.

SISTEMA DE EVALUACIÓN

1) Se requiere mínimo el 80% de asistencia al laboratorio

2) La calificación del Laboratorio se divide de la siguiente manera:

   a. Trabajo de laboratorio 30%

   b. Manual de prácticas 30%

   c. Examen final 40%

Si el alumno reprueba el examen final o no tiene el porcentaje mínimo de asistencia esta automáticamente en el examen extraordinario siempre y cuando haya asistido mínimo al 60% de las prácticas de la materia.

PRÁCTICA 1
CONOCIMIENTO, USO Y MANEJO DE LA BALANZA ANALÍTICA

INTRODUCCIÓN

La balanza analítica es un instrumento de precisión que sirve para determinar la cantidad de materia que existe en un cuerpo (masa). Como cualquier otra medida instrumental, está sujeta a errores que depende de las condiciones en que se lleva a cabo; sala, ambiente, mesa, entre otros.

La balanza analítica es la que nos proporciona mayor exactitud y por tal motivo es usada en ambientes como laboratorios clínicos y de Química.

La balanza analítica es uno de los instrumentos de medida más usados en el laboratorio y de la cual dependen básicamente todos los resultados analíticos. Las balanzas analíticas modernas que pueden ofrecer valores de precisión de lectura de 0.1 microgramo a 0.1 mg están bastante desarrolladas de manera que no es necesaria la utilización de cuartos especiales para la medida del peso. Aun así, el simple empleo de circuitos electrónicos no elimina las interacciones del sistema con el ambiente. De estos, los efectos físicos son los más importantes porque no pueden ser suprimidos.

Los principales puntos que deben de ser considerados para su correcta posición son:

Características de la sala de medida :

- Tener apenas una entrada.
- Tener el mínimo número de ventanas posible, para evitar la luz directa del sol y corrientes de aire.
- Ser poco susceptible a choques y vibraciones

Las condiciones de la mesa para la balanza :

- Quedar firmemente apoyada en el suelo o fija en la pared, de manera a transmitir un mínimo de vibraciones posible.
- Ser rígida, no pudiendo ceder o inclinarse durante las operaciones de medida. Se puede utilizar una de laboratorio bien estable o una de piedra.
- Localizarse en los sitios más rígidos de la construcción, generalmente en los rincones de la sala.
- Ser anti magnética (no contener metales o acero) y protegida de cargas electrostáticas (no contener plásticos o vidrios).

Las condiciones ambientales :

- Mantener la temperatura de la sala constante.
- Mantener la humedad entre 45% y 60% (debe de ser monitoreada siempre que sea posible).
- No permitir la incidencia de luz solar directa.
- No hacer las medidas cerca de irradiadores de calor.
- Instalar las luminarias lejos de la bancada, para evitar disturbios por radiación térmica. El uso de lámparas fluorescentes es menos problemático.
- Evitar la medida cerca de aparatos que utilicen ventiladores (ej: aire acondicionado, ordenadores, etc.) o cerca de la puerta.

Cuidados básicos

- Verificar siempre la nivelación de la balanza.
- Dejar siempre la balanza conectada a la toma y prendida para mantener el equilibrio térmico de los circuitos electrónicos.
- Dejar siempre la balanza en el modo “standby”, evitando la necesidad de nuevo tiempo de calentamiento (“warm up”).

Material utilizado para pesar

Una sustancia a pesar no debe colocarse directamente sobre el platillo, debe colocarse un recipiente sobre el platillo limpio y en él colocar la sustancia a pesar.

• Vidrio reloj: es útil para pesar pequeñas cantidades de sustancia que no absorban humedad, es decir, que no sean higroscópicas.

• Pesafiltros: al disponer de una tapa permite pesar sustancias higroscópicas, es útil sobre todo cuando se trabaja con una balanza capaz de apreciar cantidades muy pequeñas.

- También se utilizan vasos de precipitados, placas de Petri, cápsulas de porcelana, cajas de aluminio, etc.

• Los sólidos se transfieren de un recipiente a otro por medio de una cucharita o de una espátula (vienen en diferentes medidas).

El frasco de medida

- Usar siempre el menor frasco de medida posible.
- No usar frascos plásticos cuando la humedad esté abajo del 30-40%.
- La temperatura del frasco de medida y su contenido deben de estar a la misma temperatura del ambiente de la cámara de medida.
- Nunca tocar los frascos directamente con los dedos al ponerlos o sacarlos de la cámara de medida.
- Poner el frasco siempre en el centro del plato de medida.
- Remover el frasco del plato de medida luego que termine la operación de medida del peso.

USO DE LA BALANZA

La lectura

- Verificar si el display indica exactamente cero al empezar la operación. Tare la balanza, si es necesario.
- Leer el resultado de la operación luego que el detector automático de estabilidad desaparezca del display.

Calibración

- Calibrar la balanza regularmente, más todavía cuando está siendo operada por vez primera, si fue cambiada de sitio, después de cualquier nivelación y después de grandes variaciones de temperatura o de presión atmosférica.

Mantenimiento

- Mantener siempre la cámara de medida y el plato limpios.
- Proteger del polvo
- Proteger de alteraciones de corriente

OBJETIVO

Conocer y aprender a utilizar las funciones de la balanza analítica, para efectuar mediciones precisas, exactas y reproducibles.

MATERIAL

Balanza analítica

Caja de aluminio

Pinzas para crisol

Espátula

Papel encerado

MUESTRAS

Azúcar (sacarosa)

Sal de mesa (cloruro de sodio)

Carbonato de calcio

Monedas de 2$, 5$ y 10$

PROCEDIMIENTO

Encender la balanza digital y esperar a que marque cero, colocar un papel encerado, anotar el peso del papel o tarar hasta que aparezca un cero en el display. Pesar un gramo de la sustancia lo más exacto y anotar el dato obtenido.

Encender la balanza analítica teniendo cuidado de seguir todas las indicaciones que se mencionan en la introducción de esta práctica, hasta que marque cero el display de la balanza. Colocar con ayuda de unas pinzas para crisol una caja de aluminio en el centro del platillo, cerrar las puertas y esperar hasta que permanezca constante el número, anotar el peso de la caja de aluminio o tarar hasta que aparezca cero en el display. Con mucho cuidado transferir la sustancia pesada previamente en la balanza digital y anotar la cantidad pesada en su manual. Realizar 10 mediciones.

Regresar la sustancia al frasco de origen

Comparar los resultados y argumentar cuál de las 2 balanzas nos da mayor precisión.

RESULTADOS

Muestra pesada:_____

Medición	Masa en la balanza digital	Masa en la balanza analítica
1		
2		
3		
4		
5		
6		
7		
8		
9		
10		

CÁLCULOS

Con los datos obtenidos en las pesadas, determinar el error de cada balanza.

ESQUEMAS

CUESTIONARIO

1. Investigar todos los cuidados que se deben tener con la balanza respecto a:

a) Sala de medición

b) Mesa para la balanza

c) Condiciones ambientales

d) Mantenimiento

2. Cuál es la causa de que aumente o disminuya la lectura continua y lentamente?

3. En qué recipientes se deben pesar:

a) Sustancias pulverizadas

b) Líquidos corrosivos volátiles

4. ¿Cuáles son los errores más comunes cuándo se usa una balanza analítica?

OBSERVACIONES

CONCLUSIONES

BIBLIOGRAFÍA

PRÁCTICA 2
DETERMINACIÓN DE HUMEDAD EN UNA PLANTA

INTRODUCCIÓN

El agua tiene una gran importancia en los sistemas vivientes como componente fundamental del protoplasma y cómo nutriente esencial para los organismos.
La adaptación evolutiva de las plantas a su medio, especialmente a la cantidad de agua disponible se refleja en varias de sus características anatómicas:

Xerófitas: Plantas que se han desarrollado bajo condiciones de extrema sequedad. Poseen una raíz considerablemente reducida y muy cutinizada para reducir al mínimo la pérdida de agua en la planta por evaporación al producirse la transpiración. Además poseen estomas profundas y escasas.

Hidrófitas: Plantas que se han desarrollado en un medio de gran abundancia de agua. Poseen sistemas radicales relativamente simples que funcionan como anclaje, su cubierta es poco o nada cutinizada para poder absorber numerosos espacios aéreos intercomunicados.

Mesófitas: Plantas que se han adaptado a condiciones de humedad moderada representan la proporción más grande de plantas de las regiones templadas. Sus adaptaciones estructurales son en general intermedias entre las plantas xerófitas e hidrófilas.

El agua se encuentra en una amplia variedad de materiales. **El análisis gravimétrico** es uno de los métodos más exactos y precisos para efectuar análisis macrocuantitativos por diferencia de peso. Para esto la muestra se somete a calentamiento (100-110ºC), evaporando el agua por espacio de 2 o 3 horas, pesándose la muestra antes y después del calentamiento.

Cuando la materia orgánica se somete a un calentamiento a temperaturas mayores a la de combustión (>450ºC), se oxida y la producción de óxidos de carbono y de nitrógeno son liberados dejando como residuos los componentes inorgánicos denominados “cenizas”. La cantidad de cenizas en una planta se obtiene por la diferencia de peso de la muestra antes y después de la ignición.

OBJETIVO

Determinar el porcentaje de humedad en una planta

MATERIAL

Balanza analítica
Estufa
Desecador
Caja de aluminio
Espátula
Pinzas para crisol

MUESTRA BIOLÓGICA

Planta (puede ser: cilantro, trébol, hierbabuena, menta, pétalos de alguna flor como la rosa, crisantemo, margarita, manzanilla, etc.) De preferencias de hoja delgada

PROCEDIMIENTO

Lavar la caja de aluminio y colocar en la estufa durante una hora 100-110 ºC sin taparla.
Retirar la caja de aluminio cuidadosamente de la estufa con pinzas para crisol (sin taparla) y dejar enfriar en un desecador (caja y tapa) durante 15 o 20 minutos.
Con las pinzas para crisol retire la caja de aluminio del desecador y cuantifique su masa con la balanza analítica.

Regrese la caja de aluminio al desecador durante otros 15 o 20 minutos y pese nuevamente. Si la primera pesada es igual a la segunda, entonces la caja de aluminio está a peso constante. En caso contrario repita el procedimiento hasta que no exista variación.
Coloque en la caja de aluminio una muestra vegetal (5 a 10 gramos) previamente fraccionada y pésela exactamente. La tapa se coloca debajo de la caja y se introduce en la estufa por 2 horas a una temperatura de 100-110 ºC. Después de ese tiempo se retira de la estufa (tapándola previamente con las pinzas para crisol y se pasa al desecador para que se enfríe y adquiera la temperatura ambiente en un medio exento de humedad.

La determinación se da por terminada cuando al pesar el recipiente con la muestra el peso no varía y se logra tener un peso constante.

CÁLCULOS

$$\% H_2O = \frac{(B - C) \times 100}{(B - A)}$$

A= _____

B= _____

C= _____

A= peso constante de la caja
B= peso inicial de la caja con muestra
C= peso constante de la caja con muestra después del calentamiento de 100-110ºC

B-C= pérdida de peso debido a la evaporación del agua
B-A= peso inicial de la muestra

RESULTADOS

$$\% H_2O = \frac{(\qquad - \qquad) \times 100}{(\qquad - \qquad)}$$

$$\% H_2O = \underline{\qquad\qquad\qquad\qquad}$$

TABLA 2.1 RESULTADOS GRUPALES DE HUMEDAD

	MUESTRA	% DE HUMEDAD
Equipo 1		
Equipo 2		
Equipo 3		
Equipo 4		
Equipo 5		
Equipo 6		

ESQUEMAS

CUESTIONARIO

1. Explique ampliamente el fundamento del método utilizado en esta práctica

2. Investigue otras formas de determinar la humedad en una planta

3. Describe en dónde podrías aplicar esta determinación

OBSERVACIONES

CONCLUSIONES

BIBLIOGRAFÍA

PRÁCTICA 3
DETERMINACIÓN DE CENIZAS EN UNA PLANTA

INTRODUCCIÓN

Las cenizas de una muestra son un término analítico equivalente al residuo inorgánico que queda después de calcinar la materia orgánica. Las cenizas normalmente, no son las mismas sustancias inorgánicas presentes en la muestra original, debido a las perdidas por volatilización o a las interacciones químicas entre los constituyentes.

El valor principal de la determinación de cenizas (y también de las cenizas solubles en agua, la alcalinidad de las cenizas y las cenizas insolubles en ácido) es que supone un método sencillo para determinar la calidad de algunas muestras. Las cenizas deberán estar comprendidas entre ciertos valores, lo cual facilitará en parte su identificación.

En los vegetales predominan los derivados de potasio y en las cenizas animales los del sodio. El carbonato potásico se volatiliza apreciablemente a 700°C y se pierde casi por completo a 900°C.
El carbonato sódico permanece inalterado a 700°C, pero sufre pérdidas considerables a 900°C.
Los fosfatos y carbonatos reaccionan además entre sí.

Método de cenizas totales

En este método toda la materia orgánica se oxida en ausencia de flama a una temperatura que fluctúa entre los 550-600°C; el material inorgánico que no se volatiliza a esta temperatura se conoce cómo ceniza.

Determinación de cenizas en seco y húmedo

Para la determinación de cenizas se siguen métodos para determinación en seco y en húmedo; en cuanto a la determinación de cenizas en seco hay varias ventajas y desventajas.

La determinación en seco es el método más común para determinar la cantidad total de minerales en muestras y este método se basa en la descomposición de la materia orgánica quedando solamente materia inorgánica en la muestra, este método es eficiente ya que determina tanto cenizas solubles en agua, insolubles y solubles en medio ácido. Por otro lado la determinación húmeda se basa en la descomposición de la materia orgánica en medio ácido por lo que la materia inorgánica puede ser determinada por gravimetría de las sales que precipiten, y también por algún otro método analítico para las sales que permanezcan en disolución acuosa o ácida. Para la determinación húmeda se dan cenizas alcalinas, ácidas y neutras y esto se basa en el tipo de anión o catión ya sea metálico o complejo de tal suerte que hay cenizas como tartratos, citratos que producirán cenizas con un carácter alcalino, esto es demostrable para otros compuestos minerales. Es necesario tomar en cuenta que también un índice de alcalinidad de cenizas es muestra del contenido de carbonatos en disolución acuosa.

Determinación de elementos minerales

El término elementos minerales incluyen a elementos como carbono, hidrógeno, nitrógeno, oxígeno y azufre. El número de estos elementos que se encuentran en las muestras es muy considerable incluyéndose en el: silicio, calcio, magnesio, sodio, potasio, fósforo, azufre, cloro, hierro, aluminio, manganeso, flúor, arsénico, cobalto, cobre, mercurio, molibdeno, plomo, selenio, estroncio, zinc, yodo, mercurio y boro.

En algunos casos estos elementos son naturales en las muestras, mientras que en otros casos son producto de la contaminación. Los métodos de determinación más comunes se basan en la titulación complejométrica con EDTA o algún otro quelante y por gravimetría (para cationes metálicos).

OBJETIVO

Determinar el porcentaje de cenizas en una planta

MATERIAL

Balanza analítica
Mufla
Desecador
Crisol
Espátula
Pinzas para crisol
Cápsula de porcelana

MUESTRA BIOLÓGICA

Planta de hoja gruesa como: hoja de guayaba, aguacate, níspero, naranja, limón, mandarina, zacate té de limón, malva.

PROCEDIMIENTO

Colocar un crisol de porcelana completamente limpio, en la estufa a 100 o 110ºC por una hora.

Enfriar en el desecador hasta que se adquiera la temperatura ambiente, péselo y repita la operación hasta obtener el peso constante.

Ponga dentro del crisol de 5 a10 gramos de la muestra (planta triturada) y coloque el crisol dentro de la mufla a 600 ºC durante una hora.

Enfriar ligeramente y colocar en un desecador hasta obtener temperatura ambiente. Pesar en la balanza analítica y repite el procedimiento de enfriamiento hasta obtener peso constante.

CÁLCULOS

$$\% \text{ Cenizas} = \frac{(C - A) \times 100}{(B - A)}$$

A= peso constante del crisol vacío
B= peso del crisol con la muestra
C= peso constante de la crisol con muestra después del calentamiento

C - A = peso de cenizas
B - A = peso inicial de la muestra

A= _____

B= _____

C= _____

RESULTADOS

$$\% \text{ Cenizas} = \frac{(\qquad - \qquad) \times 100}{(\qquad - \qquad)}$$

% Cenizas = _____

TABLA 3.1 RESULTADOS GRUPALES DE CENIZAS

	MUESTRA	% DE CENIZAS
Equipo 1		
Equipo 2		
Equipo 3		
Equipo 4		
Equipo 5		
Equipo 6		

ESQUEMAS

CUESTIONARIO

1. Explique ampliamente el fundamento del método utilizado en esta práctica

2. Investigue cuáles son los componentes que se determinan en un análisis bromatológico

3. Describe en dónde podrías aplicar esta determinación

OBSERVACIONES

CONCLUSIONES

BIBLIOGRAFÍA

PRÁCTICA 4

PREPARACIÓN DE SOLUCIONES DE ÁCIDO CLORHÍDRICO E HIDRÓXIDO DE SODIO 0.02N

INTRODUCCIÓN

La volumetría ácido-base, también conocida como valoración ácido-base, titulación ácido-base o incluso valoración de neutralización, se fundamenta en la medición de un volumen de concentración conocida de una disolución denominada solución patrón, que reacciona en forma estequiométrica con el componente de interés, disuelto en una muestra en volumen en presencia de un indicador el cual indica el fin de la reacción mediante un cambio o vire de coloración.

Las reacciones ácido-base tienen una gran relevancia en los sistemas acuáticos ya que definen el equilibrio del ecosistema acuático, mediante reacciones de neutralización y amortiguamiento.

En análisis volumétrico la preparación de soluciones de concentración conocida y su valoración es fundamental para la realización de un análisis confiable.

El ácido clorhídrico se usa frecuentemente en los análisis volumétricos de neutralización por que sus soluciones diluidas son estables y por que se pueden utilizar en presencia de la mayoría de los cationes sin que ocurran reacciones de precipitación.

El hidróxido de sodio tanto en solución como en estado sólido reacciona con el CO_2 atmosférico produciendo bicarbonato de sodio.

Las soluciones de hidróxido de sodio se deben preparar en agua a la que previamente se le ha eliminado el CO_2; para ello se debe hervir durante algunos minutos el agua destilada; una vez fría se le agrega el hidróxido de sodio y se debe guardar en un frasco de polietileno cerrado herméticamente producirá la suficiente protección durante una o dos semanas.

OBJETIVO

Preparar una solución de HCl 0.02N y una solución NaOH 0.02N

MATERIAL

Balanza analítica

Estufa

Desecador

Bureta

Matraz aforado de 100 mL

Vaso de precipitado de 50 mL

Probeta

Agitador de vidrio

Pipeta graduada de 1mL

Espátula

2 Frascos de plástico para reactivo de 100 mL

REACTIVOS

HCl concentrado

NaOH grado reactivo

Agua destilada

PROCEDIMIENTO

I. Preparación de una solución de HCl al 0.02 N

Realice los cálculos y mida los mL de ácido clorhídrico con una pipeta de 1 mL, disuelva en aproximadamente 50 mL de agua destilada en un vaso de precipitados, pase al matraz aforado de 100 mL y afore hasta la marca. Datos necesarios para él calculo: densidad del HCl 1.18g/mL, pureza del 37% y una masa molar es de 36.46 g/mol.

II. Preparación de una solución de NaOH al 0.02 N

Establezca los cálculos para la preparación del NaOH (p.m. 40.1 g/mol), pese y disuelva en 25 mL de agua destilada exenta de carbonatos (previamente hervida) en un vaso de precipitados y coloque la solución en un matraz aforado de 100 mL, afore hasta completar el volumen de acuerdo a la graduación del matraz.

CÁLCULOS

ESQUEMAS

CUESTIONARIO

1. Definir

Valoración o Titulación

Disolución patrón

Patrón primario

Indicador

2. Describe cómo se prepararon las soluciones en esta práctica, explicando todo el proceso, desde el secado, pesaje, preparación de la disolución, etiquetado y almacenaje.

CONCLUSIONES

BIBLIOGRAFÍA

PRÁCTICA 5
VALORACIÓN DE SOLUCIONES DE ÁCIDO CLORHÍDRICO E HIDRÓXIDO DE SODIO 0.02N

INTRODUCCIÓN

En numerosos análisis químicos es necesaria la utilización de soluciones ácidas y bases fuertes de concentraciones conocidas. La concentración de dichas soluciones puede determinarse por medio de titulaciones o valoraciones de neutralización.

La titulación o valoración es la operación básica de la volumetría, mediante la cual se agrega solución patrón o un peso exacto de reactivo puro disuelto a la muestra que se analiza. Hasta que se completa la reacción.

Se considera que una reacción de neutralización o valoración ácido-base termina cuando el numero de equivalentes de ácido es igual al número de equivalentes de la base, momento en el cual se alcanza el punto de equivalencia de la reacción.

El punto de equivalencia de la titulación es un concepto teórico; la estimación práctica de su valor se conoce como punto final.

Para las titulaciones ácido-base, los dos métodos más comunes para la determinación de los puntos finales son el empleo de indicadores coloreados o el uso de un potenciómetro para valorar el pH de la solución del volumen del titulante agregado.

Valoración de las soluciones de ácido clorhídrico e hidróxido de sodio

El ácido clorhídrico no es un patrón primario se hace necesario valorarlo para conocer su concentración exacta. El carbonato de sodio se emplea comúnmente para estandarizar soluciones de ácido clorhídrico, usando anaranjado de metilo como indicador del punto final de la reacción.

La solución de hidróxido de sodio se valora con un patrón primario como son los ácidos débiles, biftalato de potasio, usando fenolftaleína como indicador del punto final de la reacción.

OBJETIVO

Valorar una solución de HCl 0.02N y una solución NaOH 0.02N

MATERIAL

Bureta de 25 mL

Matraces Erlenmeyer 250 mL

Pinzas para bureta

Soporte universal

Probeta 50mL

Balanza analítica

Embudo analítico

REACTIVOS

Solución de HCl 0.02N

Solución de NaOH 0.02N

Carbonato de sodio

Biftalato de potasio

Anaranjado de metilo

Fenolftaleína

PROCEDIMIENTO

I. Valoración de la solución de HCl 0.02 N

Secar en la estufa carbonato de sodio y pesar 3 muestras de 0.005 - 0.01g, colocar cada muestra en un matraz Erlenmeyer, disolver con 25 mL de agua destilada libre de carbonatos y agregar 2 gotas de anaranjado de metilo a cada matraz, titular cada una con la solución preparada de HCl (colocado en la bureta) hasta vire de coloración de amarillo a color canela.

II. Valoración de la solución de NaOH al 0.02 N

Secar en la estufa biftalato de potasio y pesar 3 muestras de 0.02 - 0.05g, colocar cada muestra en un matraz Erlenmeyer, disolver con 25 mL de agua destilada y agregar 2 gotas de fenolftaleína a cada matraz, titular cada una con la solución preparada de NaOH (colocado en la bureta) hasta vire de coloración de un rosa débil.

CÁLCULOS

Peso de carbonato de sodio de cada matraz

A1=	A2=	A3=

Volumen de ácido clorhídrico consumido en cada prueba

B1=	B2=	B3=

Peso de biftalato de potasio de cada matraz

C1=	C2=	C3=

Volumen de hidróxido de sodio consumido en cada prueba

D1=	D2=	D3=

Determinar la normalidad de cada valoración

N del ácido clorhídrico = $\dfrac{A \times 1000}{B \times 53}$

N del hidróxido de sodio = $\dfrac{C \times 1000}{D \times 204.2}$

CÁLCULOS

RESULTADOS

Peso de carbonato de sodio de cada matraz

N_1 HCl =	N_1 NaOH =
N_2 HCl =	N_2 NaOH =
N_3 HCl =	N_3 NaOH =
$N_{promedio}$ HCl =	**$N_{promedio}$ NaOH =**

TABLA 5.1 RESULTADOS GRUPALES DE NORMALIDAD

	NORMALIDAD DEL HCl	NORMALIDAD DEL NaOH
Equipo 1		
Equipo 2		
Equipo 3		
Equipo 4		
Equipo 5		
Equipo 6		

ESQUEMAS

CUESTIONARIO

1. Definir

Alícuota

Punto final de una valoración o titulación

Punto estequiométrico

Equivalente de la reacción

Reacción de neutralización

2. Describe cómo se valoraron las soluciones en esta práctica, explicando todo el proceso

CONCLUSIONES

BIBLIOGRAFÍA

PRÁCTICA 6
DETERMINACIÓN DE ACIDEZ EN UNA MUESTRA DE AGUA

INTRODUCCIÓN

La acidez del agua se debe a los ácidos débiles como carbónico y acético así como las sales de ácidos fuertes.

La alcalinidad es una medida de la capacidad que tiene el agua para neutralizar estos ácidos y es debida a la presencia de bases débiles y fuertes.

El análisis de estos parámetros en un cuerpo de agua es de gran importancia por las siguientes razones:

A través de ellos podemos cuantificar el CO_2, compuesto ecológicamente muy importante. La concentración de CO_2 en el agua determina en gran medida la concentración de los H^+. El CO_2 se disuelve en el agua, reacciona químicamente con ella formando el ácido carbónico (H_2CO_3), el que a su vez existe en equilibrio en otras formas como bicarbonatos (HCO_3^{-1}), carbonato (CO_3^{-2}) y carbonato de calcio ($CaCO_3$), para formar el sistema carbónico-carbonatos.

$$CO_2 \rightarrow H_2CO_3 \rightarrow HCO_3^{-1} \rightarrow CO_3^{-2} \rightarrow CaCO_3$$

y las reacciones que se realizan son la siguientes.

$$\begin{array}{ccccccc}
CO_2 & + & H_2O & & & & \\
 & \downarrow\uparrow & & & & & \\
 & H_2CO_3 & \rightarrow & HCO_3^{-1} & + & H^+ \\
 & & & \downarrow\uparrow & & \\
 & & & CO_3^{-2} & + & H^+ \\
 & & & \downarrow\uparrow & & \\
 & Ca^{+2} & \rightarrow & CaCO_3 & &
\end{array}$$

Hay una relación directa entre el porcentaje en que se presentan estás formas en el agua y el pH.

Estas formas químicas representan la fuente de carbono inorgánico que es esencial para la fotosíntesis en las plantas verdes y a través de su cuantificación se puede conocer la producción primaria (producción de la biomasa de las plantas).

El sistema carbónico-carbonatos es un eficaz regulador del pH en el agua por que la actividad respiratoria en los organismos vivos produce CO_2, aumenta la presión parcial de este gas y la cantidad de H_2CO_3, parte del carbonato pasa a bicarbonato, amortiguando el exceso de iones hidrógeno.

Por lo anterior debemos inferir que la acidez y alcalinidad son el resultado de la proporción en que se encuentran estas combinaciones químicas.

La acidez total que es igual a la acidez mineral más los ácidos débiles, sales ácidas y a la acidez debida al CO_2 también se le conoce cómo acidez a la fenolftaleína.

OBJETIVO

Determinar la acidez en una muestra de agua

MATERIAL

Bureta de 25 mL

Matraces Erlenmeyer de 250 mL

Pinzas para bureta

Soporte universal

Probeta

Embudo analítico

Piceta

Frasco gotero

REACTIVOS

Solución de NaOH 0.02N

Fenolftaleína

PROCEDIMIENTO

Acidez a la Fenolftaleína

Colocar 100 mL de la muestra o una alícuota diluida a 100 mL en un matraz Erlenmeyer, agregar 2 gotas de fenolftaleína. Titular con la solución de NaOH 0.02N hasta la aparición de un color rosa débil característico de un pH de 8.3. Realizar la misma operación por triplicado.

CÁLCULOS

Acidez a la Fenolftaleína

Donde

A= mL de NaOH gastados en la valoración
B= Normalidad del NaOH

$$\textbf{Acidez como } CaCO_3 \textbf{ en mg/L} = \frac{A \times B \times 50 \times 1000}{100 \text{ mL de muestra}}$$

CÁLCULOS

RESULTADOS

A1 acidez como carbonato de calcio en mg/L =

A2 acidez como carbonato de calcio en mg/L =

A3 acidez como carbonato de calcio en mg/L =

Acidez promedio como carbonato de calcio en mg/L =

TABLA 6.1 RESULTADOS GRUPALES DE ACIDEZ EN MUESTRAS DE AGUA

	ORIGEN DE LA MUESTA DE AGUA	ACIDEZ COMO $CaCO_3$ en mg/L
Equipo 1		
Equipo 2		
Equipo 3		
Equipo 4		
Equipo 5		
Equipo 6		

ESQUEMAS

CUESTIONARIO

1. Investiga las reacciones que ocurren en la determinación de acidez

2. ¿Qué tipo de volumetría se empleó en la práctica?

3. ¿De qué manera la respiración de los organismos, la fotosíntesis y la oxidación de la materia orgánica afectan el sistema carbónico-carbonatos?

CONCLUSIONES

BIBLIOGRAFÍA

Práctica 7

DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD A LA FENOLFTALEÍNA Y ALCALINIDAD TOTAL EN UNA MUESTRA DE AGUA

INTRODUCCIÓN

Definimos la alcalinidad como la capacidad del agua para neutralizar ácidos o aceptar protones. Esta representa la suma de las bases que pueden ser tituladas en una muestra de agua.
La alcalinidad no solo representa el principal sistema amortiguador del agua dulce, sino que también desempeña un rol principal en la productividad de cuerpos de agua naturales, sirviendo como una fuente de reserva para la fotosíntesis. Históricamente, la alcalinidad ha sido utilizada como un indicador de la productividad de lagos, donde niveles de alcalinidad altos indicaran una productividad alta y viceversa.

Dicha correlación se debe en parte a que la disponibilidad del carbono es mayor en lagos alcalinos, y también al hecho de que las rocas son sedimentarias y contienen altas concentraciones de carbonatos, a menudo contienen concentraciones relativamente altas de nitrógeno y fósforo.

El sistema de alcalinidad tiene interacciones importantes con los procesos de fotosíntesis y respiración celular.

OBJETIVO

Determinar la alcalinidad a la fenolftaleína y alcalinidad total en una muestra de agua

MATERIAL

Bureta de 25 mL

Matraces Erlenmeyer de 250 mL

Pinzas para bureta

Soporte universal

Probeta

Embudo analítico

Piceta

Frasco gotero

REACTIVOS

Solución de HCl 0.02N

Solución de NaOH 0.02N

Anaranjado de metilo

Fenolftaleína

PROCEDIMIENTO

Alcalinidad a la Fenolftaleína

Colocar 100 mL de la muestra en un matraz Erlenmeyer agregar 3 gotas de fenolftaleína, titular con HCl 0.02N hasta que la solución pierda la coloración, esto corresponde a un pH de 8.3. Realizar la misma operación por triplicado.

Alcalinidad total por el anaranjado de metilo

Agregar 3 gotas del indicador anaranjado de metilo a la muestra en que se ha determinado la alcalinidad a la fenolftaleína, o una muestra de 50 mL, titular con HCl 0.02N, el indicador cambia de color amarillo a color rojo canela a un pH de 4.6. El color canela indica la exacta neutralización alcanzada en la titulación.

Titular un blanco con la serie de muestras.

Alcalinidad a la fenolftaleína

Donde

A= mL de HCl gastados en la valoración
N= Normalidad del HCl

$$\text{Alcalinidad como } CaCO_3 \text{ en mg/L} \quad \frac{A \times N \times 50 \times 1000}{100 \text{ mL de muestra}}$$

Alcalinidad al anaranjado de metilo o total

Donde

A= mL de HCl gastados en la valoración
B= Normalidad del HCl

$$\text{Alcalinidad como } CaCO_3 \text{ en mg/L} \quad \frac{A \times N \times 50 \times 1000}{100 \text{ mL de muestra}}$$

TABLA 7.1. RELACIONES DE LAS FORMAS DE ALCALINIDAD			
Resultado de la titulación	**Alcalinidad de hidróxido en $CaCO_3$**	**Alcalinidad de carbonato en $CaCO_3$**	**Alcalinidad de bicarbonato en $CaCO_3$**
F = 0	0	0	T ($NaHCO_3$)
F < 1/2 T	0	2 F (Na_2CO_3)	T - 2F ($NaHCO_3$)
F = 1/2 T	0	2 F (Na_2CO_3)	0
F > 1/2 T	2F -T (NaOH)	2 (T - F) (Na_2CO_3)	0
F = T	T (NaoH)	0	0

T : alcalinidad total
F : alcalinidad a la fenolftaleína

CÁLCULOS

RESULTADOS

Alcalinidad a la Fenolftaléina

A1 alcalinidad como carbonato de calcio en mg/L =

A2 alcalinidad como carbonato de calcio en mg/L =

A3 alcalinidad como carbonato de calcio en mg/L =

Alcalinidad promedio a la Fenolftaleína como carbonato de calcio en mg/L =

Alcalinidad al anaranjado de metilo (Alcalinidad Total)

A1 alcalinidad como carbonato de calcio en mg/L =

A2 alcalinidad como carbonato de calcio en mg/L =

A3 alcalinidad como carbonato de calcio en mg/L =

Alcalinidad promedio Total como carbonato de calcio en mg/L =

TABLA 7.2 RESULTADOS GRUPALES DE ALCALINIDAD EN MUESTRAS DE AGUA

	ORIGEN DE LA MUESTA DE AGUA	ALCALINIDAD A LA FENOLFTALEÍNA COMO $CaCO_3$ en mg/L	ALCALINIDAD TOTAL COMO $CaCO_3$ en mg/L
Equipo 1			
Equipo 2			
Equipo 3			
Equipo 4			
Equipo 5			
Equipo 6			

De acuerdo a la tabla 7.1, realiza los cálculos y describe cuáles son las formas predominantes en tu muestra de agua. ¿Existen hidróxidos, bicarbonatos o carbonatos? relaciona el dato con la fuente de origen de la muestra de agua y justifica sí existe correlación.

ESQUEMAS

CUESTIONARIO

1. Investiga las reacciones que ocurren en la determinación de alcalinidad a la fenolftaleína y alcalinidad total

2. ¿Qué tipo de volumetría se empleó en la práctica?

3. Explicar en qué condiciones puede cambiar el pH de un cuerpo de agua

4. Define el concepto de productividad, cuando hacemos referencia a cuerpos de agua

CONCLUSIONES

BIBLIOGRAFÍA

PRÁCTICA 8

DETERMINACIÓN DE DUREZA TOTAL Y DUREZA PERMANENTE EN UNA MUESTRA DE AGUA

INTRODUCCIÓN

La dureza de las aguas naturales es producida por las sales de Ca^{++} y Mg^{++} expresados como $CaCO_3$. De acuerdo a esta propiedad del agua puede ser:

Agua suave	0 - 75 mg/L de $CaCO_3$
Agua poco dura	75-150 mg/L de $CaCO_3$
Agua dura	150-300 mg/L de $CaCO_3$
Agua muy dura	más de 300 mg/L de $CaCO_3$

En el agua existen otros iones como el Sr^{++}, Fe^{++}, Mn^{++}, sin embargo la mayor parte corresponde al calcio y al magnesio, por lo que su determinación representa la **dureza total.**

La dureza temporal o carbonatada se debe a carbonatos, bicarbonatos de calcio y magnesio, pueden eliminarse por ebullición.

Dureza permanente o no carbonatada, no se puede remover por la acción del calor y es debida a sales de cloruros y sulfatos. Las aguas que poseen esta dureza pueden ablandarse agregando carbonato de sodio y cal o filtrándolas a través de zeolitas naturales las cuales absorben los iones metálicos que producen la dureza y liberan iones sodio al agua.

Dureza aparente, causada por el Na^{+} en las aguas saladas y tiene una acción similar que a la dureza del calcio. La concentración del iones calcio y iones magnesio se relaciona directamente con la temperatura, salinidad, difusión, asimilación y respiración de los organismos, así como con el sistema carbónico-carbonatos que se estudio en la práctica de acidez.

Tanto los iones calcio como los magnesio son de gran importancia como macro nutrientes en los organismos acuáticos y en las plantas superiores, por lo que su cuantificación es un parámetro químico de gran relevancia.

OBJETIVO

Determinar la dureza total y permanente en una muestra de agua

MATERIAL

Balanza analítica
Bureta de 25 mL
Probeta de 50 mL
Embudo analítico
Matraz aforado de 100 mL
Espátula
Mechero
Soporte universal
Matraces Erlenmeyer 250 mL
Vasos de precipitado de 250 mL
Frasco gotero

REACTIVOS

Solución de EDTA 0.01M
Solución reguladora de pH 10
Indicador eriocromo negro T.

PROCEDIMIENTO

I. Dureza total

Tomar 3 muestras de agua de 50 mL con una probeta, colocar cada una de ellas en un matraz Erlenmeyer, agregar a cada matraz 2 mL de solución reguladora pH 10, adicionar 10 gotas del indicador eriocromo negro T y valorar cada muestra con la solución de EDTA hasta vire de color vino a azul claro (V_1).

II. Dureza permanente

Colocar una muestra de agua de 250 mL en un vaso de precipitado y hervir de 20 minutos, dejar enfriar y filtrar directamente sobre un matraz aforado, sin lavar el papel filtro diluir el filtrado hasta el aforo con agua destilada tomar alícuotas de 50 mL del filtrado homogéneo en un matraz Erlenmeyer y adicionar 2 mL de solución reguladora pH 10 más 5 gotas del indicador eriocromo negro T, valorar con EDTA hasta color azul claro (V_2).

Titular un blanco junto con la serie de muestras.

CÁLCULOS

Dureza total

V_1= V_2= V_3=

Dureza total expresada como $CaCO_3$ mg/L = $\frac{V^{-}\text{ blanco x mg de } CaCO_3 \text{ equivalente a un mL de EDTA x 1000}}{\text{Volumen de la muestra.}}$

Dureza permanente

V_1= V_2= V_3=

Dureza total expresada como $CaCO_3$ mg/L = $\frac{V^{-}\text{ blanco x mg de } CaCO_3 \text{ equivalente a un mL de EDTA x 1000}}{\text{Volumen de la muestra.}}$

CÁLCULOS

RESULTADOS

Dureza total

D1 dureza total carbonato de calcio en mg/L =

D2 dureza total carbonato de calcio en mg/L =

D3 dureza total carbonato de calcio en mg/L =

Dureza total promedio como carbonato de calcio en mg/L =

Dureza permanente

D1 dureza permanente carbonato de calcio en mg/L =

D2 dureza permanente carbonato de calcio en mg/L =

D3 dureza permanente carbonato de calcio en mg/L =

Dureza permanente promedio como carbonato de calcio en mg/L =

Dureza temporal = dureza total - dureza permanente

Dureza temporal = -

Dureza temporal =

TABLA 8.1 RESULTADOS GRUPALES DE DUREZA EN MUESTRAS DE AGUA

	ORIGEN DE LA MUESTA DE AGUA	DUREZA TOTAL	DUREZA PERMANENTE	DUREZA TEMPORAL
Equipo 1				
Equipo 2				
Equipo 3				
Equipo 4				
Equipo 5				
Equipo 6				

ESQUEMAS

CUESTIONARIO

1. De acuerdo a los resultados de la práctica, establezca el tipo de dureza de la muestra

2. Escribe las fórmulas químicas de las sustancias utilizadas en la práctica

3. Escribe la reacción balanceada entre el EDTA y el ión Ca^{++}

4. Define lo que es un quelato y escribe la fórmula de los compuestos

CONCLUSIONES

BIBLIOGRAFÍA

PRÁCTICA 9
DETERMINACIÓN DE CLORUROS EN UNA MUESTRA DE AGUA

INTRODUCCIÓN

Las aguas naturales y residuales son soluciones diluidas que contienen diversos compuestos químicos, materiales suspendidos y partículas coloidales.

El agua tiene diversos usos y para su clasificación es necesario conocer las sustancias químicas que contiene, así como la cantidad de las mismas, siendo el ión cloruro uno de los iones inorgánicos que se encuentra en mayor cantidad en aguas naturales, residuales y residuales tratadas, su presencia es indispensable en el agua potable. Este último tipo de agua el sabor salado producido por la concentración de cloruros es variable, un alto contenido de cloruros puede dañar estructuras metálicas, evitar el crecimiento de las plantas y deteriorar la calidad del suelo cuando las agua residuales con alto contenido de este ión se utilizan para el riego agrícola. Por estas razones, es importante determinar la concentración de cloruros en el agua.

Entre los diversos métodos analíticos, se encuentran los de precipitación que se basan en reacciones que forman compuestos poco solubles. El nitrato de plata es el reactivo precipitante más utilizado en la determinación de halogenuros y algunos aniones con comportamiento semejante. Lo métodos que utilizan el nitrato de plata como titulante se conocen como métodos argentométricos.

En las titulaciones con nitrato de plata se utilizan 3 métodos para visualizar el punto final:
Empleo de indicadores químicos, método potenciométrico y método amperométrico. Utilizando indicadores existen tres métodos de acuerdo al indicador: a) método de Mohr que utiliza el cromato de potasio que con el ión plata forma un precipitado de cromato de plata color amarillo a un color rojizo en el punto de equivalencia; b) el método de Fajans, es un indicador de adsorción, la fluoresceína forma sales de plata color brillante; y c) el método de Volhard, en donde la determinación se realiza agregando exceso conocido de nitrato de plata y la titulación es con solución patrón de tiocianato, siendo el indicador el hierro (III). La titulación debe llevarse a cabo en medio ácido para evitar la precipitación del hierro (III) como óxido hidratado. La solución se vuelve roja con un ligero exceso de ión tiocianato, lo que indica el punto final de la reacción.

OBJETIVO

Determinar la concentración de cloruros en una muestra de agua por el método Mohr

MATERIAL

Balanza analítica

Bureta de 25 mL

Probeta 50 mL

Embudo analítico

Mechero

Soporte universal

Matraces Erlenmeyer 250 mL

Vasos de precipitado de 250 mL

Pipeta de 1mL

REACTIVOS

Solución de Nitrato de plata 0.0141 N

Solución indicadora de cromato de potasio al 5%

PROCEDIMIENTO

I. ACONDICIONAMIENTO DE LA MUESTRA

1. Si la muestra tiene mucho color a 100 mL de esta agregar de 3 a 5 mL de suspensión de hidróxido de aluminio al 1% antes de acondicionar. Mezclar, dejar sedimentar y filtrar con papel filtro cualitativo.
2. Acondicionamiento de la muestra. Utilizar un volumen de muestra de 100 mL. Ajustar el pH entre 7 y 10 utilizando las disoluciones de hidróxido de sodio (0.1N) y/o ácido sulfúrico (0.1N)

II. VALORACIÓN

1. Tomar por triplicado con una probeta 100 mL de muestra, colocar cada una de ellas en un matraz Erlenmeyer y adicionar a cada matraz 1mL de disolución indicadora de cromato de potasio.

2. Valorar cada muestra con la disolución patrón de nitrato de plata hasta el vire de amarillo a naranja rojizo, manteniendo un criterio constante en el punto final.

3. Titular un blanco junto con la serie de muestras

CÁLCULOS

Calcular la concentración de iones cloruro en la muestra original, en mg/L

$$Cl^- \text{ mg/L} = \frac{(A - B) \times N \times 35.450 \times 1000}{\text{mL de la muestra}}$$

donde:

A son los mL de disolución de nitrato de plata gastados en la valoración de la muestra
B son los mL de disolución de nitrato de plata gastados en la valoración del blanco
N es la normalidad del nitrato de plata

Todos los valores obtenidos de control de calidad deben ser reportados junto con los resultados del análisis.

Reportar los resultados en Cl^- mg/L con la precisión correspondiente.

CÁLCULOS

RESULTADOS

Cloruros

Cloruros 1 en mg/L =

Cloruros 2 en mg/L =

Cloruros 3 en mg/L =

Cloruros promedio en mg/L =

TABLA 9.1 RESULTADOS GRUPALES DE CLORUROS EN MUESTRAS DE AGUA

	ORIGEN DE LA MUESTA DE AGUA	CLORUROS
Equipo 1		
Equipo 2		
Equipo 3		
Equipo 4		
Equipo 5		
Equipo 6		

ESQUEMAS

CUESTIONARIO

1. Escribe las reacciones que se efectuaron en la práctica

2. Explique cómo actúa un indicador de adsorción

3. ¿Qué diferencia existe entre cloro y cloruros? ¿Cuál es el qué se determino en la práctica?

4. ¿Qué efecto tienen en los seres vivos el cloro y los cloruros? Explique

CONCLUSIONES

BIBLIOGRAFÍA

PRÁCTICA 10

DETERMINACIÓN DE OXÍGENO DISUELTO EN UNA MUESTRA DE AGUA

INTRODUCCIÓN

La medición del oxígeno disuelto en el agua es una de las determinaciones más comunes en el estudio tanto de aguas dulces o continentales como en oceanografía química.

El contenido de oxígeno disuelto está en función de la actividad fotosintética y de la respiración de los organismo acuáticos, así como el gradiente de difusión de la interfase agua-aire. Esta cantidad está determinada por la ley de Henry que dice; la cantidad de un gas disuelto en un líquido es igual a la presión parcial del gas en la superficie del líquido multiplicado por una constante que corresponde al coeficiente de solubilidad.

La cantidad de oxígeno disuelto "OD" se expresa frecuentemente en porcentaje de saturación:

$$\textbf{\% saturación} = \frac{\textbf{100 x } O_2 \textbf{ medido}}{O_2 \textbf{ equilibrio}}$$

donde:

O_2 medido = cantidad de oxígeno medido

O_2 equilibrio = cantidad de gas en equilibrio con la atmósfera que se determina multiplicando el coeficiente de solubilidad por la presión parcial.

En Limnología debe tomarse en cuenta la reducción de presión atmosférica con la altura sobre el nivel del mar, por lo que se introduce un factor de corrección, que se da en la siguiente tabla.

Altitud		Presión atmosférica	Factor
Pies	Metros	mmHg	
0	0	760	1.00
330	100	750	1.01
655	200	741	1.03
980	300	732	1.04
1310	400	723	1.05
1640	500	714	1.06
1970	600	705	1.08
2300	700	695	1.09
2630	800	687	1.11
2950	900	679	1.12
3280	1000	671	1.13
3610	1100	663	1.14
3940	1200	655	1.15
4270	1300	647	1.16
4600	1400	639	1.17
4930	1500	631	1.19
5250	1600	623	1.20
5580	1700	615	1.22
5910	1800	608	1.24
6240	1900	601	1.25
6560	2000	594	1.26
6900	2100	587	1.28
7220	2200	580	1.30
7550	2300	573	1.31
7880	2400	566	1.33
8200	2500	560	1.36

Además de la altitud, la concentración de OD varía con la profundidad del agua, la temperatura, hora del día y otros factores naturales de tal forma que para tener valores más reales se requieren muestreos a diferentes horas del día, sitios, profundidades, meses, estación del año, etc.

Las muestras se deben analizar "in situ" ya que los valores de OD cambian durante el transporte debido a la facilidad de difusión a la atmósfera, respiración de organismos, etc; sin embargo se pueden agregar reactivos para fijar el oxígeno disuelto inmediatamente y la titulación hacerla en el laboratorio.

En esta práctica utilizaremos el método introducido en 1888 por Ludwig Winkler (Budapest) con la modificación de la azida de sodio para minimizar las interferencias con nitritos. El método se basa en reacciones de oxido-reducción donde el oxígeno disuelto se combina con $Mn(OH)_2$ formando hidróxido de manganeso (IV), el cual una vez acidificado y en presencia de yodo (I) libera I_2 en una cantidad equivalente al O_2 original contenido en la muestra. El I_2 es determinado por titulación con tiosulfato de sodio, usando el almidón como indicador. Las interferencias por nitritos arriba de 5 mg/L son reducidas por el azida de sodio (NaN_3).

PROCEDIMIENTO

Llenar el frasco de DBO_5 con la muestra de agua cuidando de no burbujear ya que esto afecta el contenido de oxígeno. Para fijar el oxígeno adicionar al frasco 2 mL de sulfato manganoso (II) con una pipeta cuidando que la punta de la misma, penetre aproximadamente 0.5 cm en el seno del agua, a continuación adicionar 2 mL de álcali-yoduro, la adición se hace de la misma forma que en el reactivo anterior. Al hacer esta adición se forma un precipitado café si hay oxígeno disuelto en caso contrario el precipitado será blanco.

Las reacciones que se efectúan son las siguientes:

$$MnSO_4 + 2\ NaOH \rightarrow 2\ Mn(OH)_2 + Na_2SO_{4\ blanco}\downarrow$$

$$2\ Mn(OH)_2 + O_2 \rightarrow 2\ MnO(OH)_{2\ café}\downarrow$$

Una vez agregado el álcali yoduro, tapar la botella de DBO_5 y agitar vigorosamente durante 30 segundos, dejar sedimentar el precipitado. Finalmente adicionar 2 mL de ácido sulfúrico concentrado y agitar hasta disolución total del precipitado.

Las reacciones que se efectúan son las siguientes:

$$2\ MnO(OH)_2 + 4\ H_2SO_4 \rightarrow 2\ Mn(SO_4)_2 + 4\ H_2O + O_2$$

$$Mn(SO_4)_2 + 2\ NaI \rightarrow MnSO_4 + Na_2SO_4 + I_2$$

Modificación de la azida al método de Winkler, en caso de contener concentraciones mayores de 5 mg/L de nitritos.

Esta modificación consiste en agregar azida de sodio al reactivo álcali yoduro para formar el álcali yoduro azida.

La reacción de azida de sodio evita una reacción cíclica de nitritos con el I_2, destruyendo el NO_2.

Tome alícuotas de la muestra de 100 mL en tres matraces Erlenmeyer, agregue de 3 a 5 gotas de indicador de almidón y titule con una solución patrón de tiosulfato de sodio 0.025N hasta el vire de coloración de café a incoloro.
Se recomienda preparar un blanco junto con la serie de muestras.

CÁLCULOS

$$\text{mg/L de OD} = \frac{\text{mL de } Na_2S_2O_3 \times N \times Eq \times 1000}{\text{volumen de muestra}}$$

donde:

N= normalidad del tiosulfato de sodio

Eq= peso equivalente del oxígeno

En el volumen de la muestra se debe hacer una corrección por los reactivos agregados, de la siguiente manera:

Reactivos agregados = 4 mL (2 mL de sulfato manganoso + 2 mL de álcali yoduro) en 300 mL de muestra original (volumen de frasco de DBO_5)

Si se toman 100 mL de muestra, se hace una proporción

300 mL = 100%

(300 mL - 4 mL) = X

X (volumen real de muestra) = 98.7 mL

$$\text{mg/L de OD} = \frac{V \times N \times Eq \times 1000}{\text{volumen real de muestra}}$$

donde:

V = volumen de tiosulfato gastado

Eq = equivalente químico del oxígeno

N = normalidad del tiosulfato

$$\text{Factor constante} \quad \frac{0.025 \times 8 \times 1000}{98.7} = 2.03$$

mg/L de OD = 2.03 X volumen gastado de tiosulfato

Este factor constante puede ser utilizado siempre que se mantenga constante la normalidad del tiosulfato de sodio y el volumen del frasco de DBO_5.

CÁLCULOS

RESULTADOS

OD 1 en miligramos por litro (mg/L)=

OD 2 en miligramos por litro (mg/L)=

OD 3 en miligramos por litro (mg/L)=

OD promedio en miligramos por litro (mg/L)=

NOTA: Para el % de saturación será necesario tomar la temperatura del agua y la altura sobre el nivel del mar donde se toma la muestra.

OD en % de saturación =

TABLA 10.1 RESULTADOS GRUPALES DE OXÍGENO DISUELTO EN MUESTRAS DE AGUA

	ORIGEN DE LA MUESTA DE AGUA	OXÍGENO DISUELTO EN mg/L
Equipo 1		
Equipo 2		
Equipo 3		
Equipo 4		
Equipo 5		
Equipo 6		

ESQUEMAS

CUESTIONARIO

1. Escribe las reacciones que ocurrieron en la práctica y balancearlas por el método redox, para determinar el Eq del oxígeno en la determinación.

2. Investiga las fuentes de OD en un cuerpo de agua, así como las causas de que se pierda dicho gas

3. En un lago, en que parte se espera encontrar los valores de OD más bajos y más altos, suponiendo que hay estratificación de este gas.

CONCLUSIONES

BIBLIOGRAFÍA

PRÁCTICA 11
DETERMINACIÓN DE FÓSFORO EN UNA MUESTRA DE AGUA

INTRODUCCIÓN

El fósforo se encuentra en aguas naturales y residuales casi exclusivamente como fosfatos, los cuales se clasifican en ortofosfatos, fosfatos condensados (piro-, meta-) y fosfatos orgánicos.

El análisis de fósforo envuelve dos pasos generales: (a) conversión de la forma de fósforo de interés a ortofosfato disuelto, y (b) determinación colorimétrica del ortofosfato disuelto.

El fósforo disuelto se determina en el filtrado de una muestra pasada a través de un filtro de 0,45 µm de diámetro de poro.

El molibdato de amonio y el tartrato de antimonio y potasio reaccionan en medio ácido con el ortofosfato para formar un heteropoliácido -ácido fosfomolíbdico- que es reducido por ácido ascórbico a un complejo azul de molibdeno intensamente coloreado; sólo las formas de ortofosfato forman dicho color azul en esta prueba.

En el laboratorio se analizan con éste método muestras de agua superficial, en un rango de concentraciones entre 0.03 y 1.0 mg -3 PO_4/L

La presencia de fósforo soluble en los cuerpos de agua proviene del uso de fertilizantes, jabones, detergentes, o del suelo. A mediano plazo pueden producir en las aguas continentales proliferación de algas y otros vegetales acuáticos (eutrofización). Los polifosfatos utilizados en los detergentes o en el tratamiento de aguas perjudican la depuración, al impedir la floculación y el desendurecimiento, al tiempo que pueden producir gran cantidad de espuma.

OBJETIVO

Determinar la concentración de fósforo reactivo en una muestra de agua.

MATERIAL

Balanza analítica

Bureta de 25 mL

Probeta 50 mL

Embudo analítico

Soporte universal

Matraces Erlenmeyer 250 mL

Celda de vidrio

Espectrofotómetro UV-Vis

REACTIVOS

Ácido sulfúrico 5N

Solución de tartrato de antimonio y potasio

Solución de molidbdato de amonio

Ácido ascórbico 0.1M

PROCEDIMIENTO

La contaminación con fosfato es común debido a su absorción en las superficies de vidrio por esta razón se debe evitar el uso de detergentes comerciales que contienen fosfato.

Lavar el material de vidrio con jabón neutro libre de fósforo, enjuague con agua de la llave, posteriormente déjelo en HCl diluido al 5% y enjuague muy bien con agua destilada.

Utilice la vidriería a la que se le haya efectuado control de calidad y reserve esta vidriería únicamente para las determinaciones de fósforo.

Medir una alícuota de 50 mL de muestra filtrada, adicione una gota de fenolftaleína, si desarrolla una coloración roja, agregue ácido sulfúrico 5N hasta que desaparezca el color. A continuación agregue a 8.0 mL de reactivo mixto y agite.

Lea la absorbancia de la muestra a 880 nm, después de 10 minutos y antes de 30.

Generalmente el color que presentan las muestras no interfieren a la alta longitud de onda en que se realiza la determinación, sin embargo, para muestras altamente coloreadas o muy turbias, prepare un blanco adicionando todos los reactivos menos el ácido ascórbico y el antimonio tartrato de potasio. Substraiga la absorbancia del blanco a la obtenida en la muestra.

Realice una curva de calibración graficando los valores de absorbancia contra los valores de fósforo en mg/L.

CÁLCULOS

Calcular la concentración de fósforo directamente de la curva de calibración a partir de los valores de absrobancia.

El espectrofotómetro arroja resultados en **mg P – PO_4/L** de acuerdo al factor de dilución digitado en el momento de la lectura, o con ayuda de la ecuación de la línea recta $y = mx + b$.

En donde:

y = absorbancia
m = pendiente
x = concentración
b = factor constante

CURVA DE CALIBRACIÓN DE FOSFATOS

CÁLCULOS

RESULTADOS

mg de P- PO_4/L =

TABLA 11.1 RESULTADOS GRUPALES DE FÓSFORO EN MUESTRAS DE AGUA

	ORIGEN DE LA MUESTA DE AGUA	mg de P- PO_4/L
Equipo 1		
Equipo 2		
Equipo 3		
Equipo 4		
Equipo 5		
Equipo 6		

ESQUEMAS

CUESTIONARIO

1. Escriba las reacciones que se efectuaron en la práctica

2. ¿Qué importancia tiene la determinación de fósforo en una muestra de agua?

3. ¿Por qué la muestra debe estar en medio ácido?

4. ¿Qué complejos se forman al agregar el molibdato?

5. Sí la muestra tiene color y turbidez ¿Cómo se eliminan?

6. ¿Por qué el material debe lavarse con HCl?

7. ¿Principalmente para qué tipo de aguas se hace este análisis?

CONCLUSIONES

BIBLIOGRAFÍA

BIBLIOGRAFÍA

Gilbert H. Ayres (1978), “Análisis químico cualitativo”, México, D.F., Editorial Harla.

Gómez, B. C.R. (1993), “Manual de procedimientos para muestreo, mediciones de campo y visitas de inspección de aguas y descargas de aguas residuales”, Comisión Nacional del Agua, México D.F.

Molly M Blomfield (2001), “Química de los organismos vivos”, Editorial Limusa, México D.F.

Pecsok Robert L. (1987), “Métodos modernos de análisis químico”, 1ª edición, Ed. Mc Graw Hill, México D.F.

Skoog/West/Holler. (1995), “Química analítica, 6ª edición, Ed. Mc Graw Hill, México D.F.

Walton Harold F. (1978) “Análisis químico e instrumental moderno!”, 2ª edición, Ed. Reverté, Barcelona, España.