



Universidad Nacional Autónoma de México
Facultad De Estudios Superiores Cuautitlán
Departamento de Ciencias Químicas
Sección de Química Analítica

Manual de Laboratorio Q. A. I (IQ)

**Asignatura de Química Analítica I de la Carrera De Ingeniería
Química**

Clave de la Carrera: 118 Clave de la Asignatura: 1425

Autores:

Dr. José Franco Pérez Arévalo; Q.F.B. Martha Angélica Villegas González; Q.F.B.
Dalia Bonilla Martínez; I.Q. Alejandra Angel Viveros; I.Q. Gabriela Irais Cortés
Aguilar.

PAPIME_2016: PE105216

Introducción

Química Analítica I es una asignatura obligatoria teórico-práctica del plan de estudios de la Carrera de Ingeniería Química. El hecho de que la asignatura sea teórico-práctica implica que existen dos cursos en la misma asignatura, el curso teórico y el curso práctico (o curso de laboratorio).

Tradicionalmente el enfoque del curso de laboratorio de Química Analítica se ha centrado más en las aplicaciones de los métodos de Análisis Químico, un enfoque más útil a los estudiantes de la carrera de Química. Así que el reto principal de estos programas de Química Analítica consiste en disminuir las aplicaciones tradicionalmente orientadas a los métodos de Análisis Químico, y aumentar las aplicaciones que sean más útiles al perfil del Ingeniero Químico, como son las siguientes operaciones químicas: la identificación y cuantificación de sustancias químicas, la disolución de la materia prima, las síntesis de sustancias a partir de reacciones químicas cuantitativas y las separaciones o purificaciones mediante reacciones de precipitación. Bajo esta idea se ha elaborado el presente:

“Manual del Laboratorio de la Asignatura de Química Analítica I con una orientación específica a la carrera de Ingeniería Química”.

Este manual es el resultado de un trabajo colegiado de varios profesores de la Sección de Química Analítica (los autores) y apoyado por el **PAPIME (2016), clave PE105216**, incorporando un formato que satisface el Sistema de Gestión de Calidad ISO9001-2008 de la enseñanza experimental. Además, el manual cumple con el programa actualizado de Química Analítica I del Plan de estudios “**Actualizado**” 2004 de la licenciatura de Ingeniería Química de la FESC-UNAM.

Objetivo General de la Asignatura

El programa de la asignatura “Química Analítica I” de la Carrera de Ingeniería Química pretende alcanzar el siguiente objetivo general:

“Que el estudiante desarrolle un razonamiento sistemático que le permita utilizar las reacciones químicas en solución acuosa, de intercambio de una partícula, esto es, reacciones ácido-base, de formación de complejos, de precipitación y de oxidorreducción, para establecer las condiciones necesarias a fin de realizar las operaciones químicas prácticas de: identificación y cuantificación de sustancias, disolución de la materia prima, síntesis de sustancias mediante reacciones químicas cuantitativas y separaciones (o purificaciones) mediante reacciones de precipitación”.

Objetivos del Curso Experimental

En las sesiones experimentales se pretende que el estudiante adquiera las siguientes habilidades y destrezas:

- *Conocer y manejar el material químico de uso más frecuente en las sesiones experimentales.*
- *Conocer y manejar los instrumentos de uso más frecuente en las sesiones experimentales: balanza analítica, pH-metro, potenciómetro y espectrofotómetro (uv, visible).*
- *Preparar soluciones de uso común y verificar que las soluciones han sido preparadas correctamente mediante valoraciones químicas (“volumetría”).*
- *Aplicar el método científico para realizar el estudio experimental de fenómenos químicos.*

- *Efectuar los experimentos, en trabajo de equipo, con una calidad aceptable en lo que se refiere a: observaciones, adquisición de datos experimentales, repetibilidad y limpieza.*
- *Elaborar informes de trabajo.*
- *Conocer y manejar en forma apropiada el tipo de residuos generados en las sesiones experimentales.*

Además, se deben cumplir los requisitos del “producto”, según el Sistema de Gestión de Calidad, los cuales se desglosan en cada práctica y corresponden a los objetivos ahí enunciados.

Evaluación

Para la evaluación, el contenido del curso del laboratorio se divide en cuatro bloques, como se muestra en la siguiente tabla.

Bloque	Prácticas
1	1, 2, 3 y 4
2	5, 6 y 7
3	8, 9 y 10
4	11, 12, y 13

La condición límite para aprobar el curso de laboratorio consiste en aprobar al menos tres bloques con una calificación final promedio (de los cuatro bloques) de 6.0.

Los **bloques** se evalúan promediando las calificaciones obtenidas en las prácticas involucradas.

En cada práctica se evalúan los siguientes aspectos:

Un cuestionario de conocimientos previos (CCP), que tiene como objetivo que el estudiante lea su práctica, con una contribución del 15 % de la calificación de la práctica.

El trabajo experimental (TE), realizado por el grupo de trabajo de estudiantes, con una contribución del 25 % de la calificación de la práctica.

El informe o reporte de la sesión experimental (ISE), que se realiza y entrega (por el grupo de trabajo de estudiantes) dentro de la sesión de la práctica, con una contribución del 30 %

Finalmente, el Examen de la sesión experimental (ESE), el cual lo realiza el estudiante en forma individual y dentro de la sesión de la práctica, con un valor del 30 %.

Cuestionario de Conocimientos Previos (CCP)	15 %
Trabajo Experimental (TE)	25 %
Informe de la Sesión experimental (ISE)	30 %
Examen de la sesión experimental (ESE)	30 %

La calificación aprobatoria del curso del laboratorio corresponde al 50% de la calificación de la asignatura de “Química Analítica I (IQ)”, por lo que en el caso de que no se apruebe el curso de laboratorio no se aprobará la asignatura en el periodo ordinario.

Además, el estudiante, en su evaluación, tiene la posibilidad de **reponer hasta dos prácticas** que no hubiese aprobado.

Manejo de Residuos

El manejo apropiado de los residuos químicos no solo es un problema que debe enfrentar la química a escala industrial sino también a escala del laboratorio. Por tal motivo, se pretende que en este laboratorio el estudiante conozca los principios básicos sobre el manejo, prevención, reducción y tratamiento de los residuos químicos producidos.

Lo anterior se logrará adquiriendo el criterio y los conocimientos necesarios para el manejo racional de reactivos (disminución significativa de la cantidad de reactivos empleada en cada experiencia: **microanálisis**) y, una vez que se han generado los residuos aprenderá a manipularlos, lo que implica clasificarlos, reunirlos y, si es posible tratarlos, esto es, si fuesen peligrosos deberían ser transformados en especies inocuas o, especies cuyo impacto negativo ambiental sea más bajo.

Índice de prácticas

No. de práctica	Título de la práctica	Unidad Temática
1	Preparación de soluciones acuosas (a partir de un reactivo líquido y uno sólido)	1. Reacciones ácido-base.
2	Cuantificación de especies químicas en disolución mediante valoraciones químicas en presencia de un indicador químico.	1. Reacciones ácido-base. 1.1.6 Valoración de un ácido monoprótico con una base fuerte.
3	Cuantificación del grado de pureza de una muestra de ácido acético mediante una valoración con OH^- y midiendo el pH.	1. Reacciones ácido-base. 1.1.6 Valoración de un ácido monoprótico con una base fuerte.
4	Identificación y cuantificación de ácido acético en una muestra comercial de vinagre.	1. Reacciones ácido-base. 1.1.6 Valoración de un ácido monoprótico con una base fuerte.
5	Determinación de los coeficientes estequiométricos de la reacción entre ácido maleico e hidróxido de sodio y su aplicación en la cuantificación de ácido maleico en una muestra.	1. Reacciones ácido-base. 1.2.6 Valoración de un ácido diprótico con una base fuerte.
6	Determinación de los coeficientes estequiométricos de la reacción entre ácido cítrico e hidróxido de sodio y su aplicación en la cuantificación de ácido cítrico en una muestra.	1. Reacciones ácido-base. 1.3.2 Valoración de un ácido triprótico con una base fuerte.
7	Identificación y cuantificación de ácido cítrico en jugo de limón.	1. Reacciones ácido-base. 1.3.2 Valoración de un ácido triprótico con una base fuerte.
8	Identificación de un precipitado y/o de un hidroxocomplejo en el sistema Mg^{2+} y OH^- mediante una curva de valoración $\text{pH}=\text{f}(\phi)$	2. Reacciones entre un ion metálico y OH^- 2.4. formación simultánea de hidroxocomplejos y precipitados
9	Identificación de un precipitado y/o de hidroxocomplejos en el sistema Al^{3+} y OH^- mediante una curva de valoración $\text{pH}=\text{f}(\phi)$	2. Reacciones entre un ion metálico y OH^- 2.4. formación simultánea de hidroxocomplejos y precipitados

10	Separación de Cu^{2+} y Al^{3+} mediante reacciones de precipitación y/o redisolución con OH^- .	2. Reacciones entre un ion metálico y OH^- 2.4. formación simultánea de hidroxocomplejos y precipitados
11	Formación de Complejos: Estabilidad y Escalas de pP.	3. Reacciones de formación de complejos entre iones metálicos y ligandos 3.2. Formación de complejos del tipo ML 3.3. Formación de complejos del tipo ML_2
12	Valoración de cobre (II) con EDTA.	3. Reacciones de formación de complejos entre iones metálicos y ligandos 3.2.1.1 Formación de complejos con edta a un valor fijo de pH
13	Reacciones de oxido reducción.	4. Reacciones de óxido-reducción. 4.3 Reacciones químicas simples de óxido-reducción 4.3 Reacciones de sistemas poli-oxidantes y poli-reductores

Tabla de contenido

<i>Introducción</i>	ii
<i>Objetivo General de la Asignatura</i>	iii
<i>Objetivos del Curso Experimental</i>	iii
<i>Manejo de Residuos</i>	vi
<i>Índice de prácticas</i>	vii
Tabla de contenido.....	ix
<i>Actividades Generales</i>	1
<i>Semana 1</i>	3
<i>Actividades</i>	3
<i>Práctica 1. Preparación de soluciones acuosas (a partir de un reactivo líquido y uno sólido).</i>	4
<i>Semana 2</i>	15
<i>Actividades</i>	15
<i>Práctica 2. Cuantificación de especies químicas en disolución mediante valoraciones químicas en presencia de un indicador químico</i>	15
<i>Semana 3</i>	24
<i>Actividades</i>	24
<i>Práctica 3. Cuantificación del grado de pureza de una muestra de ácido acético mediante una valoración con OH⁻ y midiendo el pH.</i>	24
<i>Semana 4</i>	37
<i>Actividades</i>	37
<i>Práctica 4. Proyecto: “Identificación y cuantificación de ácido acético en una muestra comercial de vinagre”</i>	38
<i>Semana 5: Realización de una Práctica de reposición</i>	43
<i>Actividades</i>	43
<i>Semana 6</i>	44
<i>Práctica 5. Determinación de los coeficientes estequiométricos de la reacción entre ácido maleico e hidróxido de sodio y su aplicación en la cuantificación ácido maleico en una muestra</i>	45
<i>Semana 7</i>	56
<i>Actividades</i>	56
<i>Práctica 6. Determinación de los coeficientes estequiométricos de la reacción entre ácido cítrico e hidróxido de sodio y su aplicación en la cuantificación de ácido cítrico en una muestra.</i>	57

<i>Semana 8</i>	66
<i>Actividades</i>	66
<i>Práctica 7. Proyecto: “Identificación y cuantificación de ácido cítrico en el jugo de limón”</i>	67
<i>Semana 9</i>	73
<i>Actividades</i>	73
<i>Práctica 8. Identificación de un precipitado y/o de un hidroxocomplejo en el sistema Mg^{2+} y OH^{-} mediante una curva de valoración $pH=f(\phi)$</i>	74
<i>Semana 10</i>	79
<i>Actividades</i>	79
<i>Práctica 9. Identificación de un precipitado y/o de los hidroxocomplejos en el sistema Al^{3+} y OH^{-} mediante una curva de valoración $pH=f(\phi)$</i>	80
<i>Semana 11</i>	87
<i>Actividades</i>	87
<i>Práctica 10, Proyecto: Separación de Cu^{2+} y Al^{3+} mediante reacciones de precipitación y/o redisolución con OH^{-}</i>	88
<i>Semana 12: Realización de una Práctica de reposición</i>	91
<i>Actividades</i>	91
<i>Semana 13</i>	92
<i>Actividades</i>	92
<i>Práctica 11: Formación de complejos: estabilidad y escalas de predicción de reacciones (pL y pM)</i>	92
<i>Semana 14</i>	103
<i>Actividades</i>	103
<i>Práctica 12: Valoración de Cobre (II) con EDTA</i>	103
<i>Semana 15</i>	111
<i>Actividades</i>	111
<i>Práctica 13: Reacciones de Oxidorreducción</i>	111
<i>Bibliografía</i>	120

Glosario

Palabra. [Haga clic aquí y escriba la definición.]

Actividades Generales

Semana	Actividades	Fecha	Observaciones
1	Introducción al curso de Laboratorio. Práctica 1: Preparación de soluciones acuosas (a partir de un reactivo líquido y uno sólido).		
2	Práctica 2: Cuantificación de especies químicas en disolución mediante valoraciones químicas en presencia de un indicador químico.		
3	Práctica 3: Cuantificación del grado de pureza de una muestra de ácido acético mediante una valoración con OH^- y midiendo el pH.		
4	Práctica 4: Proyecto Identificación y cuantificación de ácido acético en una muestra comercial de vinagre.		
5	Realización de una Práctica de reposición o clase de regularización.		
6	Práctica 5: Determinación de los coeficientes estequiométricos de la reacción entre ácido maleico e hidróxido de sodio y su aplicación en la cuantificación de ácido maleico en una muestra.		
7	Práctica 6: Determinación de los coeficientes estequiométricos de la reacción entre ácido cítrico e hidróxido de sodio y su aplicación en la cuantificación de ácido cítrico en una muestra.		
8	Práctica 7: Proyecto Identificación y cuantificación de ácido cítrico en jugo de limón.		
9	Práctica 8: Identificación de un precipitado y/o de un hidroxocomplejo en el sistema Mg^{2+} y OH^- mediante una curva de valoración $\text{pH}=\text{f}(\phi)$.		
10	Práctica 9: Identificación de un precipitado y/o de hidroxocomplejos en el sistema Al^{3+} y OH^- mediante una curva de valoración $\text{pH}=\text{f}(\phi)$.		
11	Práctica 10: Proyecto Separación de Cu^{2+} y Al^{3+} mediante reacciones de precipitación y/o redisolución con OH^- .		
12	Realización de una Práctica de reposición o clase de regularización.		
13	Práctica 11: Formación de Complejos: Estabilidad y Escalas de pP.		
14	Práctica 12: Valoración de cobre (II) con EDTA.		

15	Práctica 13: Reacciones de óxido-reducción.		
16	Entrega de Calificaciones y Firma de hojas de control individual.		

Semana 1

Actividades

Las actividades por realizar en la primera semana del “Curso del Laboratorio” son las siguientes:

1. El profesor expondrá una introducción sobre el curso de laboratorio, explicando las actividades por realizar y la forma de evaluar, además leerá el “reglamento interno del laboratorio”.
2. Se incluirán las fechas en el formato de las “actividades generalizadas calendarizadas” y en el caso de existir días inhábiles se establecerán los ajustes a estas actividades.
3. Se les solicitará a los estudiantes que traigan, a partir de la segunda semana, el siguiente material:

Por Equipo (2 o 3 estudiantes)	Por grupo
Bata (individual)	Un candado con dos llaves
Jerga	Servi-toallas
Etiquetas o Masking	Detergente
3 “copas tequileras” (recipientes de volumen pequeño)	Escobillones
6 frascos goteros de 25 mL	
4 frascos de plástico de 250 mL	
4 frascos de plástico de 50 mL	
1 embudo de plástico	
Lentes de protección	
Propipetas de: 5 y 20 mL	
2 barras magnéticas	

4. El profesor y los estudiantes leerán la introducción de la práctica 1 y realizarán los ejercicios propuestos.
5. El profesor explicará el manejo de la balanza analítica.
6. Antes de iniciar la sesión experimental los estudiantes se integrarán en equipos de trabajo (con tres o cuatro estudiantes por equipo) y solicitarán (al laboratorista) el material y los reactivos por utilizar en la práctica
7. Se discutirá en forma general y se realizará la “práctica 1”.
8. Los estudiantes realizarán y entregarán el informe de la práctica 1.
9. Los estudiantes realizarán y entregarán el examen relativo a la práctica 1.

Práctica 1. Preparación de soluciones acuosas (a partir de un reactivo líquido y uno sólido).

I. Introducción (Conceptos básicos).

Una de las operaciones esenciales de la química consiste en la **preparación de disoluciones acuosas**, a partir de reactivos analíticos, las cuales, en muchas ocasiones, se utilizan para efectuar reacciones en disolución. Los **reactivos analíticos** son distintos tipos de sustancias sólidas o líquidas que se utilizan en los laboratorios de análisis químico, por ello, se producen comercialmente con un alto grado de pureza. Los datos del sulfato de amonio (un reactivo sólido) se muestran en la siguiente imagen:

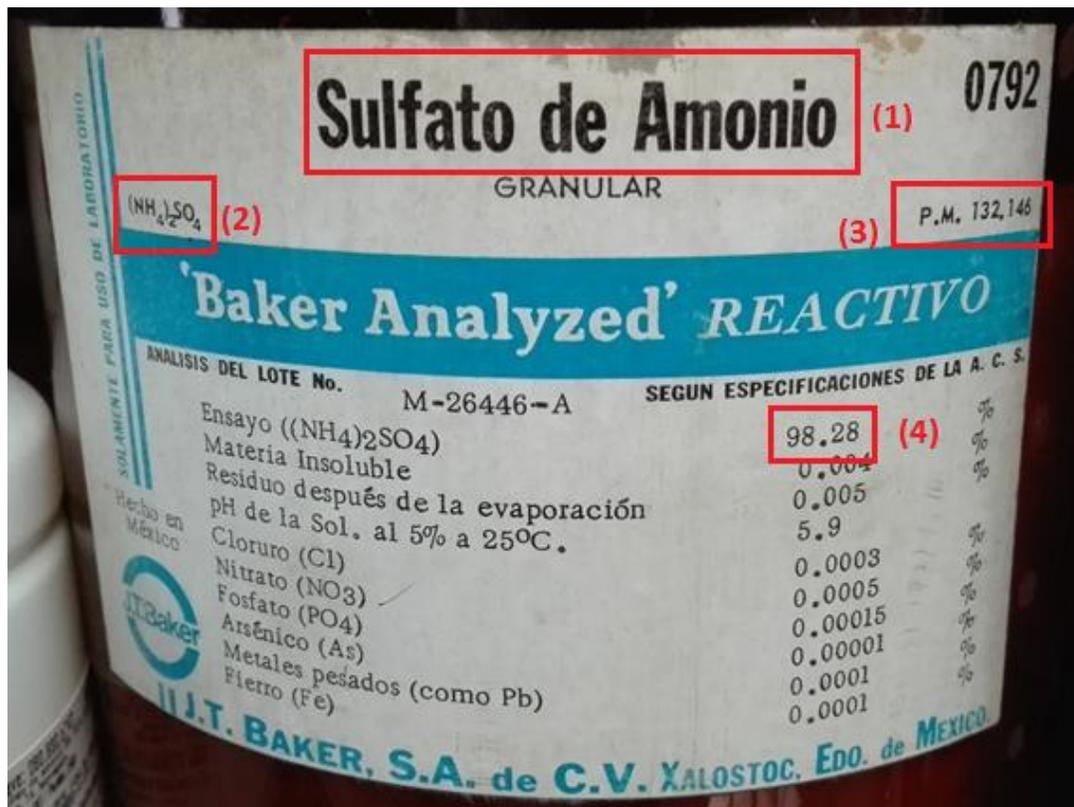


Imagen 1.1.- Etiqueta de un reactivo analítico sólido (información relevante en los cuadros rojos)

En la Imagen 1.1 se muestra una etiqueta de un reactivo analítico sólido, donde la información relevante para la preparación de soluciones se encuentra señalada en cuadros de color rojo y numerados: (1) nombre del reactivo analítico, (2) fórmula química, (3) masa molar (MM), (4) ensayo o porcentaje de pureza (%P).

La **concentración de una solución** está definida como la cantidad de soluto en una cantidad dada de solvente, o en una cantidad total de la solución. La **molaridad** es una

de las unidades de concentración más comunes en química y está definida como el

número de moles de soluto por litro de solución: $C_{(M)} = \frac{\text{moles de soluto}}{\text{litro de solución}}$

La masa (en gramos) necesaria, de un **reactivo analítico sólido**, para preparar un volumen (en mililitros) de una solución de molaridad $C_{(M)}$ es:

$$m_{(RA)} = \frac{C_{(M)} V (MM)}{10 \times \%P}$$

En donde %P es el porcentaje de pureza (en masa) del reactivo analítico y MM la masa molar del reactivo analítico.

Para preparar una solución acuosa a partir de un soluto sólido se siguen las siguientes etapas (ver imagen 1.2):

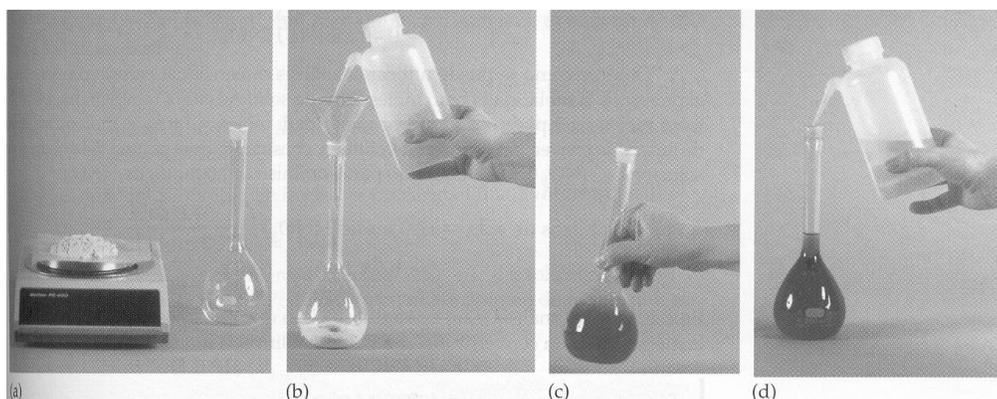


Imagen 1.2.- Etapas en la preparación de una solución a partir de un reactivo sólido

- a) Primero, se realiza el cálculo de la masa necesaria del reactivo analítico ($m_{(RA)}$) de un volumen dado de solución de cierta concentración en molaridad y, en

seguida, se pesa el soluto en forma precisa en una balanza analítica (tipo semi-micro).

- b) Esta masa de soluto se coloca en un contenedor (matraz volumétrico o vaso de precipitado) y se agrega una cantidad de agua destilada, suficiente para disolver el sólido (alrededor de $\frac{3}{4}$ del volumen total).
- c) El sólido se disuelve mediante agitación (manual o magnética).
- d) Finalmente, se trasvasa al matraz volumétrico y se agrega agua destilada hasta la marca de aforo, se coloca el tapón del matraz y se mezcla la solución final.

También se pueden preparar soluciones (de una concentración específica) a partir de soluciones concentradas de **reactivos analíticos líquidos** (ácidos y amoniaco) mediante un **proceso de dilución**.

La imagen muestra una etiqueta de un reactivo analítico líquido de la marca DALTON. La información relevante está señalada en cuadros rojos:

- (1) **ACIDO CLORHIDRICO 37%**
- (2) **HCl**
- (3) **P.M. 36,46**
- (4) **37%**
- (5) **Densidad 1.2 g/mL**
- (4) **Máximo de impurezas**
- (4) **Tit. mín. como HCl 36,5-38,0%**

Además, la etiqueta incluye:

- Para análisis A.C.S.
- Evitar contacto con la piel e inhalación de vapores. Lavar con abundante agua.
- R: 34 - 37
- S: 2 - 26
- LOTE N° :
- Cont. Neto **1000 ml**
- Tabla de impurezas:

Máximo de impurezas (4)	
Tit. mín. como HCl	36,5-38,0%
Color (APHA)	10
Residuo por calcinación	5 ppm
Bromuro (Br)	0,005%
Sulfato (SO ₄)	1 ppm
Sulfito (SO ₃)	3 ppm
Materia orgánica extraíble	5 ppm
Cloro libre (Cl)	1 ppm
Amoníaco (NH ₃)	3 ppm
Arsénico (As)	0,01 ppm
Metales pesados (como Pb)	1 ppm
Hierro (Fe)	0,2 ppm
1 L = 1,19 kg	

Imagen 1.3.- Etiqueta de un reactivo analítico líquido (información relevante en los cuadros rojos).

En la imagen 1.3 se muestra la etiqueta del ácido clorhídrico. Los datos relevantes para establecer la concentración de este reactivo se encuentran señalados en cuadros

de color rojo y numerados: (1) nombre del reactivo, (2) fórmula química, (3) masa molar (MM), (4) porcentaje de pureza (%P), (5) densidad (d).

La concentración en molaridad, $C_{(M)}$, de un **reactivo analítico líquido** de cierto porcentaje de pureza (en masa) %P, masa molar del reactivo MM (en g/mol) y densidad, d (g/mL) es,

$$C_{(M)} = 10 \frac{d \times \%P}{(MM)}$$

El **proceso de dilución** de una solución es un método sistemático para reducir la concentración de la solución mediante la adición de solvente. Hay que hacer notar que la cantidad de soluto no cambia, sólo cambia la cantidad de solvente. Esto significa que:

moles de soluto antes de la dilución = moles de soluto después de la dilución

En términos de la molaridad y el volumen de la solución que se desea diluir y, de la molaridad y volumen de la solución diluida, la expresión anterior puede escribirse de la siguiente manera: $C_{(M)} V_{(alícuota M)} = C_{(1)} \times V_{(aforo 1)}$

$C_{(M)} V_{(alícuota M)}$, corresponde a las moles de la solución concentrada, mientras que $C_{(1)} \times V_{(aforo 1)}$ a las moles de la solución diluida. Esto significa que el volumen de la solución concentrada ($V_{(alícuota M)}$) es llevado a un volumen final ($V_{(aforo 1)}$) para producir la solución diluida en la molaridad deseada $C_{(1)}$

Para preparar una solución acuosa a partir de un reactivo analítico líquido se siguen las siguientes etapas:

- a) A partir de la concentración $C_{(M)}$ del reactivo analítico, se calcula la dilución a efectuar, es decir, el volumen necesario ($V_{(M)}$), para preparar cierto volumen dado ($V_{(aforo)}$) de solución de cierta concentración $C_{(1)}$ en molaridad.
- b) Se mide el volumen requerido de reactivo analítico con una pipeta volumétrica (hay que redondear el volumen obtenido mediante los cálculos hasta un volumen que se pueda medir con las pipetas volumétricas) y posteriormente se deposita en el matraz aforado.
- c) Se agrega agua destilada hasta la marca de aforo, se coloca el tapón del matraz y se mezcla la solución final.

El **factor de dilución (f_d)**: está definido como el volumen requerido de una solución concentrada entre el volumen de aforo (o final) de la solución más diluida:

$$f_d = \frac{V_{\text{alícuota}}}{V_{\text{aforo}}}$$

II. Ejercicio.

El profesor dirigirá los ejercicios que sean más apropiados para cumplir con el objetivo de la práctica.

III. Objetivos.

Al finalizar esta sesión de laboratorio el alumno deberá ser capaz, **en general**, de preparar dos disoluciones acuosas; una a partir del reactivo sólido: carbonato de sodio, y la otra; a partir del reactivo líquido: ácido clorhídrico.

En particular, al finalizar la sesión del laboratorio, el estudiante deberá ser capaz de:

- Realizar los cálculos necesarios para obtener la masa de carbonato de sodio (un reactivo analítico sólido) necesaria para preparar _____ mL de una solución acuosa _____ M.
- Manejar una balanza analítica (del tipo semi-micro) y pesar la masa de carbonato de sodio.
- Preparar la solución acuosa de carbonato de sodio.
- Realizar los cálculos de las diluciones necesarias, por efectuar a la solución concentrada de ácido clorhídrico (un reactivo analítico líquido), para preparar _____ mL de una solución acuosa _____ M.
- Preparar la solución de ácido clorhídrico.

IV. Cálculos.

- Completar la Tabla 1 para realizar los cálculos de la preparación de _____ mL de una solución acuosa de carbonato de sodio _____ M.

Tabla 1. Cálculos para la preparación de soluciones a partir de reactivos sólidos					
Solutos sólidos			Masa del soluto (reactivo analítico)	$m_{RA} = \frac{C_{(M)} V (MM)}{10 \times \% P}$	Resultado masa (RA)
	Datos	Unidades			
Fórmula Química					
Masa Molar					
Porcentaje de Pureza					
Volumen de la Solución					
Conc. de la Solución					

- Completar la Tabla 2 para realizar los cálculos de la preparación de _____ mL de una solución acuosa de ácido clorhídrico _____ M.

Tabla 2. Cálculos para la preparación de soluciones a partir de reactivos líquidos						
Reactivo analítico ácido clorhídrico						
		Datos	Unidades	Incógnita	Desarrollo	Resultado
Fórmula				Concentración de ácido clorhídrico en reactivo analítico	$C_M = 10 \frac{d \times \%P}{MM}$	$C_{(M)}$
Masa molar						
Porcentaje de pureza						
Densidad de la solución						
Primera Dilución de ácido clorhídrico						
		Datos	Unidades	Incógnita	Desarrollo	Resultado
$C_{(M)}$				Concentración de HCl en la primera dilución (solución 1)	$C_{(1)} = C_M \times \frac{V_{aliquota\ M}}{V_{aforo\ 1}}$	$C_{(1)}$
$V_{(aliquota\ M)}$						
$V_{(Aforo1)}$						
Segunda Dilución de ácido clorhídrico						
		Datos	Unidades	Incógnita	Desarrollo	Resultado
$C_{(1)}$				Concentración de HCl en la segunda dilución (solución 2)	$C_{(2)} = C_1 \times \frac{V_{aliquota\ 1}}{V_{aforo\ 2}}$	$C_{(2)}$
$V_{(aliquota\ 1)}$						
$V_{(Aforo\ 2)}$						

V. Material, Equipo y Reactivos

Material	Equipo	Reactivos
1 piseta	1 agitador magnético	carbonato de sodio (reactivo analítico sólido)
1 espátula y un tubo de vidrio	2 barras magnéticas	ácido clorhídrico (reactivo analítico líquido)
2 vasos de precipitado de 50 mL	Balanza analítica	
3 matraces aforados de ____, ____, ____, mL	“Saca-barras magnéticas”	
2 pipeta volumétrica de ____, ____, mL		

VI. Procedimiento Experimental

A). Preparación de la solución de carbonato de sodio

Tomando como base los cálculos desarrollados (haciendo uso de la Tabla 1), pesar, utilizando la balanza del tipo semi-micro, la masa de carbonato de sodio (un reactivo analítico sólido) para preparar _____ mL de una solución acuosa _____ M. Anotar los valores reales que se solicitan en Tabla 3.

Disolver en agua destilada la muestra pesada (se puede utilizar la agitación magnética) y al finalizar, transferir la solución utilizando un embudo de vidrio a un matraz volumétrico (tener cuidado de no provocar pérdidas de la solución). Aforar el matraz volumétrico utilizando agua destilada, la cual ha sido transferida previamente al vaso de precipitado, en donde se disolvió originalmente la muestra, una vez que se esté muy cerca de la marca de aforo, utilizar una pipeta graduada (o un gotero) para agregar gota a gota el agua y así realizar el aforo.

Guardar esta solución, en un frasco etiquetado apropiadamente, ya que la concentración experimental de carbonato se determinará en la semana 2.

B). Preparación de la solución de ácido clorhídrico

Tomando como base los cálculos desarrollados en la Tabla 2, efectuar dos diluciones sucesivas a partir de la solución original de ácido clorhídrico para preparar _____ mL de una solución acuosa _____ M. Anotar los valores reales que se solicitan en Tabla 4.

Guardar esta solución, en un frasco etiquetado apropiadamente, ya que la concentración experimental de HCl se determinará en la semana 2.

VII. Tratamiento de datos

Establecer junto con el profesor el tratamiento apropiado de los datos obtenidos durante la experimentación y completar las Tablas 3 y 4

Tabla 3. Preparación de soluciones a partir de reactivos sólidos			
Fórmula química			
Masa Molar			
Porcentaje de Pureza			
Volumen de la Solución			
Masa vaso de precipitados			
Masa vaso de precipitados con soluto			
Masa real			

Incógnita

Concentración real de solución

Desarrollo

Concentración real

Tabla 4. Preparación de soluciones a partir de reactivos líquidos			
Primera Dilución de ácido clorhídrico			
	Datos	Unidades	
	$C_{(M)}$		
	$V_{(alicuota M)}$		
	$V_{(Aforo1)}$		
			Incógnita
			Concentración de HCl en la primera dilución (solución 1)
			Desarrollo
			$C_{(1)} = C_M \times \frac{V_{alicuota M}}{V_{aforo 1}}$
			Resultado
			$C_{(1)}$
Segunda Dilución de ácido clorhídrico			
	Datos	Unidades	
	$C_{(1)}$		
	$V_{(alicuota 1)}$		
	$V_{(Aforo 2)}$		
			Incógnita
			Concentración de HCl en la segunda dilución (solución 2)
			Desarrollo
			$C_{(2)} = C_1 \times \frac{V_{alicuota 1}}{V_{aforo 2}}$
			Resultado
			$C_{(2)}$

VIII. Informe (de la Sesión experimental)

Una copia impresa con las preguntas del informe se les entregará al terminar la sesión experimental. Los estudiantes realizarán y entregarán el informe de la práctica 1, además, se deberán anexar las tablas 3 y 4 (con los resultados obtenidos).

IX. Examen (Individual)

Los estudiantes realizarán y entregarán un examen que evalúe algún aspecto relevante de la práctica 1. Una copia impresa de este examen se entregará 20 minutos antes de terminar la sesión de laboratorio.

Semana 2

Los estudiantes deben contar con frascos de plástico para almacenar las soluciones preparadas, servitoallas, detergente, escobillones y etiquetas.

Actividades

Las actividades por realizar en la segunda semana del curso de laboratorio son las siguientes:

1. Los estudiantes resolverán (en forma individual) el examen de conocimientos previos relativo a la práctica 2.
2. Al terminar el examen de conocimientos previos, el profesor y los estudiantes, leerán la introducción de la práctica 2 y realizarán los ejercicios propuestos
3. Se discutirá en forma general y se realizará la práctica 2
4. Los estudiantes pedirán el material y el equipo necesario para realizar la parte experimental.
5. Una vez terminada la sesión experimental, se discutirá el tratamiento de datos
6. Los estudiantes realizarán y entregarán el informe de la práctica 2.
7. Los estudiantes realizarán y entregarán el examen relativo a la práctica 2.

Práctica 2. Cuantificación de especies químicas en disolución mediante valoraciones químicas en presencia de un indicador químico

I. Introducción (Conceptos básicos).

Una de las aplicaciones fundamentales de la Química Analítica consiste en el desarrollo de técnicas que permiten cuantificar a las sustancias químicas. La **volumetría** es una técnica del **análisis químico cuantitativo** que permite determinar la

concentración “real” (empírica) en molaridad de la solución de una especie de interés, al efectuar un proceso de valoración (o titulación). **El proceso de valoración** (o titulación) consiste en la adición de porciones sucesivas de la solución del reactivo titulante (que corresponde en general al reactivo de concentración “perfectamente conocida”, en molaridad) a un volumen inicial (“perfectamente conocido”, alícuota) de la solución del reactivo por titular (que corresponde, en general, al reactivo cuya concentración se desea determinar). Ambos reactivos participan en una reacción química, denominada “**reacción de valoración**”. El fin primordial de este proceso consiste en determinar la concentración del reactivo de interés mediante la determinación del “**volumen del punto estequiométrico o volumen del punto de equivalencia**” que corresponde al volumen de la solución del reactivo valorante necesario para **reaccionar estequiométricamente** con el reactivo de interés. En el caso de que la **estequiometría** entre los reactivos que participan en la reacción de valoración sea conocida e igual a: 1:1, entonces, en el punto estequiométrico, se cumple el balance que se muestra en la Imagen 2.1 (Tabla de Balance Estequiométrico).

“Tabla de Balance Estequiométrico”

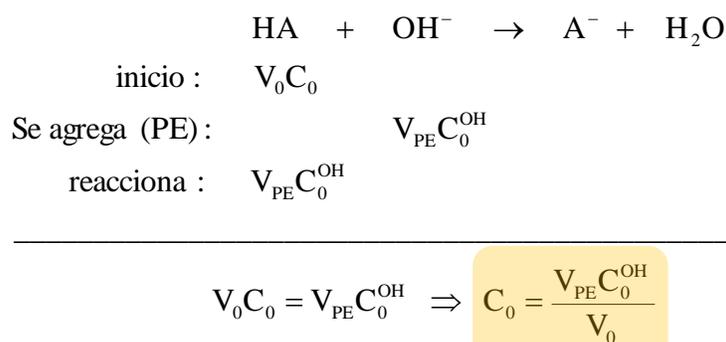


Imagen 2.1.- “Tabla de Balance Estequiométrico”. Balance aplicado en el punto estequiométrico de una reacción de valoración de estequiometría 1 a 1.

El **Indicador químico** corresponde a una sustancia que puede ser de carácter ácido o básico débil y que posee la propiedad de presentar diferentes coloraciones dependiendo del pH de la disolución en la que dicha sustancia se encuentre disuelta. Cada reacción de valoración requiere de un indicador apropiado para detectar el **fin de valoración**; esto es, el **punto estequiométrico** de la reacción, el más adecuado es aquél que tiene un intervalo de transición de pH que quede dentro del cambio brusco de pH de la valoración (ver Imagen 2.2) el cual se presenta en la vecindad del punto estequiométrico, cuando el grado de conversión es mayor o igual al 99 %.

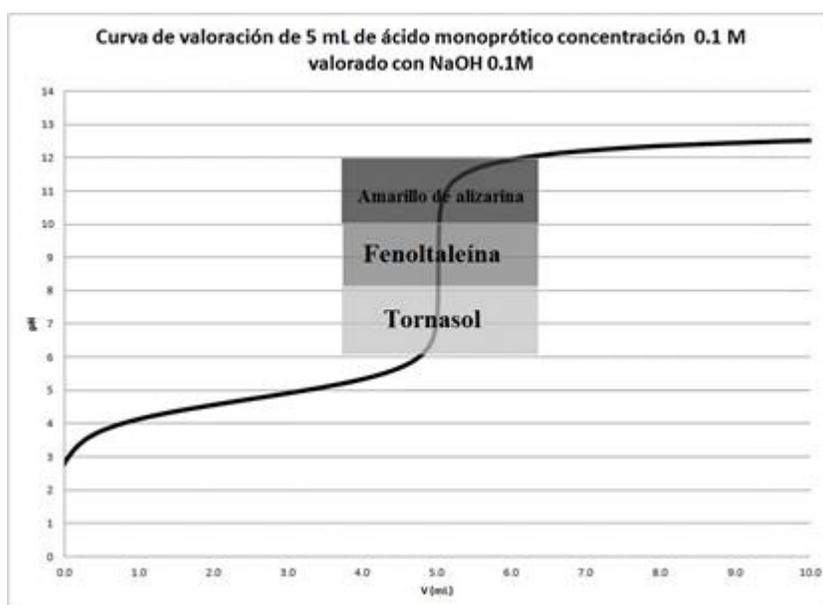


Imagen 2.2.- Intervalo de transición de pH de diferentes indicadores sobre una curva de valoración: $\text{pH} = f(V^{\text{OH}})$, de un ácido monoprótico con NaOH.

II. Ejercicio.

El profesor dirigirá los ejercicios que sean más apropiados para cumplir con el objetivo de la práctica.

III. Objetivos.

Al finalizar esta sesión de laboratorio el alumno deberá ser capaz, **en general**, de cuantificar las dos disoluciones acuosas que preparó en la práctica 1: la de carbonato de sodio y la de ácido clorhídrico, utilizando la técnica de valoración química en presencia de un indicador químico de fin de valoración.

En particular, al finalizar la sesión del laboratorio, el estudiante deberá ser capaz de:

- a) Escribir las ecuaciones químicas iónicas asociadas a las reacciones de valoración.
- b) Identificar al reactivo por valorar y al reactivo titulante.
- c) Establecer el montaje experimental necesario para efectuar la valoración química.
- d) Determinar en forma apropiada el volumen de fin de valoración (o volumen de vire: V_{vire})
- e) Determinar las concentraciones **empíricas** de las soluciones de carbonato de sodio y ácido clorhídrico (preparadas en la práctica 1) mediante la aplicación de **la tabla de balance estequiométrico** de la valoración química.
- f) Comparar los valores de concentración, obtenidos empíricamente, con los propuestos en la práctica 1 (por la preparación de soluciones) y discutir sus posibles diferencias.

IV. Material, Equipo y Reactivos

Material	Equipo	Reactivos
1 piseta	1 agitador magnético	Carbonato de sodio (solución preparada en práctica 1)
1 pipeta volumétrica de 5 mL	2 barras magnéticas	Ácido clorhídrico (solución preparada en práctica 1)
2 vasos de precipitado de 50 mL	un soporte universal con pinzas	Fenolftaleína (indicador químico)
3 copas tequileras	“Saca-barras magnéticas”	Solución estandarizada comercial (Baker) de ácido clorhídrico, 0.0998 M
1 bureta de 10 mL		

V. Procedimiento Experimental

A). Valoración de la solución de carbonato de sodio con HCl, 0.0998 M (en presencia de fenolftaleína)

Utilizando una pipeta volumétrica, medir de manera exacta _____ mL de la solución acuosa de “carbonato” y agregarle de dos a tres gotas de fenolftaleína (indicador químico). Mezclar la solución y mantenerla bajo agitación “magnética”; realizar la valoración agregando con la bureta la solución (estandarizada, Baker) de HCl, 0.0998 M. Detener la valoración cuando ocurra el cambio de coloración y éste se mantenga por lo menos 15 segundos. Anotar el volumen agregado de HCl, en esta situación (denominado “volumen de vire: V_{vire} ”), en la Tabla 1.

Realizar nuevamente la valoración y anotar el nuevo valor de: V_{vire} , en la Tabla 1. En el caso de que el valor del segundo volumen de vire sea muy parecido al de la primera

valoración, concluir este experimento, de no ser así, realizar una valoración adicional y anotar el tercer valor del volumen de vire en la Tabla 1.

B). Valoración de la solución de HCl (preparada en la práctica 1), con la solución estandarizada de carbonato de sodio (en presencia de fenolftaleína).

Utilizando una pipeta volumétrica, medir de manera exacta _____ mL de la solución estandarizada de “carbonato” (procedimiento experimental, A)) y agregarle de dos a tres gotas de fenolftaleína (indicador químico). Mezclar la solución y mantenerla bajo agitación “magnética”; realizar la valoración agregando con la bureta la solución de HCl (preparada en la práctica 1). Detener la valoración cuando ocurra el cambio de coloración y éste se mantenga por lo menos 15 segundos. Anotar el volumen agregado de HCl, en esta situación (V_{vire}) en la Tabla 2.

Realizar nuevamente la valoración y anotar el nuevo valor de: V_{vire} , en la Tabla 2. En el caso de que el valor del segundo volumen de vire sea muy parecido al de la primera valoración, concluir este experimento, de no ser así, realizar una valoración adicional y anotar el tercer valor del volumen de vire en la Tabla 2.

VI. Orientaciones para el tratamiento y disposición de residuos

La solución estandarizada (comercial, Baker) de HCl que no haya sido utilizada se debe guardar en un frasco debidamente etiquetado.

Las soluciones resultantes de las valoraciones se deben mezclar y guardar en un frasco (etiquetado); para que en la semana 3, se les ajuste el pH de tal forma que se encuentre en el intervalo: $5.5 < \text{pH} < 10$ (medido con el pH-metro) y, una vez realizado

esto, la solución generada (ya con el pH ajustado) se debe verter en la tarja manteniendo el grifo del agua abierto.

VII. Tratamiento de datos

Establecer junto con el profesor el tratamiento apropiado de los datos obtenidos durante la experimentación y completar las Tablas 1, 2 y 3.

Tabla 1.- Determinación de la concentración experimental de la solución CO ₃ (indicador químico)			
	Datos	Unidades	
Volumen de la Alícuota de CO ₃			Incógnita Concentración exp. de la solución de CO ₃
Concentración de la Soluc. de HCl			
Volumen 1 de HCl para alcanzar el vire			
Volumen 2 de HCl para alcanzar el vire			
Volumen 3 de HCl para alcanzar el vire			
Volumen promedio			
Indicador Químico			
Tabla de balance estequiométrico			
Ecuación química asociada a la reacción de valoración	$CO_3^{2-} + H^+ \rightleftharpoons HCO_3^-$		
Inicio			
Se agrega (PE)			
Reacciona			

Tabla 2.- Determinación de la concentración experimental de la solución HCl (indicador químico)			
Datos		Unidades	Incógnita
Volumen de la Alícuota de CO ₃			Concentración exp.de la solución de HCl
Concentración de la Soluc. de CO ₃			
Volumen 1 de HCl para alcanzar el vire			
Volumen 2 de HCl para alcanzar el vire			
Volumen 3 de HCl para alcanzar el vire			
Volumen promedio			
Indicador Químico			
Tabla de balance estequiométrico			
Ecuación química asociada a la reacción de valoración	$CO_3^{2-} + H^+ \rightleftharpoons HCO_3^-$		
Inicio			
Se agrega (PE)			
Reacciona			
	=	$\Rightarrow C_0 =$	

Tabla 3. Determinación de la concentración empírica de la solución de HCl en el reactivo analítico					
Datos		Unidades	Incógnita	Desarrollo	Resultado
Concentración de HCl en dilución 2 (C ₂)			Concentración de HCl en primera dilución	$C_{(1)} = C_2 \times \frac{V_{Aforo 2}}{V_{alícuota 1}} = C_2 \times \frac{1}{f_2}$	C ₍₁₎ 
Volumen de aforo 2					
Volumen de alícuota 1					
Datos		Unidades	Incógnita	Desarrollo	Resultado
Concentración de HCl en primera dilución (C ₁)			Concentración de reactivo analítico de HCl	$C_{(M)} = C_1 \times \frac{V_{Aforo 1}}{V_{alícuota M}} = C_1 \times \frac{1}{f_1}$	C _(M) 
Volumen de aforo 1					
Volumen de alícuota M					

VIII. Informe (de la Sesión experimental)

Los estudiantes realizarán y entregarán el informe de la práctica 2, además, se deberán anexar las tablas 1 a 3 (con los resultados obtenidos). Una copia impresa con las preguntas del informe se les entregará al terminar la sesión experimental.

IX. Examen (Individual)

Los estudiantes realizarán y entregarán un examen que evalúe algún aspecto relevante de la práctica 2. Una copia impresa de este examen se les entregará 20 minutos antes de terminar la sesión de laboratorio.

Semana 3

Actividades

Las actividades por realizar en la 3ª semana del curso de laboratorio son las siguientes:

1. Los estudiantes resolverán (en forma individual) el examen de conocimientos previos relativo a la práctica 3.
2. Al terminar el examen de conocimientos previos, el profesor y los estudiantes leerán la introducción de la práctica 3 y realizarán el ejercicio propuesto.
3. Se discutirá en forma general y se realizará la práctica 3
4. Los estudiantes pedirán el material y equipo necesarios para efectuar la parte experimental.
5. Una vez terminada la sesión experimental, se discutirá el tratamiento de datos y los estudiantes realizarán y entregarán el informe de la práctica 3.
6. Los estudiantes realizarán y entregarán el examen relativo a la práctica 3.
7. Se les informará a los estudiantes que la próxima semana deberán traer una muestra comercial de vinagre para que realicen su **Proyecto**: “Identificación y cuantificación de ácido acético en una muestra comercial de vinagre”

Práctica 3. Cuantificación del grado de pureza de una muestra de ácido acético mediante una valoración con OH^- y midiendo el pH.

I. Introducción (Conceptos básicos).

Las valoraciones ácido-base, además de realizarse en presencia de un indicador químico, pueden seguirse al medir el pH durante la valoración (seguida pH-métricamente), esto se realiza utilizando un **electrodo de vidrio** (electrodo indicador), un

electrodo de referencia y un potenciómetro. Las valoraciones seguidas pH-métricamente permiten obtener una curva de valoración, que se obtiene al graficar el pH en función del volumen agregado del reactivo titulante, $\text{pH} = f(V^{\text{OH}^-})$. A partir de esta curva es posible determinar la cuantitatividad de la reacción de valoración, el valor del pKa del par conjugado ácido-base y lo más importante, permite realizar la cuantificación de la cantidad de la especie valorada (al determinar en forma gráfica el volumen de punto de equivalencia de la reacción de valoración).

La **curva teórica** $\text{pH} = f(V^{\text{OH}^-})$ de la valoración de un ácido monoprótico con una base fuerte se puede construir a partir de la hoja de cálculo respectiva. Más adelante, se muestran, por una parte, algunos datos relevantes obtenidos a partir de la hoja de cálculo (Figura 3.1) y, por otra parte, la curva teórica $\text{pH} = f(V^{\text{OH}^-})$ de la valoración de ácido acético (un ácido monoprótico: HA) con OH^- (Figura 3.2).

Figura 3.1. Algunos datos (provenientes de una hoja de cálculo) para la obtención de la curva teórica de valoración de ácido acético (monoprótico) con OH^- .

Valoración de la Solución de un Ácido Monoprótico C_0 (M) con OH								
C_0	V_0	C_T	$\text{p}K_W$	$\text{p}K_A$	V_{PE}	C^*_{0PE}		
0.15	10	0.2	14	4.76	7.5	0.0857143		
			K_W	K_A				
			1E-14	1.738E-05				
ϕ	V	pH	$[\text{H}_3\text{O}^+]$	$[\text{OH}^-]$	α_A	α_{HA}	suma	
-2.087794E-04	0.00	2.79	0.0016218	6.166E-12	0.01060159	0.9893984	1	2.087794E-04
0.000277704	0.00	2.80	0.0015849	6.31E-12	0.01084586	0.9891541	1	-2.777042E-04
4.998407E-01	3.75	4.76	1.738E-05	5.754E-10	0.5	0.5	1	1.592793E-04
0.505600066	3.79	4.77	1.698E-05	5.888E-10	0.50575621	0.4942438	1	-5.600066E-03
9.999975E-01	7.50	8.84	1.445E-09	6.918E-06	0.99991683	8.317E-05	1	2.472795E-06
1.000001E+00	7.50	8.85	1.413E-09	7.079E-06	0.99991872	8.128E-05	1	-1.300796E-06
1.503224E+00	11.27	12.55	2.818E-13	0.0354813	0.99999998	1.622E-08	1	

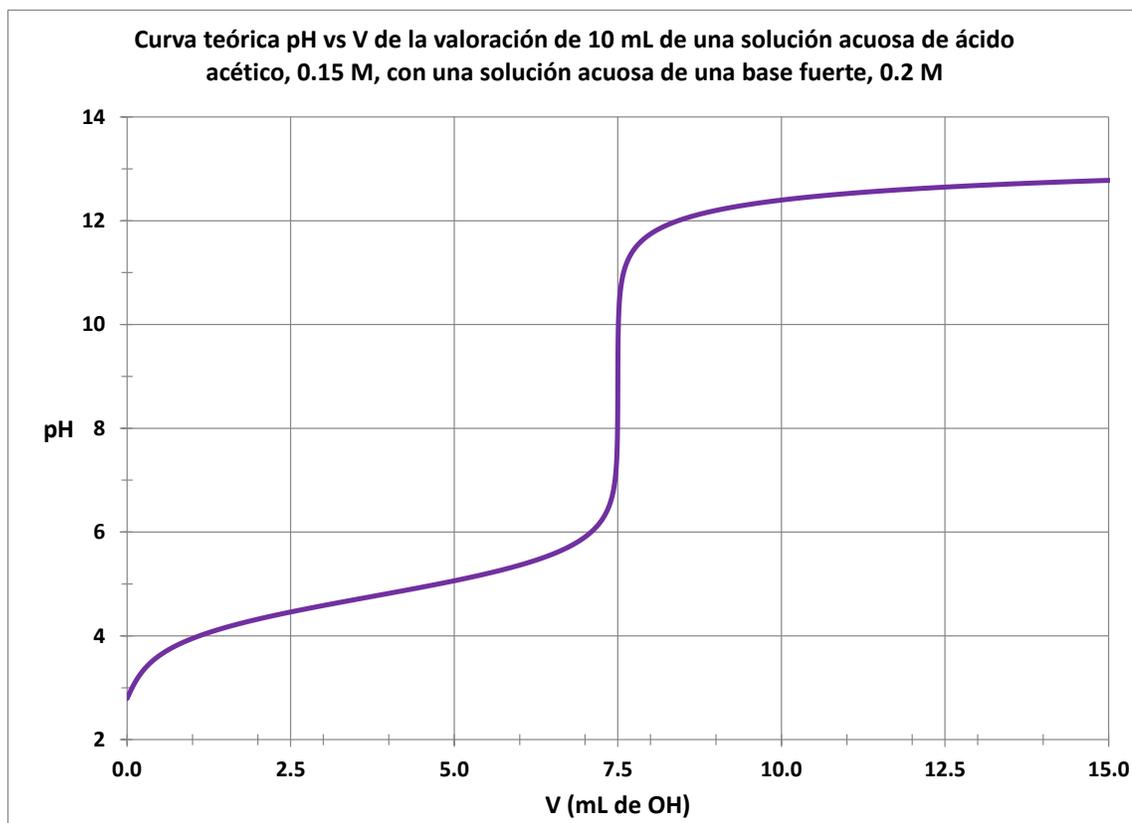


Figura 3.2. Curva teórica $\text{pH}=\text{F}(\text{V}^{\text{OH}^-})$ de la valoración de una solución acuosa de ácido acético con una solución acuosa de una base fuerte.

Actividad: Señalar sobre el gráfico los porcentajes de las especies predominantes en los siguientes valores de V^{OH^-} : = 0.00, 3.75, 7.50, 11.27 mL y completar la descripción química de la valoración.

Se puede aplicar el conocimiento generado de la descripción química de la valoración teórica a una **curva experimental** con el propósito de determinar:

1. El punto de equivalencia experimental $(\text{V}_{\text{PE}}^{\text{OH}^-}, \text{pH}_{\text{PE}})$, mediante el “método de tangentes”

2. La concentración empírica del ácido valorado con el dato: $V_{PE}^{OH^-}$ y la “Tabla de balance estequiométrico” (ver página 16).
3. La tabla particular de variación de concentraciones (al equilibrio y en molaridad) de las especies que participan en la reacción durante la valoración: TPVCM
4. El pKa empírico del par HAc/Ac⁻ a partir de la curva de valoración con el dato: $V_{PE}^{OH^-} / 2$.
5. El grado de conversión empírico de la reacción a partir de pH_{PE} y el pKa experimental
6. El pK_w empírico del agua a partir de una regresión lineal del tratamiento de los datos $pH=f(V^{OH^-})$ en la región “después del punto de equivalencia” (**dpe**)
7. La constante de reacción experimental a partir de los datos: pKa y El pK_w.
8. La validez del indicador químico al situar su intervalo de transición de pH sobre la curva de valoración.

II. Ejercicio.

El profesor entregará una copia impresa de **una curva experimental** $pH=f(V^{OH^-})$ de una valoración de ácido acético con OH⁻ y dirigirá el ejercicio con el propósito de que los estudiantes obtengan los datos que se mencionan en los puntos: 1 a 8, de la “Introducción”.

III. Objetivos.

Al finalizar esta sesión de laboratorio el alumno deberá ser capaz, **en general**, de cuantificar el grado de pureza (o porcentaje en peso) de una muestra de ácido acético (reactivo analítico) mediante una valoración con OH^- ; además, determinará los resultados experimentales más relevantes del sistema químico que se pueden obtener a partir de la curva experimental $\text{pH} = f(V^{\text{OH}^-})$ de la valoración.

En **particular**, al finalizar la sesión del laboratorio, el estudiante deberá ser capaz de:

- a) Efectuar los cálculos de las diluciones necesarias por realizar a una solución concentrada de ácido acético (un reactivo analítico líquido) para preparar _____ mL de una solución acuosa _____ M y preparar la solución.
- b) Estimar la concentración empírica de la solución preparada mediante una valoración química con OH^- y en presencia de fenolftaleína (indicador químico).
- c) Con los resultados (del inciso b), ajustar las condiciones, esto es, el volumen de la alícuota y/o el factor de dilución para lograr que el valor de: $V_{\text{PE}}^{\text{OH}^-}$, de la valoración seguida pH-métricamente se encuentre entre 4.5 y 5.5 mL (alrededor de 5 mL).
- d) Calibrar el pH-metro y establecer el montaje necesario para efectuar la valoración seguida pH-métricamente.
- e) Escribir la ecuación química iónica asociada a la reacción de valoración.
- f) Cuantificar la pureza (o porcentaje en peso) de una muestra de ácido acético (reactivo analítico).

- g) Determinar los resultados experimentales más relevantes (del sistema químico) que se pueden obtener a partir de la curva experimental $\text{pH} = f(V^{\text{OH}^-})$ de la valoración (ver incisos 1 a 8 de la “Introducción” de la práctica).
- h) Elaborar una Tabla Particular de Variación de Concentraciones Molares (TPVCM).

IV. Cálculos.

Tabla 1. Cálculos para la preparación de soluciones a partir de reactivos líquidos						
Reactivo analítico ácido acético (HAc)						
	Datos	Unidades	Incógnita	Desarrollo	Resultado	
Fórmula			Concentración (M) de HAc en reactivo analítico	$C_{(M)} =$	<div style="border: 1px solid black; height: 60px; width: 100%;"></div>	$C_{(M)}$
Masa molar						
Porcentaje de pureza						
Densidad de la solución						
Primera Dilución de ácido acético						
	Datos	Unidades	Incógnita	Desarrollo	Resultado	
$C_{(M)}$			Concentración de HAc en la primera dilución (solución 1)	$C_{(1)} =$	<div style="border: 1px solid black; height: 40px; width: 100%;"></div>	$C_{(1)}$
$V_{(\text{alícuota } M)}$						
$V_{(\text{Aforo } 1)}$						
Segunda Dilución de ácido acético						
	Datos	Unidades	Incógnita	Desarrollo	Resultado	
$C_{(1)}$			Concentración de HAc en la segunda dilución (solución 2)	$C_{(2)} =$	<div style="border: 1px solid black; height: 40px; width: 100%;"></div>	$C_{(2)}$
$V_{(\text{alícuota } 1)}$						
$V_{(\text{Aforo } 2)}$						

V. Material, Equipo y Reactivos

Material	Equipo	Reactivos
1 piseta	1 agitador magnético	KOH estandarizado
1 pipeta volumétrica de 5 mL 2 pipeta volumétrica de ____ mL y ____ mL	2 barras magnéticas	Ácido Acético (HAc) Reactivo Analítico
2 vasos de precipitado de 50 mL	un soporte universal con pinzas	Indicador químico fenolftaleína
3 copas tequileras	“Saca-barras magnéticas”	Soluciones Buffer pH=cte
1 bureta de 10 mL	1 potenciómetro con electrodo combinado de vidrio	
2 matraz aforado de ____ mL y ____ mL		

VI. Procedimiento Experimental

A). Preparación de la solución de ácido acético

Tomando como base los cálculos desarrollados en la Tabla 1, efectuar las diluciones sucesivas sobre la solución original de ácido acético para preparar _____ mL de una solución acuosa _____ M.

B). Valoración de la solución diluida de ácido acético con un solución estandarizada de OH⁻ (en presencia de fenolftaleína).

Utilizando una pipeta volumétrica medir en forma exacta _____ mL de la solución diluida de ácido acético y agregarle de dos a tres gotas de fenolftaleína (indicador químico). Mezclar la solución y mantenerla bajo agitación “magnética”; realizar la valoración agregando con la bureta la solución estandarizada de OH⁻ (proporcionada por

el profesor). Detener la valoración cuando ocurra el cambio de coloración y éste se mantenga por lo menos 15 segundos. Anotar el volumen agregado de OH^- , en esta situación (“volumen de vire: V_{vire} ”).

Con el resultado obtenido del: V_{vire} , ajustar las condiciones, esto es, el volumen de la alícuota y/o el factor de dilución para que el valor de: $V_{\text{PE}}^{\text{OH}^-}$ de la valoración seguida pH-métricamente se encuentre alrededor de 5 mL (entre 4.5 y 5.5 mL).

C). Calibración del pH-metro

Por una parte, conectar a la corriente eléctrica el pH-metro (potenciómetro) y por otra, conectar el electrodo combinado (vidrio-referencia) al pH-metro. En una copa “tequilera” colocar un cierto volumen de una solución comercial de pH=7.00 (o pH=4.01), sumergir el electrodo combinado dentro de esta solución y dejar bajo agitación al menos durante 2 minutos (utilizar una barra y agitador magnéticos). Encender el pH-metro y calibrarlo de tal forma que el pH medido coincida con el valor de pH de la solución comercial, repetir esta operación hasta que el valor de pH no cambie. Una vez efectuada la calibración, desactivar la medición de pH y sacar el electrodo combinado, enjuagarlo con agua destilada y secarlo con papel absorbente sin frotar.

D). Valoración de la solución diluida de ácido acético con una solución estandarizada de OH^- (seguida pH-métricamente).

Con el resultado obtenido de: V_{vire} , (obtenido en inciso B) ajustar las condiciones, esto es, el volumen de la alícuota y/o el factor de dilución para que el valor de: $V_{\text{PE}}^{\text{OH}^-}$ de la valoración seguida pH-métricamente se encuentre alrededor de 5 mL (entre 4.5 y 5.5 mL). Medir con una pipeta volumétrica _____ mL de la solución diluida y “ajustada” de ácido acético. Sumergir el electrodo combinado (vidrio-referencia) en la solución y

armar el montaje necesario para llevar a cabo la valoración y la medición de pH. Realizar la valoración agregando con una bureta la solución estandarizada de OH^- (proporcionada por el profesor). Medir el pH inicial y los pH's para cada adición de OH^- según los valores de V^{OH^-} que se proponen en la Tabla 3 y anotar los valores de pH en dicha tabla.

VII. Orientaciones para el tratamiento y disposición de residuos

La solución estandarizada de OH^- que no haya sido utilizada **se debe guardar** en un frasco debidamente etiquetado. Las soluciones resultantes de las valoraciones se deben mezclar para que se les ajuste el pH de tal forma que se encuentre en el intervalo: $5.5 < \text{pH} < 10$ (medido con el pH-metro) y una vez realizado esto la solución generada se debe verter en la tarja manteniendo el grifo del agua abierto. No olvidar que también hay que deshechar las soluciones de la práctica 2 con un procedimiento análogo.

VIII. Tratamiento de datos

Establecer junto con el profesor el tratamiento apropiado de los datos obtenidos durante la experimentación y completar las Tablas: 2, 3, 4, 5, 6 y 7.

Tabla 2.- Determinación de la concentración empírica de ácido acético (V_{vire}) reactivo analítico

	Datos	Unidades	Incógnita
Volumen de la alícuota la segunda dilución de HAc (V_0)			Concentración exp.de la solución de HAc en la segunda dilución (C_0)
Concentración de la Soluc. de OH- (C^{OH-})			
Volumen de OH- para alcanzar el vire (V^{OH-})			
Indicador Químico	Fenolftaleína		

Tabla de balance estequiométrico

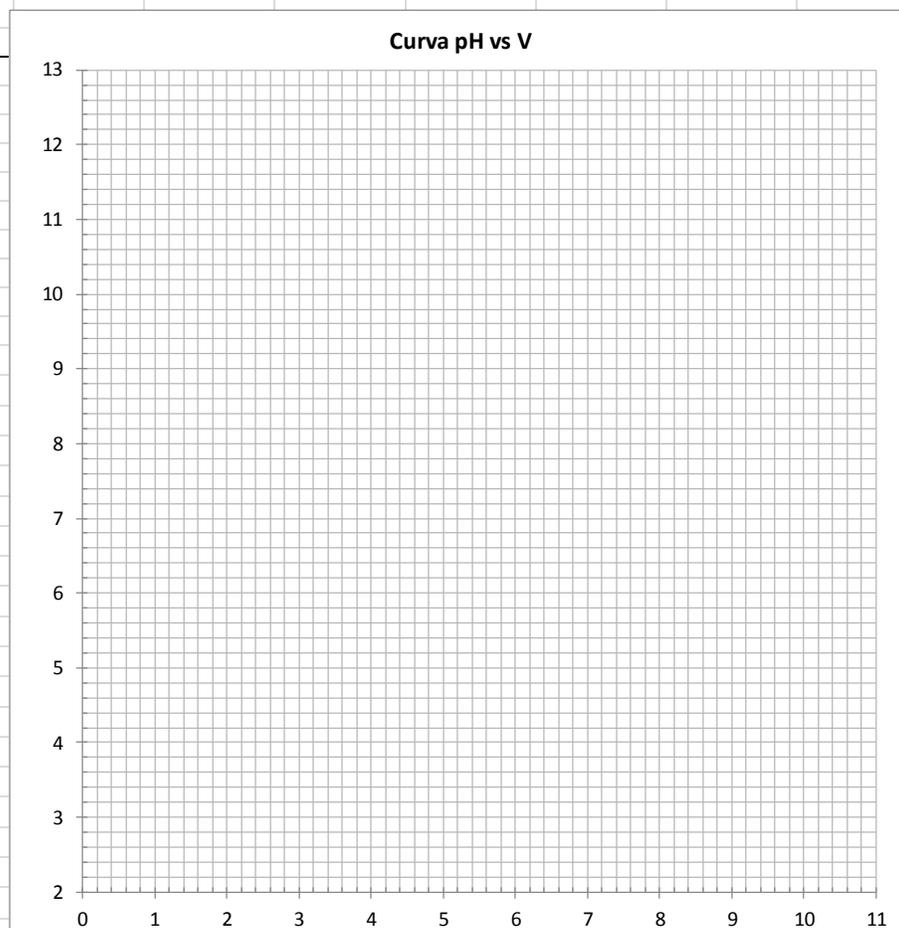
Ecuación química asociada a la reacción de valoración	
Inicio	
Se agrega (PE)	
Reacciona	
$= \quad \Rightarrow C_0 =$	

PROPONER LOS AJUSTES NECESARIOS PARA QUE EL VOLUMEN DE PUNTO DE PUNTO DE EQUIVALENCIA SE ENCUENTRE ENTRE 4 Y 6 mL

Tabla 3. Valoración de _____ mL de ácido acético con OH^- _____ M.

Método de Tangentes

V (mL)	pH
0.0	
0.5	
1.0	
1.5	
2.0	
2.5	
3.0	
3.5	
3.5	
4.0	
4.2	
4.4	
4.6	
4.8	
5.0	
5.2	
5.4	
5.6	
5.8	
6.0	
6.5	
7.0	
7.5	
8.0	
8.5	
9.0	
9.5	
10.0	



V_{PE}	
pKa	

Tabla 4.- Determinación de la concentración experimental de la segunda dilución de ácido acético con OH-estandarizado (VPE)

	Datos	Unidades		Incógnita	
Volumen de la alícuota la segunda dilución de HAc (V_0)				Concentración exp.de la solución de HAc en la segunda dilución (C_2)	
Concentración de la Soluc. de OH- (C^{OH-})					
Volumen de OH- para alcanzar el punto de equivalencia (V^{OH-})					
Tabla de balance estequiométrico					
Ecuación química asociada a la reacción de valoración					
Inicio					
Se agrega (PE)					
Reacciona					
=	$\Rightarrow C_0 =$				
	Datos	Unidades	Incógnita	Desarrollo	Resultado
Concentración de HAc en dilución 2 (C_2)			Concentración de HAc en primera dilución		$C_{(1)}$
Volumen de aforo 2					
Volumen de alícuota 1					
	Datos	Unidades	Incógnita	Desarrollo	Resultado
Concentración de HAc en primera dilución (C_1)			Concentración de reactivo analítico de HAc		$C_{(M)}$
Volumen de aforo 1					
Volumen de alícuota M					

Tabla 5. Determinación del porcentaje en peso (empírico) de ácido acético de la solución concentrada					
	Datos	Unidades	Incógnita	Desarrollo	Resultado
Densidad de la solución concentrada de HAc			Porcentaje en peso de HAc en solución concentrada		%P
Concentración del reactivo analítico de HAc					
Masa molecular					

Tabla 6. Determinación del porcentaje de error en el contenido de ácido acético en reactivo analítico					
	Datos	Unidades	Incógnita	Desarrollo	Resultado
Porcentaje en peso de ácido acético (por valoración)			% de error		% de error
Porcentaje en peso de ácido acético (fabricante)					

Tabla 7. Comparación de pKa teórico y el pKa experimental del ácido acético HAc				
	Datos	Incógnita	Desarrollo	Resultado
pKa teórico		% de error		% de error
pKa experimental				

IX. Informe (de la sesión experimental)

Los estudiantes realizarán y entregarán el informe de la práctica 3, además, se deberán anexar las tablas 1 a 7 (con los resultados obtenidos). Una copia impresa con las preguntas del informe (se les entregará a los estudiantes) al terminar la sesión experimental.

X. Examen (Individual)

Los estudiantes realizarán y entregarán un examen que evalúe algún aspecto relevante de la práctica 3. Una copia impresa de este examen se les entregará 20 minutos antes de terminar la sesión de laboratorio.

Semana 4

Los estudiantes deben contar con lo siguiente:

1. Las “Tablas” 1 a 7 que se completaron durante la práctica 3.
2. Una muestra comercial de vinagre.

Actividades

Las actividades por realizar en la 4ª semana del curso de laboratorio son las siguientes:

1. Los estudiantes resolverán (en forma individual) el examen de conocimientos previos relativo a la práctica 4.
2. Al terminar el examen de conocimientos previos y tomando como base la práctica 3, los estudiantes desarrollarán una propuesta del “Proyecto: Identificación y cuantificación de ácido acético en una muestra comercial de vinagre”.
3. Después de que la propuesta sea aprobada por el profesor, los estudiantes realizarán su “Proyecto”. Esto es, pedirán, el material, equipo y reactivos; y sumergirán los electrodos (de medición de pH) en agua destilada; realizarán la dilución de la solución de vinagre con base en los resultados obtenidos de la valoración (con indicador químico); “armarán” el montaje necesario para efectuar la valoración del vinagre, con la solución estandarizada de NaOH (proporcionada por el profesor), y medirán el pH.
4. Los estudiantes integrados en equipos llenarán las “Tablas” que les proporcionará el profesor y con éstas se evaluará la parte experimental.
5. Los estudiantes realizarán el tratamiento de los datos experimentales, y con base en esto, realizarán y entregarán el informe de la práctica 4.
6. Los estudiantes realizarán y entregarán el examen relativo a la práctica 4.

Práctica 4. Proyecto: “Identificación y cuantificación de ácido acético en una muestra comercial de vinagre”

I.- Introducción

En esta práctica los estudiantes adaptarán las metodologías utilizadas en las prácticas 1, 2 y 3, para identificar (comparando, el valor experimental del pKa obtenido en esta práctica con el obtenido en la práctica 3) y cuantificar el ácido acético que se encuentra en una muestra comercial de vinagre. Para ello, primero, se medirá la densidad de la solución de vinagre; enseguida, se efectuará la dilución de la solución vinagre tomando como base los resultados de una valoración con OH^- , utilizando fenolftaleína como indicador químico; Finalmente, se realizará la valoración de la solución (ajustada) de vinagre con una solución estandarizada de hidróxido de sodio, midiendo el pH, para obtener la curva de valoración $\text{pH} = f(V^{\text{OH}^-})$.

II.- Objetivos

El grupo de trabajo de estudiantes deberá proponer el objetivo general y los objetivos particulares.

III.- Actividades Previas a la Práctica (trabajo en “casa”)

Revisar en detalle las metodologías utilizadas en las sesiones experimentales de las prácticas 1, 2 y 3; dándole una mayor atención a la práctica 3.

Revisar las “Tablas” 1 a 7 que se completaron durante la práctica 3.

Leer las “Actividades de la semana 4”.

IV.- Material, Equipo y Reactivos

(El grupo de trabajo de estudiantes deberá proponer el material equipo y reactivos por utilizar en su proyecto).

V. Procedimiento Experimental

(El grupo de trabajo de estudiantes deberá proponerlo).

VI. Orientaciones para el tratamiento y disposición de residuos

La solución de ácido acético obtenida por dilución de la solución comercial de vinagre que no haya sido utilizada se debe neutralizar con una solución de hidróxido de sodio hasta que el pH se encuentre en el siguiente intervalo: $5.5 < \text{pH} < 10$; luego se debe verter en la tarja manteniendo el grifo del agua abierto.

La soluciones generadas durante las valoraciones, se les debe adicionar poco a poco una solución de HCl hasta que el pH se encuentre en el siguiente intervalo: $5.5 < \text{pH} < 10$; luego se deben vaciar en la tarja manteniendo el grifo del agua abierto.

VII. Tratamiento de datos

Establecer el tratamiento apropiado de los datos obtenidos durante la experimentación y completar las Tablas proporcionadas.

Tabla 1.- Estimación de la concentración experimental de ácido acético en vinagre con OH- estandarizado (indicador químico)

	Datos	Unidades	Incógnita
Volumen de la alícuota de vinagre (V ₀)			Concentración exp. de la solución de HAc en vinagre (C ₁)
Concentración de la Soluc. de OH- (C ^{OH-})			
Volumen de OH- para alcanzar el vire (V ^{OH-})			
Indicador Químico	Fenolftaleína		

Tabla de balance estequiométrico

Ecuación química asociada a la reacción de valoración	
Inicio	
Se agrega (PE)	
Reacciona	
= ⇒ C ₀ =	

PROPONER LOS AJUSTES NECESARIOS PARA QUE EL VOLUMEN DE PUNTO DE PUNTO DE EQUIVALENCIA SE ENCUENTRE ENTRE 4 Y 6 mL

Tabla 3.- Determinación de la concentración experimental de HAc en la dilución de vinagre con OH-estandarizado (V_{PE})				
	Datos	Unidades		Incógnita
Volumen de la alícuota la primera dilución de vinagre (V_o)				Concentración exp.de la solución de HAc en la dilución de vinagre (C_1)
Concentración de la Soluc. de OH- (C^{OH-})				
Volumen de OH- para alcanzar el punto de equivalencia (V^{OH-})				
Tabla de balance estequiométrico				
Ecuación química asociada a la reacción de valoración				
Inicio				
Se agrega (PE)				
Reacciona				
	=		$\Rightarrow C_0 =$	
	Datos		Incógnita	Desarrollo
Concentración de HAc en primera dilución (C_1)			Concentración de HAc en vinagre	$C_{(M)}$
Volumen de aforo 1				
Volumen de alícuota M				

Tabla 4. Determinación del porcentaje en peso (empírico) de ácido acético HAc en vinagre					
	Datos	Unidades	Incógnita	Desarrollo	Resultado
Volumen exacto de vinagre por pesar			Porcentaje en peso de HAc en solución concentrada		$\%P$
Masa pesada del volumen de vinagre					
Densidad del vinagre					
Concentración del reactivo analítico de HAc					
Masa molecular					

Tabla 5. Determinación del porcentaje de error en el contenido de ácido acético en el vinagre					
	Datos Unidades		Incógnita	Desarrollo	Resultado
Porcentaje en peso de ácido acético (por valoración)			% de error		% de error
Porcentaje en peso de ácido acético (fabricante)					

VIII. Informe (de la Sesión experimental)

Los estudiantes realizarán y entregarán el informe de la práctica 4, además, se deberán anexar las tablas (con los resultados obtenidos). Una copia impresa con las preguntas del informe se les entregará (a los estudiantes) al terminar la sesión experimental.

IX. Examen (Individual)

Los estudiantes realizarán y entregarán un examen que evalúe algún aspecto relevante de la práctica 4. Una copia impresa de este examen se les entregará (a los estudiantes) 20 minutos antes de terminar la sesión de laboratorio.

Semana 5: Realización de una Práctica de reposición

Actividades

Se realizará una **Práctica de reposición** o una clase de integración de conocimientos.

Semana 6

Las actividades por realizar en la 6ª semana son las siguientes:

1. Al inicio de la sesión se aplicará el examen de conocimientos previos relativo a la práctica 5.
2. Junto con el profesor se leerá la introducción de la práctica y se resolverá un ejercicio.
3. Se discutirá en forma general y se realizará la Práctica 5.
4. Los estudiantes pedirán el material y equipo necesarios para efectuar la parte experimental; y, supervisados por el profesor, determinarán experimentalmente los coeficientes estequiométricos entre la reacción del ácido maleico (ácido diprótico) y OH^- .
5. Una vez determinados los coeficientes estequiométricos, los estudiantes determinarán la concentración de ácido maleico de una solución mediante una valoración con una solución (estandarizada) de OH^- y utilizando un indicador químico de fin de valoración.
6. Al terminar la sesión experimental, se discutirá el tratamiento de datos
7. Los estudiantes realizarán y entregarán el informe de la práctica 5.
8. Los estudiantes realizarán y entregarán el examen relativo a la práctica 5

Práctica 5. Determinación de los coeficientes estequiométricos de la reacción entre ácido maleico e hidróxido de sodio y su aplicación en la cuantificación ácido maleico en una muestra

I. Introducción (Conceptos básicos).

El conocimiento de los coeficientes estequiométricos entre las sustancias que participan en una reacción química (ecuación química), es indispensable en la resolución de problemas como son: la determinación del contenido de un compuesto de interés en una muestra, la implementación de procedimientos de análisis químico, así como, el desarrollo de métodos de síntesis química, entre otros. Para conocer los coeficientes estequiométricos es necesario disponer de un procedimiento sistemático experimental; uno de éstos es la valoración química seguida en forma instrumental que consiste en trazar las curvas de valoración que relacionan el pH en función de la relación molar de las cantidades conocidas de los reactivos que participarán en la reacción. Este cociente, denotado por $\phi_{\text{por tit}}^{\text{tit}}$, está definido por:

$$\phi_{\text{por tit}}^{\text{tit}} = \frac{\text{milimoles de la especie titulante}}{\text{milimoles de la especie por titular}}$$

Experimentalmente la relación molar ($\phi_{\text{por tit}}^{\text{tit}}$) se establece de la siguiente forma:

- a) **El numerador** se calcula mediante la multiplicación del volumen agregado (V, en mililitros) de la solución del reactivo titulante, por la concentración -en molaridad- del mismo (C^T).

$$\text{milimoles de la especie titulante} = V \cdot C^T$$

- b) **El denominador** queda establecido a partir de la masa medida en una balanza analítica o semi-micro (en miligramos), el porcentaje de la pureza

(%P) del reactivo así como la masa molar (MM):

$$\text{milimoles del reactivo por titular} = m_{RA} \times \frac{\%P}{100} \times \frac{1}{MM}$$

La sustitución del numerador y denominador en $\phi_{\text{por tit}}^{\text{tit}}$ conduce a la siguiente relación:

$$\phi_{\text{por tit}}^{\text{tit}} = \frac{V \cdot C^T}{m_{RA} \times \frac{\%P}{100} \times \frac{1}{MM}}$$

En una valoración química, el volumen V, es la variable independiente, todos los demás factores permanecen constantes, por lo que: $\phi_{\text{por tit}}^{\text{tit}}$ adquirirá valores distintos cada vez que V sea modificado, así mismo, el pH también cambiará. La variación del pH, en función de $\phi_{\text{por tit}}^{\text{tit}}$, denotará la curva experimental $\text{pH} = f(\phi_{\text{por tit}}^{\text{tit}})$.

Por otro lado, es posible trazar una curva **teórica** $\text{pH} = f(\phi_{\text{por tit}}^{\text{tit}})$ bajo un modelo matemático y utilizando la hoja de cálculo respectiva. En la Tabla 1, se muestran, por una parte, algunos datos para la construcción de la curva teórica pH vs $\phi_{\text{H}_2\text{A}}^{\text{OH}}$ de la valoración de ácido maleico (un ácido diprótico H_2A) con una solución de NaOH como titulante y, en la Figura 5.1, por otra parte, se muestra curva pH vs $\phi_{\text{H}_2\text{A}}^{\text{OH}}$.

Tabla. 1. Algunos datos (provenientes de una hoja de cálculo) para la obtención de la curva teórica de valoración de un ácido diprótico con OH^- .

HOJA DE CALCULO DE LA VALORACION DE UN ACIDO DIPROTICO CON UN BASE FUERTE									
pK _W	pK _{A1}	pK _{A2}	ΔpK _A	C ₀	C _T	V ₀	V _{1erPE}	V _{2oPE}	
14	1.91	6.332	4.422	0.05	0.15	4	1.333333333	2.666666667	
K _W	K _{A1}	K _{A2}	K _D						
1E-14	0.012302688	4.6559E-07	3.7844E-05						
f	V	pH	[H ₃ O ⁺]	[OH ⁻]	α _{H2A}	α _{HA-}	α _{A2-}	suma	
-2.735E-03	0.00	1.71	1.950E-02	5.129E-13	6.131E-01	3.869E-01	9.237E-06	1.0000E+00	2.735E-03
9.993E-03	0.01	1.72	1.905E-02	5.248E-13	6.077E-01	3.923E-01	9.586E-06	1.0000E+00	-9.993E-03
2.347E-01	0.31	1.91	1.230E-02	8.128E-13	5.000E-01	5.000E-01	1.892E-05	1.0000E+00	
4.967E-01	0.66	2.18	6.607E-03	1.514E-12	3.494E-01	6.506E-01	4.585E-05	1.0000E+00	
5.050E-01	0.67	2.19	6.457E-03	1.549E-12	3.442E-01	6.558E-01	4.729E-05	1.0000E+00	
9.998943E-01	1.33	4.18	6.607E-05	1.514E-10	5.304E-03	9.877E-01	6.961E-03	1.0000E+00	1.057494E-04
1.000217E+00	1.33	4.19	6.457E-05	1.549E-10	5.183E-03	9.877E-01	7.122E-03	1.0000E+00	-2.170100E-04
1.499E+00	2.00	6.33	4.677E-07	2.138E-08	1.905E-05	5.011E-01	4.988E-01	1.0000E+00	
1.505E+00	2.01	6.34	4.571E-07	2.188E-08	1.841E-05	4.954E-01	5.046E-01	1.0000E+00	
1.99983E+00	2.67	9.40	3.981E-10	2.512E-05	2.765E-11	8.543E-04	9.991E-01	1.0000E+00	1.705690E-05
2.00022E+00	2.67	9.41	3.890E-10	2.570E-05	2.640E-11	8.349E-04	9.992E-01	1.0000E+00	-2.188395E-05
2.494E+00	3.33	12.13	7.413E-13	1.349E-02	9.594E-17	1.592E-06	1.000E+00	1.0000E+00	
2.507E+00	3.34	12.14	7.244E-13	1.380E-02	9.162E-17	1.556E-06	1.000E+00	1.0000E+00	

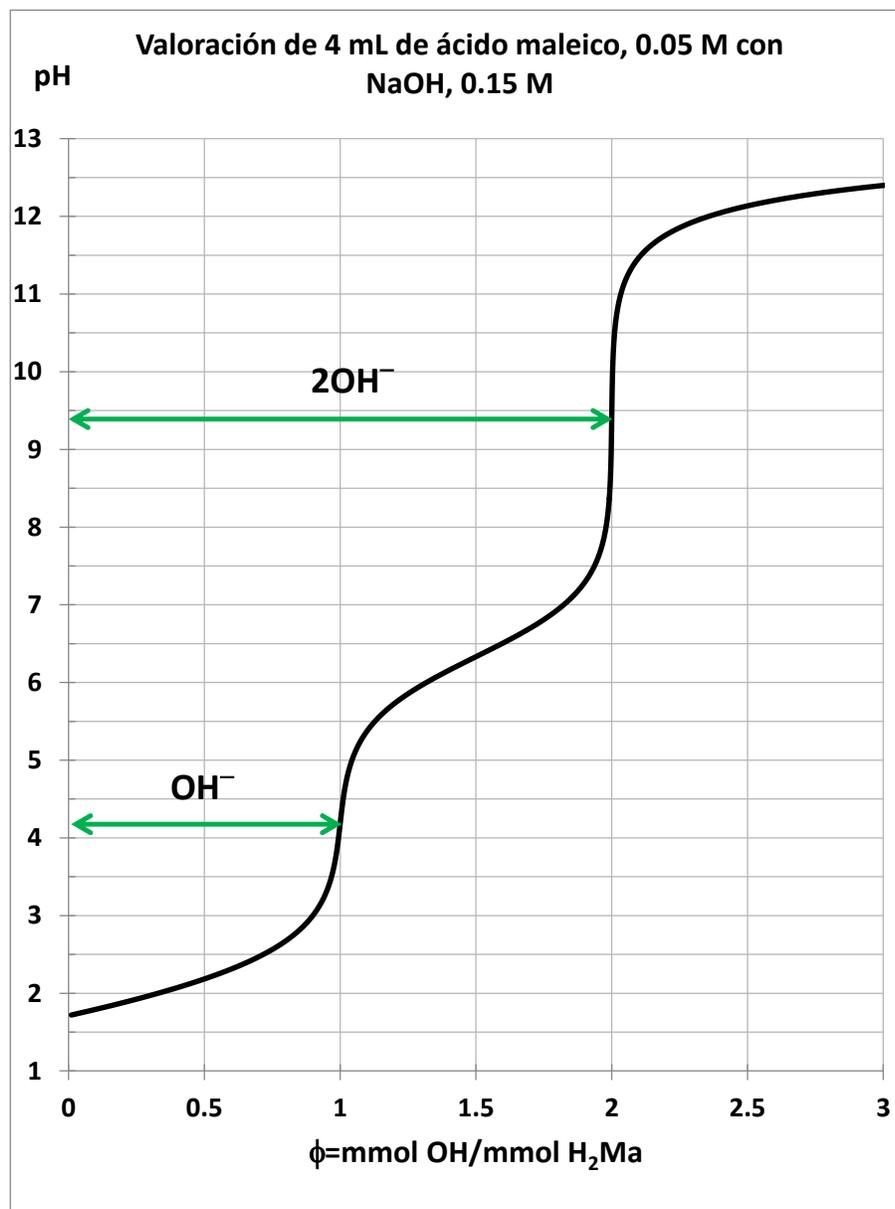
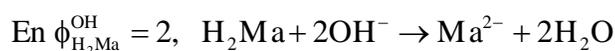


Figura 5.1.- Curva teórica $\text{pH}=\text{F}(\phi)$ de la valoración de una solución acuosa de ácido maleico (ácido diprótico) con una solución acuosa de una base fuerte.

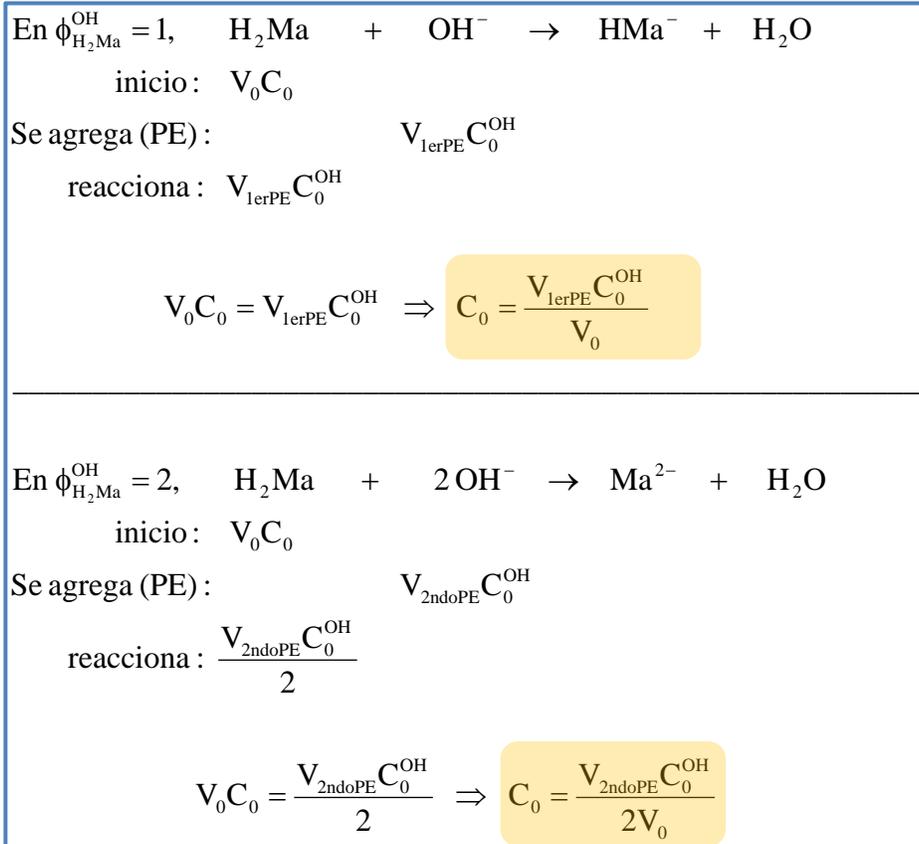
Como se puede observar en la Figura 5.1, hay dos valores de $\phi_{\text{H}_2\text{A}}^{\text{OH}}$ en los cuales se distinguen dos cambios bruscos en el pH porque las reacciones involucradas durante la valoración tienen altos porcentajes de conversión (superior al 97 %). El primero de ellos,

ocurre en: $\phi_{H_2A}^{OH} = 1$ y, corresponde al punto estequiométrico de la primera reacción de valoración, esto es, al intercambio de un mol de OH^- por un mol de H_2A ; mientras que el segundo cambio brusco ocurre en $\phi_{H_2A}^{OH} = 2$ y, corresponde a la reacción global de neutralización, esto es, al intercambio de 2 moles de OH^- por un mol de H_2A . Estos valores son los coeficientes estequiométricos de las reacciones:

**Actividad**

Señalar sobre la curva de valoración los porcentajes de las especies predominantes en $\phi_{H_2A}^{OH} = 0.0, 0.23, 1.0, 1.5$ y 2.0 ; además, completar la descripción química de la valoración.

Los coeficientes estequiométricos son útiles en la cuantificación experimental de un ácido diprótico mediante una valoración con OH^- relacionándose, esta cuantificación, a través de la elaboración de las “Tablas de Balance Estequiométrico”, esto es:



En donde: V_{1erPE} , es el volumen de OH^- en donde se presenta el primer punto de equivalencial, y, V_{2ndoPE} , es el volumen de OH^- en donde se presenta el segundo punto de equivalencial (el volumen de la neutralización global).

II. Ejercicio.

El profesor entregará una copia impresa de la **curva experimental** $pH = f(V^{OH^-})$ de la valoración de una solución de ácido maleico (solución preparada a partir del reactivo sólido) con una solución estandarizada de NaOH, Y dirigirá el ejercicio con el propósito de que los estudiantes obtengan los datos más relevantes del sistema químico a partir

de la valoración, esto es, los coeficientes estequiométricos, los dos valores de pKa, el grado de conversión experimental, etc.

III.- Objetivos

En esta práctica los estudiantes:

- A. Determinarán experimentalmente los coeficientes estequiométricos de la reacción entre el ácido maleico y OH^- , utilizando una valoración química seguida midiendo el pH.
- B. Determinarán los valores experimentales de los pKa.
- C. Determinarán los grados de conversión experimental de las reacciones de valoración.
- D. Determinarán el pK_w empírico del agua a partir de una regresión lineal del tratamiento de datos $\text{pH}=\text{F}(\text{V}^{\text{OH}})$ en la región “después del segundo punto de equivalencia” (**D2ndoPE**).
- E. Determinarán los valores experimentales de las constantes de equilibrio de las reacciones de valoración involucradas.
- F. Determinarán, además, la concentración de ácido maleico en una muestra (solución acuosa) mediante una valoración con NaOH utilizando un indicador químico, para ello, se utilizará la “**tabla de balance estequiométrico**” apropiada según el intervalo de pH de transición del indicador químico.

IV.- Material, Equipo Y Reactivos

Material	Equipo	Reactivos
1 matraz volumétrico de 100 mL	1 pH-metro	Solución estandarizada de OH^-
1 pipeta volumétrica de: 2, y 5, mL 1 pipeta graduada de: 5 mL	1 electrodo combinado (referencia y vidrio)	Ácido maleico (reactivo analítico sólido) y “solución problema”
2 copas tequileras vasos de precipitados: tres de 50 mL y tres de 100 mL	1 agitador magnético	Solución para calibrar el pH-metro; pH= 4.01 ó pH= 7.00
1 bureta de 10 mL con soporte metálico y pinzas	2 barras magnéticas	Solución de fenolftaleína
Una espátula		
Una piseta		

V. Procedimiento Experimental

A). Calibración del pH-metro

Por una parte, conectar a la corriente eléctrica el pH-metro (potenciómetro) y por otra, conectar el electrodo combinado (vidrio-referencia) al pH-metro. En una copa “tequilera” colocar un cierto volumen de una solución comercial de pH=7.00 (o pH=4.01), sumergir el electrodo combinado dentro de esta solución y dejar bajo agitación al menos durante 2 minutos (utilizar una barra y agitador magnéticos). Encender el pH-metro y calibrarlo de tal forma que el pH medido coincida con el valor de pH de la solución comercial, repetir esta operación hasta que el valor de pH no cambie. Una vez efectuada la calibración, desactivar la medición de pH y sacar el electrodo combinado, enjuagarlo con agua destilada y secarlo con papel absorbente sin frotar.

B). Determinación de los coeficientes estequiométricos de la reacción de H_2Ma y OH^-

Pesar aproximadamente entre _____ y _____mg de ácido maleico (anotar el valor realmente pesado), transferir el sólido a una copa tequilera, agregar de _____ a _____ mL de agua destilada hasta que quede sumergido apropiadamente el electrodo combinado. Y, agitar (mediante el agitador y la barra magnéticos) hasta la disolución de la muestra. Sumergir el electrodo combinado en la solución y armar el montaje necesario para llevar a cabo la valoración y la medición de pH. Realizar la valoración agregando con una bureta la solución estandarizada de OH^- (proporcionada por el profesor). Medir el pH inicial y los pH's para cada adición de la solución valorante, anotando los valores de pH en función del volumen agregado de la solución de OH^- en la Tabla 2.

C). Valoración de una Solución “Problema” de Ácido Maleico (con indicador)

Mediante una pipeta volumétrica medir en forma exacta _____ mL de la solución problema de ácido maleico (proporcionada por el profesor) y agregarle de dos a tres gotas de fenolftaleína. Mezclar la solución y realizar la valoración agregando con una bureta la solución estandarizada de OH^- . Detener la valoración cuando ocurra el cambio de coloración y éste se mantenga por lo menos 15 segundos. Realizar la valoración una vez más hasta el volumen de vire de OH^- (**sólo si fuese necesario** realizar una tercera valoración). Anotar los distintos valores del volumen de vire en la Tabla 3.

VI. Orientaciones para el tratamiento y disposición de residuos

Tratamiento de residuos: Mezclar todas las soluciones resultantes de las valoraciones y medir el pH de la mezcla resultante. Si el valor de pH se encuentra entre 5.5 y 10, verter en el desagüe manteniendo la llave del grifo de agua abierta. De lo contrario, agregar

ácido diluido (ácido acético) o NaOH, según sea el caso, para lograr obtener este intervalo de pH antes de desecharlo.

VII. Tratamiento de datos

Establecer el tratamiento apropiado de los datos obtenidos durante la experimentación y completar las siguientes tablas.

Tabla 3. Determinación experimental de la concentración de ácido maleico en una solución mediante una valoración química con OH^- , utilizando indicador ácido base.

Determinación experimental de la concentración de ácido maleico en una solución problema utilizando un indicador químico		
	Datos	Unidades
Volumen de la alícuota de ácido maleico		
Concentración de la solución NaOH		
Volumen de NaOH para alcanzar el Vire		
Volumen de NaOH para alcanzar el Vire		
Volumen de NaOH para alcanzar el Vire		
Volumen de Vire promedio		
Nombre del Indicador Químico		

Incógnita

Concentración exp. de la solución de ácido maleico

Tabla de balance estequiométrico	
Ec. Química asociada a la reacción de valoración	
Inicio:	
Se agrega (PE):	
Reacciona:	
$= \quad \triangleright \quad C_0 =$	

VIII. Informe (de la Sesión experimental)

Los estudiantes realizarán y entregarán el informe de la práctica 5, además, se deberán anexar las tablas (con los resultados obtenidos). Una copia impresa con las preguntas del informe se les entregará (a los estudiantes) al terminar la sesión experimental.

IX. Examen Individual

Los estudiantes realizarán y entregarán el examen de la sesión experimental que evalúe algún aspecto relevante de la práctica 5, para ello, una copia impresa del examen se les entregará 20 minutos antes de terminar la sesión de laboratorio.

Semana 7

Actividades

Las actividades por realizar en la 7^a semana son las siguientes:

1. Al inicio de la sesión se aplicará el examen de conocimientos previos relativo a la práctica 6.
2. Junto con el profesor se leerá la introducción de la práctica y se resolverá un ejercicio.
3. Se discutirá en forma general y se realizará la Práctica 6.
4. Los estudiantes pedirán el material y equipo necesarios para efectuar la parte experimental; y, supervisados por el profesor, determinarán experimentalmente los coeficientes estequiométricos entre la reacción del ácido cítrico (ácido triprótico) y OH^- .
5. Una vez determinados los coeficientes estequiométricos, los estudiantes determinarán la concentración de ácido cítrico de una solución mediante una

valoración con una solución (estandarizada) de OH^- y utilizando un indicador químico de fin de valoración.

6. Al terminar la sesión experimental, se discutirá el tratamiento de datos
7. Los estudiantes realizarán y entregarán el informe de la práctica 6.
8. Los estudiantes realizarán y entregarán el examen relativo a la práctica 6.
9. Se les informará a los estudiantes que la próxima semana deberán traer 4 limones (por el equipo de estudiantes) y gasa para filtrar el jugo de limón.

Práctica 6. Determinación de los coeficientes estequiométricos de la reacción entre ácido cítrico e hidróxido de sodio y su aplicación en la cuantificación de ácido cítrico en una muestra.

I. Introducción (Conceptos básicos).

En la práctica 5 se estableció una metodología para determinar experimentalmente los coeficientes estequiométricos de la reacción entre el ácido maleico (ácido diprótico) y el ion hidróxido (OH^-). En la presente práctica, el interés es aplicar el mismo procedimiento para la determinación de los coeficientes estequiométricos de la reacción química entre el ácido cítrico (un ácido triprótico) y el ion OH^- . En la tabla 1, se muestran algunos datos relevantes, de la hoja de cálculo, para la construcción de la curva teórica $\text{pH vs } \phi_{\text{H}_3\text{A}}^{\text{OH}}$ de la valoración de ácido cítrico (un ácido triprótico: H_3A) con una solución de una base fuerte (NaOH o KOH); en la figura 6.1 se muestra la curva de valoración respectiva.

Tabla. 1. Algunos datos (provenientes de una hoja de cálculo) para la obtención de la curva teórica de valoración: $\text{pH}=\text{F}(\phi)$ de la valoración de ácido cítrico (ácido triprótico) con OH^- .

HOJA DE CALCULO DE LA VALORACION DE UN ACIDO TRIPROTICO CON UN BASE FUERTE										
pK_W	pK_{A1}	pK_{A2}	pK_{A3}	C_0	C_T	V_0	V_{1erPE}	V_{2oPE}	V_{3erPE}	mm
14	3.13	4.76	6.40	0.1	0.3	6	2	4	6	210.1
K_W	K_{A1}	K_{A2}	K_{A3}	VoCo	masa					
1E-14	7.41E-04	1.74E-05	3.98E-07	0.6	126.06					
ϕ	V	pH	$[\text{H}_3\text{O}^+]$	$[\text{OH}^-]$	$\alpha_{\text{H}_3\text{A}}$	$\alpha_{\text{H}_2\text{A}^-}$	$\alpha_{\text{HA}^{2-}}$	$\alpha_{\text{A}^{3-}}$	suma	
-9.892E-04	0.00	2.08	8.318E-03	1.202E-12	9.180E-01	8.182E-02	1.709E-04	8.182E-09	1	9.892E-04
2.568E-03	0.01	2.09	8.128E-03	1.230E-12	9.163E-01	8.356E-02	1.787E-04	8.750E-09	1	-2.568E-03
4.958E-01	0.99	3.11	7.762E-04	1.288E-11	5.060E-01	4.832E-01	1.082E-02	5.548E-06	1	4.191E-03
5.023E-01	1.00	3.12	7.586E-04	1.318E-11	5.001E-01	4.887E-01	1.120E-02	5.876E-06	1	-2.261E-03
5.087E-01	1.02	3.13	7.413E-04	1.349E-11	4.942E-01	4.942E-01	1.159E-02	6.222E-06	1	
9.966E-01	1.99	3.94	1.148E-04	8.710E-11	1.185E-01	7.652E-01	1.158E-01	4.016E-04	1	3.424E-03
1.002E+00	2.00	3.95	1.122E-04	8.913E-11	1.158E-01	7.652E-01	1.185E-01	4.205E-04	1	-2.042E-03
1.499E+00	3.00	4.76	1.738E-05	5.754E-10	1.146E-02	4.887E-01	4.887E-01	1.119E-02	1	6.518E-04
1.506E+00	3.01	4.77	1.698E-05	5.888E-10	1.107E-02	4.830E-01	4.943E-01	1.159E-02	1	-6.153E-03
1.999E+00	4.00	5.58	2.630E-06	3.802E-09	4.121E-04	1.161E-01	7.673E-01	1.161E-01	1	8.679E-04
2.005E+00	4.01	5.59	2.570E-06	3.890E-09	3.935E-04	1.135E-01	7.673E-01	1.188E-01	1	-4.519E-03
2.483E+00	4.97	6.40	3.981E-07	2.512E-08	6.082E-06	1.132E-02	4.943E-01	4.943E-01	1	
2.496E+00	4.99	6.42	3.802E-07	2.630E-08	5.423E-06	1.057E-02	4.833E-01	5.061E-01	1	4.492E-03
2.502E+00	5.00	6.43	3.715E-07	2.692E-08	5.120E-06	1.022E-02	4.778E-01	5.120E-01	1	-1.744E-03
2.999970E+00	6.00	9.54	2.884E-10	3.467E-05	4.674E-15	1.201E-08	7.239E-04	9.993E-01	1	3.047114E-05
3.000002E+00	6.00	9.55	2.818E-10	3.548E-05	4.362E-15	1.147E-08	7.074E-04	9.993E-01	1	-2.153506E-06

Actividad

Señalar sobre la curva de valoración los porcentajes de las especies predominantes en $\phi_{\text{H}_3\text{Cit}}^{\text{OH}} = 0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5$ y 3.0 , completar la descripción química de la valoración.

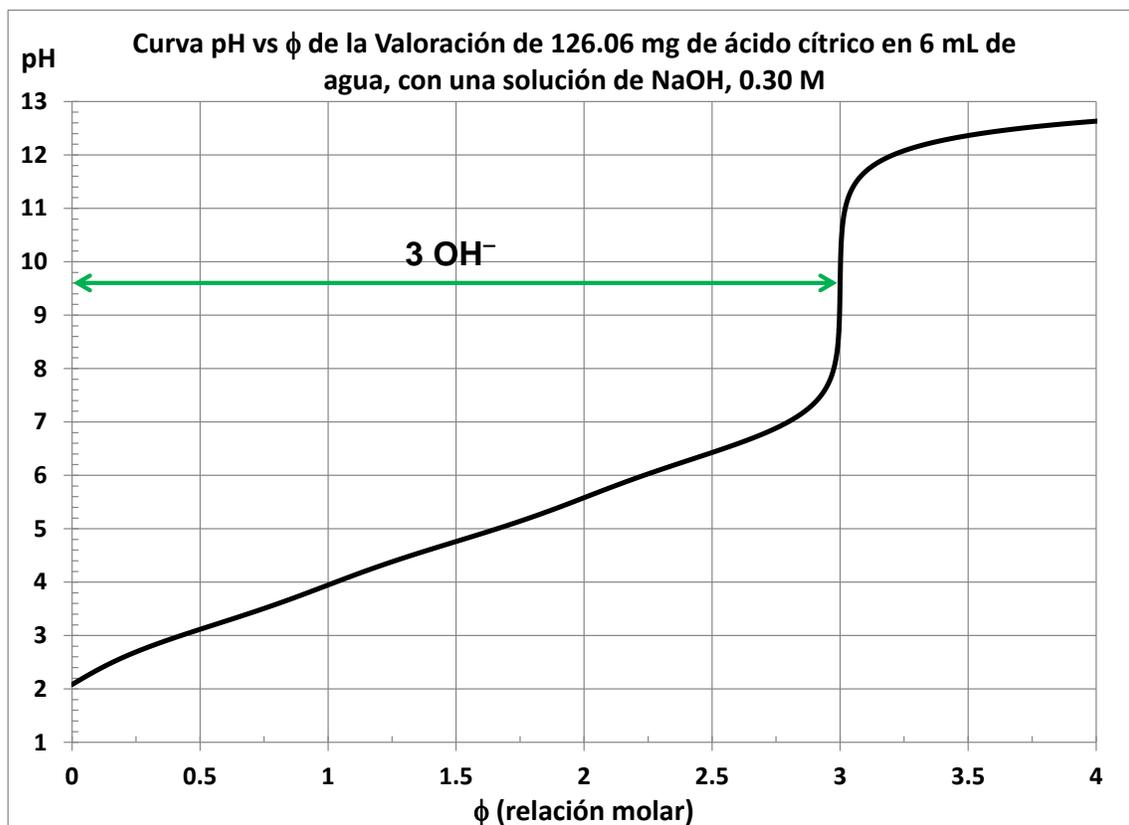
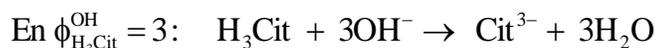
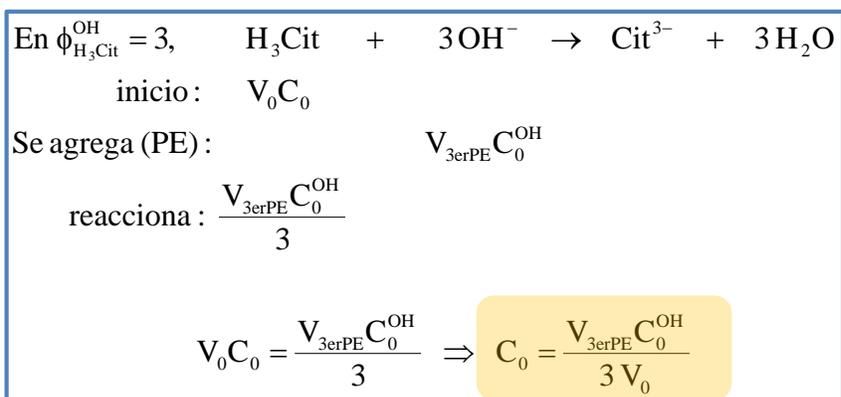


Figura 6.1.- Curva teórica $\text{pH}=\text{F}(\phi)$ de la valoración de una solución acuosa de ácido cítrico (ácido triprótico) con una solución acuosa de una base fuerte.

Como se puede observar, en la Figura 6.1, sólo existe un valor de ϕ en cual existe un cambio brusco de pH (asociado a una reacción de alto porcentaje de conversión (mayor del 97 %)), correspondiendo a: $\phi_{\text{H}_3\text{Cit}}^{\text{OH}} = 3$; así que sólo se detecta el intercambio de 3 moles de OH^- por un mol de H_3Cit , estos valores corresponden a los coeficientes estequiométricos de la ecuación química de la reacción global de neutralización:



Los coeficientes estequiométricos son útiles en la cuantificación experimental de un ácido triprótico mediante una valoración con OH^- relacionándose, esta cuantificación, a través de la elaboración de la “Tabla de Balance Estequiométrico”, esto es:



En donde: $V_{3\text{erPE}}$, es el volumen de OH^- en donde se presenta el único punto de equivalencia.

II. Ejercicio.

El profesor entregará una copia impresa de la **curva experimental** $\text{pH} = f(V^{\text{OH}^-})$ de la valoración de una solución de ácido cítrico (solución preparada a partir del reactivo sólido) con una solución estandarizada de NaOH (ó KOH), Y dirigirá el ejercicio con el propósito de que los estudiantes obtengan los datos más relevantes del sistema químico a partir de la valoración, esto es, los coeficientes estequiométricos, los valores los tres pKa, el grado de conversión experimental en cada punto estequiométrico, etc.

III.- Objetivos

El objetivo general de ésta práctica consiste en determinar los coeficientes estequiométricos de la reacción entre ácido cítrico e hidróxido de sodio y su aplicación en la cuantificación de ácido cítrico en una muestra.

En forma particular los estudiantes alcanzarán los siguientes objetivos:

- A. Determinarán experimentalmente los coeficientes estequiométricos de la reacción entre el ácido cítrico y OH^- , utilizando una valoración química.
- B. Estimarán los valores experimentales de los pKa.
- C. Estimarán los grados de conversión experimentales para cada punto estequiométrico de las reacciones de valoración.
- D. Determinarán el pK_w empírico del agua a partir de una regresión lineal del tratamiento de datos en la región “después del tercer punto de equivalencia” (**D3erPE**).
- E. Estimarán los valores experimentales de las constantes de equilibrio de las reacciones de valoración involucradas.
- F. Determinarán, además, la concentración de ácido cítrico, en una muestra “problema”, mediante una valoración con NaOH utilizando un indicador químico; para ello, se utilizará la “**tabla de balance estequiométrico**” apropiada según el intervalo de pH de transición del indicador químico.

IV.- Material, Equipo Y Reactivos

Material	Equipo	Reactivos
1 pipeta volumétrica de: 2, y 5, mL 1 pipeta graduada de: 5 mL	1 electrodo combinado (referencia y vidrio)	Solución estandarizada de OH^- (proporcionada por el profesor)
vasos de precipitados: dos de 50 mL y dos de 100 mL	1 pH-metro	Ácido cítrico: reactivo analítico sólido y “solución problema”
1 bureta de 10 mL con soporte metálico y pinzas	1 agitador magnético	Solución para calibrar el pH-metro; pH= 4.01 ó pH= 7.00
Una espátula	2 barras magnéticas	Solución de fenolftaleína
Una piseta		
3 copas tequileras		

V. Procedimiento Experimental

A). Calibración del pH-metro

Por una parte, conectar a la corriente eléctrica el pH-metro (potenciómetro) y por otra, conectar el electrodo combinado (vidrio-referencia) al pH-metro. En una copa “tequilera” colocar un cierto volumen de una solución comercial de pH=7.00 (o pH=4.01), sumergir el electrodo combinado dentro de esta solución y dejar bajo agitación al menos durante 2 minutos (utilizar una barra y agitador magnéticos). Encender el pH-metro y calibrarlo de tal forma que el pH medido coincida con el valor de pH de la solución comercial, repetir esta operación hasta que el valor de pH no cambie. Una vez efectuada la calibración, desactivar la medición de pH y sacar el electrodo combinado, enjuagarlo con agua destilada y secarlo con papel absorbente sin frotar.

B). Determinación de los coeficientes estequiométricos de la reacción de H_3Cit y OH^-

Pesar aproximadamente entre _____ y _____mg de ácido cítrico (anotar el valor realmente pesado), transferir el sólido a una copa tequilera, agregar _____ mL de agua destilada hasta lograr que quede sumergido el electrodo combinado y agitar (mediante el agitador y la barra magnéticos) hasta la disolución de la muestra. Sumergir el electrodo combinado en la solución y armar el montaje necesario para llevar a cabo la valoración y la medición de pH. Realizar la valoración agregando con una bureta la solución estandarizada de OH^- (proporcionada por el profesor). Medir el pH inicial y los pH's para cada adición de la solución valorante, anotando los valores de pH en función del volumen agregado de la solución de OH^- en la Tabla 2.

C). Valoración de una solución “problema” de ácido cítrico (con indicador)

Mediante una pipeta volumétrica medir de manera exacta _____ mL de la solución problema de ácido cítrico (proporcionada por el profesor) y agregarle de dos a tres gotas

de fenolftaleína. Mezclar la solución y realizar la valoración agregando con una bureta la solución estandarizada de OH^- . Detener la valoración cuando ocurra el cambio de coloración y éste se mantenga por lo menos 15 segundos. Realizar la estandarización una vez más hasta el volumen de vire de OH^- (sólo si fuese necesario realizar una tercera valoración). Anotar los distintos valores del volumen de vire en la Tabla 3.

VI. Orientaciones para el tratamiento y disposición de residuos

Tratamiento de residuos: Mezclar todas las soluciones resultantes de las valoraciones y medir el pH de la mezcla resultante. Si el valor de pH se encuentra entre: $5.5 < \text{pH} < 10$, verter en el desagüe manteniendo la llave del grifo de agua abierta. De lo contrario, agregar ácido diluido (ácido clorhídrico) o NaOH, según sea el caso, para lograr obtener el valor de pH dentro de este intervalo antes de desecharlo.

VII. Tratamiento de datos

Establecer el tratamiento apropiado de los datos obtenidos durante la experimentación y completar las siguientes tablas.

Tabla 3. Determinación experimental de la concentración de ácido cítrico en una solución mediante una valoración química con OH^- , utilizando indicador ácido base.

Determinación experimental de la concentración de ácido cítrico en una solución problema utilizando un indicador químico		
	Datos	Unidades
Volumen de la alícuota de ácido cítrico		
Concentración de la solución NaOH		
Volumen de NaOH para alcanzar el Vire		
Volumen de NaOH para alcanzar el Vire		
Volumen de NaOH para alcanzar el Vire		
Volumen de Vire promedio		
Nombre del Indicador Químico		

Tabla de balance estequiométrico	
Ec. Química asociada a la reacción de valoración	
Inicio:	
Se agrega (PE):	
Reacciona:	
$= \quad \quad \quad \triangleright \quad C_0 =$	

VIII. Informe (de la Sesión experimental)

Los estudiantes realizarán y entregarán el informe de la práctica 6, además, se deberán anexar las tablas (con los resultados obtenidos). Una copia impresa con las preguntas del informe se les entregará al terminar la sesión experimental.

IX. Examen (Individual)

Los estudiantes realizarán y entregarán un examen que evalúe algún aspecto relevante de la práctica 6. Copia impresa de este examen se les entregará 20 minutos antes de terminar la sesión de laboratorio.

Semana 8

Actividades

Las actividades por realizar en la 8ª semana del curso de laboratorio son las siguientes:

1. Los estudiantes resolverán (en forma individual) el examen de conocimientos previos relativo a la práctica 7 (tipo proyecto).
2. Al terminar el examen de conocimientos previos y tomando como base las prácticas 5 y 6 (**pero sobre todo la 6**) los estudiantes desarrollarán una propuesta del “Proyecto: Identificación y cuantificación de ácido cítrico en jugo de limón”.
3. Después de que la propuesta sea aprobada por el profesor, los estudiantes realizarán su “proyecto”; esto es, pedirán, el material, equipo y reactivos; y sumergirán los electrodos (de medición de pH) en agua destilada; realizarán el tratamiento de la muestra “jugo de limón”; “armarán” el montaje necesario para efectuar la valoración, con la solución estandarizada de OH^- (proporcionada por el profesor), midiendo el pH.
4. Los estudiantes integrados en equipos llenarán las “Tablas” que les proporcionará el profesor y con éstas se evaluará la parte experimental.
5. Los estudiantes realizarán el tratamiento de los datos experimentales, y con base en esto, realizarán y entregarán el informe de la práctica 7.
6. Los estudiantes realizarán y entregarán el examen relativo a la práctica 7.

Práctica 7. Proyecto: “Identificación y cuantificación de ácido cítrico en el jugo de limón”

I.- Introducción

En esta práctica los estudiantes adaptarán las metodologías utilizadas en las prácticas 5, y 6, para **identificar** (comparando los valores experimentales de los pKa obtenidos en esta práctica, con los obtenidos en la práctica 6) y **cuantificar** el ácido cítrico que se encuentra en una muestra de jugo de limón. Para ello, primero, se medirá la densidad del jugo de limón; enseguida, se efectuará la dilución del jugo de limón tomando como base los resultados de una valoración con OH^- , utilizando fenolftaleína como indicador químico; luego, se realizará la valoración de la solución diluida (del jugo de limón) con una solución estandarizada de OH^- , midiendo el pH, para obtener la curva de valoración $\text{pH} = f(V^{\text{OH}^-})$.

II.- Objetivos

El grupo de trabajo de estudiantes deberá proponer el objetivo general y los objetivos particulares.

III.- Actividades Previas a la Práctica (trabajo en “casa”)

Revisar en detalle las metodologías utilizadas en las sesiones experimentales de las prácticas 5, y 6; dándole una mayor atención a la metodología de la práctica 6.

Revisar las “tablas” que se completaron durante la práctica 6.

Leer las “Actividades de la semana 7” y la “Introducción” de la práctica 7.

IV.- Material, Equipo y Reactivos

(El grupo de trabajo de estudiantes deberá proponer el material equipo y reactivos por utilizar en su proyecto).

V. Procedimiento Experimental

(El grupo de trabajo de estudiantes deberá proponerlo).

VI. Orientaciones para el tratamiento y disposición de residuos

El jugo de limón y la solución diluida del mismo se pueden desechar en la tarja sin ningún tipo de tratamiento.

La soluciones generadas durante las valoraciones, se les debe adicionar poco a poco una solución de HCl hasta que el pH se encuentre en el siguiente intervalo: $5.5 < \text{pH} < 10$; luego se deben vaciar en la tarja manteniendo el grifo del agua abierto.

VII. Tratamiento de datos

Establecer el tratamiento apropiado de los datos obtenidos durante la experimentación y completar las Tablas proporcionadas.

Tabla 1. Estimación experimental de la concentración de ácido cítrico en jugo de limón con solución estandarizada de NaOH _____ M (con indicador químico)

Estimación exp. de la conc. de ácido cítrico en jugo de limón con sol. estandarizada de NaOH (con indicador químico)		
Datos	Unidades	Incógnita
Volumen de la alícuota del jugo de limón		Concentración experimental de ácido cítrico en jugo de limón
Concentración de la soluc. de NaOH		
Volumen de sol. de NaOH para alcanzar Vire		
Nombre del indicador químico		
Tabla de balance estequiométrico		
Ecuación química asociada a la reacción de valoración:		
Inicio:		
Se agrega (PE):		
Reacciona:		
$= \quad p \quad C_{0(\text{estimada})} =$		
Actividad Con base en el valor de $C_{0(\text{estimada})}$, proponer una dilución del jugo de limón para que el volumen del punto de equivalencia se encuentre entre 2 y 5 mL; con esto completar la tabla.		

Tabla 2. Cálculos para la preparación de la solución por valorar del jugo de limón.

Dilución propuesta para el jugo de limón				
Dilución del jugo de limón	Datos	Unidades	Incógnita	Resultado
$C_{0(\text{estimada})} = C_{(M)}$			Concentración de H ₃ Cit en la dilución del jugo de limón ($C_{(1)}$)	$C_{(1)} =$ <div style="border: 1px solid black; width: 100px; height: 50px; margin-top: 10px;"></div>
Volumen de la alícuota propuesta				
Volumen propuesto de la foro				
				$C_{(1)}$

Tabla 3. Determinación de la densidad del jugo de limón.

Densidad del jugo de limón				
Valor en unidad	Incógnita	Desarrollo	Resultado	
Volumen del jugo medido	Densidad del jugo de limón (d)	$d =$ <div style="border: 1px solid black; width: 150px; height: 40px; margin-top: 5px;"></div>	d =	
Masa del volumen del jugo				
<div style="border: 1px solid black; width: 100px; height: 30px; margin: 10px auto;"></div>				

Tabla 5. Determinación empírica de la concentración de ácido cítrico en jugo de limón

Cálculo para la determinación cuantitativa de ácido cítrico en el jugo de limón				
Concentración de ácido cítrico en la dilución del jugo de limón				
	Datos	Unidades	Incógnita	
Volumen de la alícuota del jugo diluido ($V_{(2)}$)			Concentración exp. de ácido cítrico en la dilución del jugo (C_1)	
Concentración de la Soluc. de OH-				
Volumen de OH- para el punto de equiv. :				
Tabla de balance estequiométrico				
Ec. Química de la Reacción de valoración				
Inicio				
Se agrega (PE)				
Reacciona				
$= \quad \quad \quad \Rightarrow \quad C_1 =$				
Concentración, en molaridad, de ácido cítrico en el jugo de limón concentrado				
	valores en Unidades	Incógnita	Desarrollo	Resultado
C_1		Conc. exp. de ácido cítrico en el jugo de limón ($C_{(M)}$)	$C_{(M)} =$ <div style="border: 1px solid black; height: 30px; width: 100%;"></div>	$C_{(M)}$
$V_{(Aforo1)}$				
Volumen de la alícuota propuesta				
Concentración, en porcentaje en peso, de ácido cítrico en el jugo de limón concentrado				
	valores en Unidades	Incógnita	Desarrollo	Resultado
$C_{(M)}$		Porcentaje en peso de ácido cítrico en el jugo de limón (%P)	$\%P =$ <div style="border: 1px solid black; height: 30px; width: 100%;"></div>	Porcentaje en peso (%P):
Densidad del jugo de limón (d)				
Fórmula química del ácido cítrico				
Masa molar del ácido cítrico (MM)				

Tabla 5.- Determinación del porcentaje en peso (empírico) de ácido cítrico en el jugo de limón				
	Datos	Incógnita	Desarrollo	Resultado
Densidad del jugo de limón (g/mL)		Porcentaje en peso de ácido cítrico en el jugo de limón	<div style="border: 1px solid black; height: 30px; width: 100%;"></div>	Porcentaje en peso de ácido cítrico
Concentración ácido cítrico en el jugo de limón (M)				
Peso Molecular (ácido cítrico)				

VIII. Informe (de la Sesión experimental)

Los estudiantes realizarán y entregarán el informe de la práctica 7, además, se deberán anexar las tablas (con los resultados obtenidos). Una copia impresa con las preguntas del informe se les entregará al terminar la sesión experimental.

IX. Examen Individual

Los estudiantes realizarán y entregarán un examen que evalúe algún aspecto relevante de la práctica 7 (copia impresa de este examen se les entregará 20 minutos antes de terminar la sesión de laboratorio).

Semana 9

Actividades

Las actividades por realizar en la 9ª semana son las siguientes:

1. Al inicio de la sesión se aplicará el examen de conocimientos previos relativo a la práctica 8.
2. Junto con el profesor se leerá la introducción de la práctica (conceptos) y se resolverá un ejercicio.
3. Se discutirá en forma general y se realizará la práctica 8; para ello, los estudiantes pedirán el material y equipo necesarios para efectuar la parte experimental.
4. Los estudiantes seguirán la metodología, supervisados por el profesor, para observar e identificar la precipitación de $\text{Mg}(\text{OH})_2$; al determinar experimentalmente los coeficientes estequiométricos entre la reacción de Mg^{2+} y OH^- ; así mismo, inferirán la formación o no del hidroxocomplejo MgOH^+ , al observar si ocurre o no una redisolución del precipitado.
5. Una vez determinados los coeficientes estequiométricos, los estudiantes determinarán el pK_w y el pK_s experimentales.
6. Los estudiantes realizarán y entregarán el informe de la práctica 8.
7. Los estudiantes realizarán y entregarán el examen relativo a la práctica 8.

Práctica 8. Identificación de un precipitado y/o de un hidroxocomplejo en el sistema Mg^{2+} y OH^- mediante una curva de valoración $pH=f(\phi)$

I. Introducción (Conceptos básicos).

En la literatura química se reporta que la especie: Mg^{2+} , puede reaccionar con OH^- por una parte, para formar el precipitado: $Mg(OH)_2$ ($pK_S = 9.2$), y, por otra, para formar un hidroxocomplejo: $MgOH^+$, ($\log \beta = 2.8$). Es posible analizar este sistema mediante la comparación de tres curvas de valoración: $pH = f(\phi_{Mg}^{OH})$. La comparación de la **curva experimental** con las curvas al considerar, por un lado, sólo la formación del complejo y, por el otro, al considerar sólo la formación del precipitado.

En la Figura 8.1, se muestran tres curvas de valoración: $pH = f(\phi_{Mg}^{OH})$; una de ellas (línea roja) es la curva de valoración teórica obtenida al considerar que ocurre sólo la formación del complejo (esquema monoprótico), la otra (línea negra) es la curva de valoración teórica al considerar que sólo ocurre la reacción de precipitación y, finalmente, la tercera curva (línea verde) corresponde a la valoración **experimental**. Como se puede observar, en: $\phi_{Mg}^{OH} = 0$, el pH inicial de la curva **experimental** es prácticamente igual al del sistema del hidroxocomplejo; mientras que al agregar la especie: OH^- ($0 < \phi_{Mg}^{OH} < 2$) el comportamiento, en general, de esta curva es similar al de la valoración (teórica) al considerar que sólo ocurre la reacción de precipitación, esto se corrobora ya que el cambio brusco de pH ocurre en: $\phi_{Mg}^{OH} = 2$, lo cual corresponde al intercambio de 2 moles de OH^- por un mol de Mg^{2+} para formar al precipitado $Mg(OH)_2$; finalmente, en el dominio: $\phi_{Mg}^{OH} > 2$, el comportamiento de la curva experimental sigue siendo similar a la curva en donde sólo se considera la reacción de precipitación.

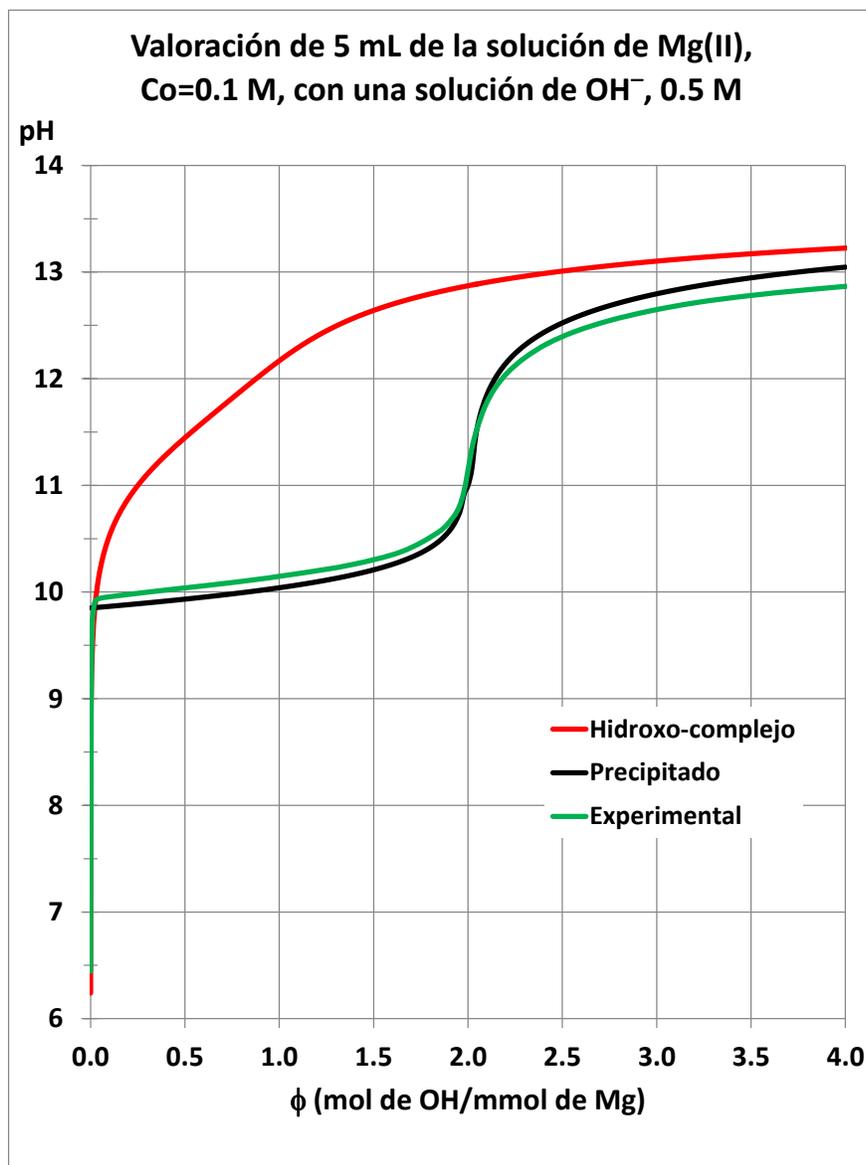


Figura 8.1. Curvas $\text{pH}=\text{F}(\phi)$ de la valoración de una solución acuosa de Mg^{2+} con OH^- ; línea verde: experimental; línea negra: teórica al considerar sólo la formación del precipitado y línea roja: teórica al considerar sólo la formación del hidroxo-complejo.

Del análisis anterior se puede concluir, por una parte, que la única evidencia de la existencia del equilibrio del hidroxo-complejo es el valor experimental del **pH inicial**, y, por otra parte, que la reacción de formación del sólido (precipitación) es el proceso evidente durante prácticamente toda la valoración experimental.

II.- Objetivos

Al finalizar la práctica los estudiantes distinguirán entre la formación de un hidroxocomplejo y un precipitado:

- A. Mediante el valor del pH inicial, distinguirán que en el sistema está presente el hidroxocomplejo (aunque en cantidades muy pequeñas).
- B. Identificarán el proceso de precipitación, mediante la curva de valoración, una vez que se ha agregado la primera gota de OH^- .
- C. Determinarán experimentalmente los coeficientes estequiométricos a partir de la curva de valoración y corroborarán que la reacción que ocurre es la de precipitación.
- D. A partir del tratamiento de los datos de la valoración estimarán los valores experimentales de pK_s pK_w .
- E. Estimarán el valor experimental de la constante de equilibrio de la reacción de precipitación.

III.- Material, Equipo Y Reactivos

Material	Equipo	Reactivos
una pipeta volumétrica de 5, mL una pipeta graduada de: 5 mL	1 electrodo combinado (referencia y vidrio)	Solución estandarizada de OH^- (proporcionada por el profesor)
vasos de precipitados: dos de 50 mL y dos de 100 mL. 3 copas tequileras	1 pH-metro	Solución estandarizada de nitrato de magnesio (proporcionada por el profesor)
1 bureta de 10 mL con soporte metálico y pinzas	1 agitador magnético	Solución para calibrar el pH- metro; pH= 4.01 ó pH= 7.00
Una espátula	2 barras magnéticas	
Una piseta		

IV. Procedimiento Experimental

A). Calibración del pH-metro

Por una parte, conectar a la corriente eléctrica el pH-metro (potenciómetro) y por otra, conectar el electrodo combinado (vidrio-referencia) al pH-metro. En una copa “tequilera” colocar un cierto volumen de una solución comercial de pH=7.00 (o pH=4.01), sumergir el electrodo combinado dentro de esta solución y dejar bajo agitación al menos durante 2 minutos (utilizar una barra y agitador magnéticos). Encender el pH-metro y calibrarlo de tal forma que el pH medido coincida con el valor de pH de la solución comercial, repetir esta operación hasta que el valor de pH no cambie. Una vez efectuada la calibración, desactivar la medición de pH y sacar el electrodo combinado, enjuagarlo con agua destilada y secarlo con papel absorbente sin frotar.

B). Determinación de los coeficientes estequiométricos de la reacción entre Mg^{2+} y OH^-

Medir exactamente 5 mL de la solución de nitrato de magnesio (de concentración: _____M). Sumergir el electrodo combinado en la solución y armar el montaje necesario para llevar a cabo la valoración y la medición de pH (de ser necesario agregar agua destilada para que el electrodo se encuentre bien sumergido). Realizar la valoración agregando con la bureta la solución estandarizada de OH^- (proporcionada por el profesor). Medir el pH inicial y los pH's para cada adición de la solución valorante, **cada 90 segundos**, anotando los valores de pH en función del volumen agregado de la solución de OH^- siguiendo la partición propuesta en la Tabla 1.

V. Orientaciones para el tratamiento y disposición de residuos

Tratamiento de residuos: almacenar en un recipiente (debidamente etiquetado) los residuos que contengan magnesio.

VI. Tratamiento de datos

Establecer el tratamiento apropiado de los datos obtenidos durante la experimentación y completar la siguiente tabla.

Tabla 1. Valoración de 5 mL de nitrato de magnesio, _____ (M) con una solución OH ⁻ _____ (M)	
Método de Tangentes	
V (mL)	pH
0.0	
0.5	
1.0	
1.5	
2.0	
2.5	
3.0	
3.5	
4.0	
4.2	
4.4	
4.6	
4.8	
5.0	
5.2	
5.4	
5.6	
5.8	
6.0	
6.5	
7.0	
7.5	
8.0	
8.5	
9.0	
9.5	
10.0	
	Estequiometría= _____
pKs	pKw

VIII. Informe (de la Sesión experimental)

Los estudiantes realizarán y entregarán el informe de la práctica 8 (una copia impresa con las preguntas del informe se les entregará al terminar la sesión

experimental), Así mismo, se entregará, junto con el informe, la tabla 1 (con los datos que ahí se solicitan).

IX. Examen (Individual)

Los estudiantes realizarán y entregarán un examen que evalúe algún aspecto relevante de la práctica 8 (copia impresa de este examen se les entregará 20 minutos antes de terminar la sesión de laboratorio).

Semana 10

Actividades

Las actividades por realizar en la 10^a semana son las siguientes:

1. Al inicio de la sesión se aplicará el examen de conocimientos previos relativo a la práctica 9.
2. Junto con el profesor se leerá la introducción de la práctica (conceptos) y se resolverá un ejercicio.
3. Se discutirá en forma general y se realizará la práctica 9, para ello, los estudiantes pedirán el material y equipo necesarios para efectuar la parte experimental.
4. Los estudiantes seguirán la metodología, supervisados por el profesor, para observar e identificar la precipitación de $\text{Al}(\text{OH})_3$; al determinar experimentalmente los coeficientes estequiométricos entre la reacción de Al^{3+} y OH^- ; así mismo, inferirán la formación o no del hidroxocomplejo: $\text{Al}(\text{OH})_4^-$, al observar, por una parte, si ocurre o no una redisolución del precipitado y, por

otra, al establecer los coeficientes estequiométricos de la reacción entre: $\text{Al(OH)}_3(\text{s})$ y OH^- .

5. Una vez determinados los coeficientes estequiométricos, los estudiantes determinarán en forma experimental: pK_W , el pK_S del Al(OH)_3 y la constante de reacción entre $\text{Al(OH)}_3(\text{s})$ y OH^- .
6. Los estudiantes realizarán y entregarán el informe de la práctica 9.
7. Los estudiantes realizarán y entregarán el examen relativo a la práctica 9.
8. Se les informará a los estudiantes que la próxima práctica es tipo "Proyecto".

Práctica 9. Identificación de un precipitado y/o de los hidroxocomplejos en el sistema Al^{3+} y OH^- mediante una curva de valoración $\text{pH}=\text{f}(\phi)$

I. Introducción (Conceptos básicos).

En la literatura química se reporta que la especie: Al^{3+} , puede reaccionar con OH^- , por una parte, para formar el precipitado: Al(OH)_3 ($\text{pK}_S = 32.0$), y, por otra, para formar cuatro hidroxocomplejos: Al(OH)_4^- ($\log \beta_1 = 9.0$, $\log \beta_2 = 17.9$, $\log \beta_3 = 25.1$, $\log \beta_4 = 33.3$). Es posible analizar este sistema mediante la comparación de tres curvas de valoración. $\text{pH} = \text{f}(\phi_{\text{Al}}^{\text{OH}})$. La comparación de la **curva experimental**, por un lado, con la curva al considerar sólo la formación de los hidroxocomplejos y, por otro lado, al considerar sólo la formación del precipitado. En la Figura 9.1, se muestran estas tres curvas de valoración: una de ellas (línea roja) es la curva de valoración teórica obtenida al considerar que ocurre sólo la formación de los hidroxocomplejos (esquema tetraprótico), la otra (línea negra) es la curva de valoración teórica al considerar que sólo ocurre la reacción de precipitación y, finalmente, la tercera curva (línea verde) corresponde a la valoración **experimental**.

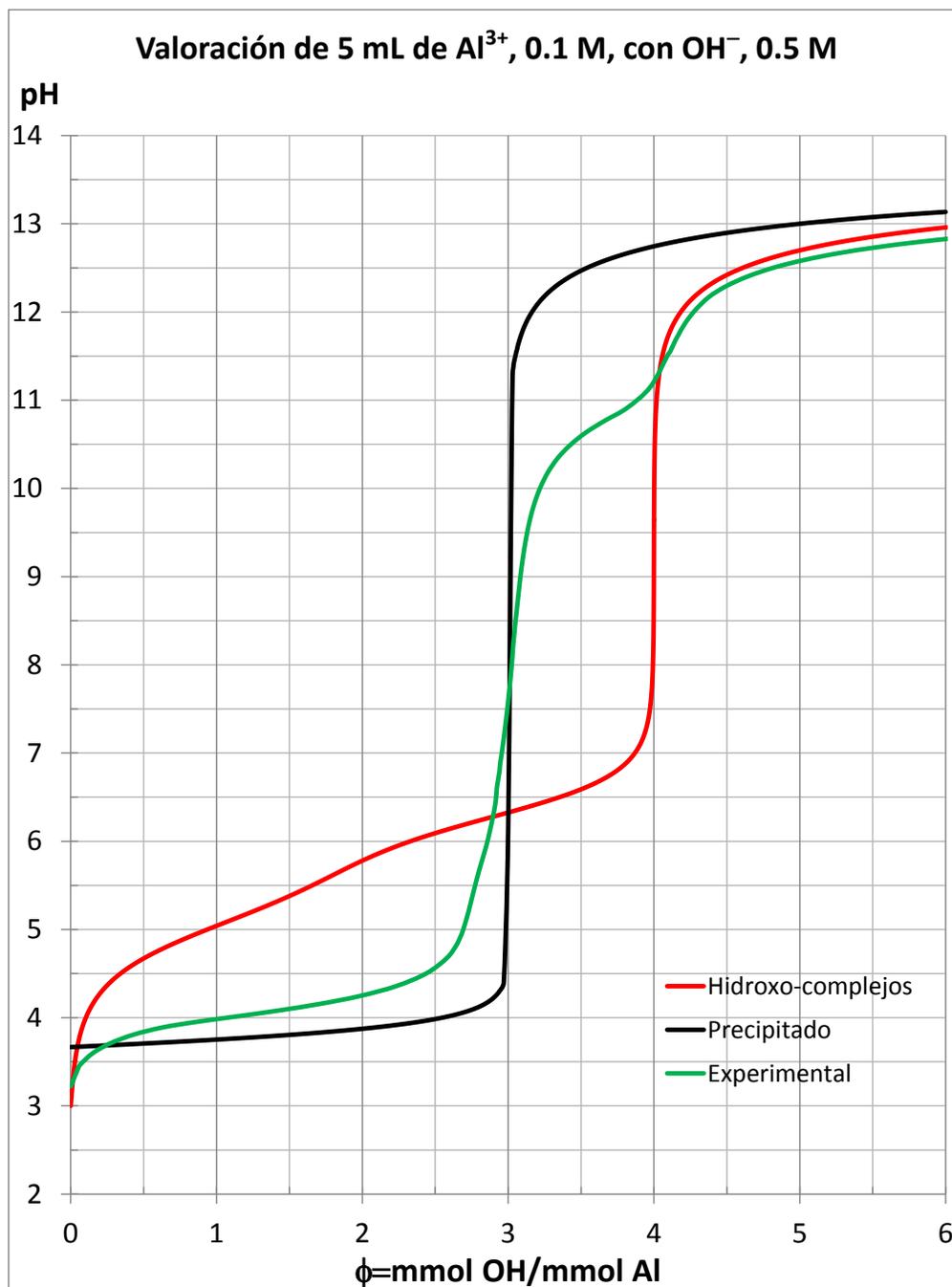


Figura 9.1. Curvas $\text{pH}=\text{F}(\phi)$ de la valoración de una solución acuosa de Al^{3+} con OH^- ; línea verde: experimental; línea negra: teórica al considerar sólo la formación del precipitado y línea roja: teórica al considerar sólo la formación del hidroxocomplejo.

Como se puede observar, en la Figura 9.1, para valores de ϕ_{Al}^{OH} muy cercanos a cero, el pH de la curva **experimental** es prácticamente igual al del sistema de valoración en donde se presentan sólo los equilibrios de los hidroxocomplejos (sistema tetraprótico); después de esta región, y, al agregar más OH^- ($0 < \phi_{Al}^{OH} \leq 3$) el comportamiento, en general, de esta curva es similar al sistema en donde ocurre la reacción de precipitación, esto se corrobora ya que el cambio brusco de pH ocurre en: $\phi_{Al}^{OH} = 3$, lo cual corresponde al intercambio de 3 moles de OH^- por un mol de Al^{3+} para formar al precipitado $Al(OH)_3(s)$; en: $\phi_{Al}^{OH} = 4$, se observa, en la curva experimental, un pequeño cambio brusco en pH y, en $\phi_{Al}^{OH} > 4$, el comportamiento es prácticamente igual (nuevamente) al del sistema de valoración al considerar sólo la formación de los hidroxocomplejos. En particular, la resta de los valores ϕ_{Al}^{OH} en los dos cambios bruscos de la curva experimental correspondería a los coeficientes estequiométricos de la reacción entre $Al(OH)_3(s)$ y OH^- para la formación del hidroxocomplejo superior: $Al(OH)_4^-$, es decir, la reacción de **redisolución** del precipitado.

Del análisis anterior se puede concluir, por una parte, que la evidencia de la existencia de los equilibrios de los hidroxocomplejos se encuentra, primeramente, en los valores iniciales de **pH** y, después, en la región: $\phi_{Al}^{OH} > 3$, en donde se forma: $Al(OH)_4^-$; mientras que la evidencia de la formación del precipitado se encuentra en el intervalo: $0 < \phi_{Al}^{OH} \leq 3$ de la valoración.

II.- Objetivos

Al finalizar esta práctica los estudiantes distinguirán entre la formación de hidroxocomplejos y de un precipitado:

- A. Mediante los valores iniciales de pH ($\phi_{Al}^{OH} \rightarrow 0$) y los de la región: $\phi_{Al}^{OH} > 3$, de la curva de valoración, distinguirán la presencia de los hidroxocomplejos.
- B. Identificarán el proceso de precipitación en la región: $0 < \phi_{Al}^{OH} \leq 3$ de la curva de valoración.
- C. Determinarán experimentalmente los coeficientes estequiométricos, a partir de los puntos estequiométricos de la curva de valoración, tanto de la reacción de precipitación, como los de la reacción de redisolución.
9. A partir del tratamiento de los datos de la valoración estimarán los valores experimentales de: pK_w , pK_s del $Al(OH)_3$ y la constante de reacción entre $Al(OH)_3$ y OH^- .
- D. Estimarán los valores experimentales de las constantes de equilibrio de las reacciones de precipitación y de redisolución

III.- Material, Equipo Y Reactivos

Material	Equipo	Reactivos
una pipeta volumétrica de 5, mL una pipeta graduada de: 5 mL	1 electrodo combinado (referencia y vidrio)	Solución estandarizada de OH^- (proporcionada por el profesor)
vasos de precipitados: dos de 50 mL y dos de 100 mL. 3 copas tequileras	1 pH-metro	Solución estandarizada de aluminio III (proporcionada por el profesor)
1 bureta de 10 mL con soporte metálico y pinzas	1 agitador magnético	Solución para calibrar el pH- metro; pH= 4.01 ó pH= 7.00
Una espátula	2 barras magnéticas	
Una piseta		

IV. Procedimiento Experimental

A). Calibración del pH-metro

Por una parte, conectar a la corriente eléctrica el pH-metro (potenciómetro) y por otra, conectar el electrodo combinado (vidrio-referencia) al pH-metro. En una copa “tequilera” colocar un cierto volumen de una solución comercial de pH=7.00 (o pH=4.01), sumergir el electrodo combinado dentro de esta solución y dejar bajo agitación al menos durante 2 minutos (utilizar una barra y agitador magnéticos). Encender el pH-metro y calibrarlo de tal forma que el pH medido coincida con el valor de pH de la solución comercial, repetir esta operación hasta que el valor de pH no cambie. Una vez efectuada la calibración, desactivar la medición de pH y sacar el electrodo combinado, enjuagarlo con agua destilada y secarlo con papel absorbente sin frotar.

B). Determinación de los coeficientes estequiométricos de las reacciones entre Al^{3+} y OH^-

Medir exactamente 5 mL de la solución de nitrato de aluminio (de concentración: _____M). Sumergir el electrodo combinado en la solución y armar el montaje necesario para llevar a cabo la valoración y la medición de pH (de ser necesario agregar agua destilada para que el electrodo se encuentre bien sumergido). Realizar la valoración agregando con la bureta la solución estandarizada de OH^- (proporcionada por el profesor). Medir el pH inicial y los pH's para cada adición de la solución valorante, **cada 30 segundos**, anotando los valores de pH en función del volumen agregado de la solución de OH^- según la partición propuesta en la Tabla 1.

V. Orientaciones para el tratamiento y disposición de residuos

Tratamiento de residuos: almacenar en un recipiente (debidamente etiquetado) los residuos que contengan aluminio.

VI. Tratamiento de datos

Establecer el tratamiento apropiado de los datos obtenidos durante la experimentación y completar la siguiente tabla.

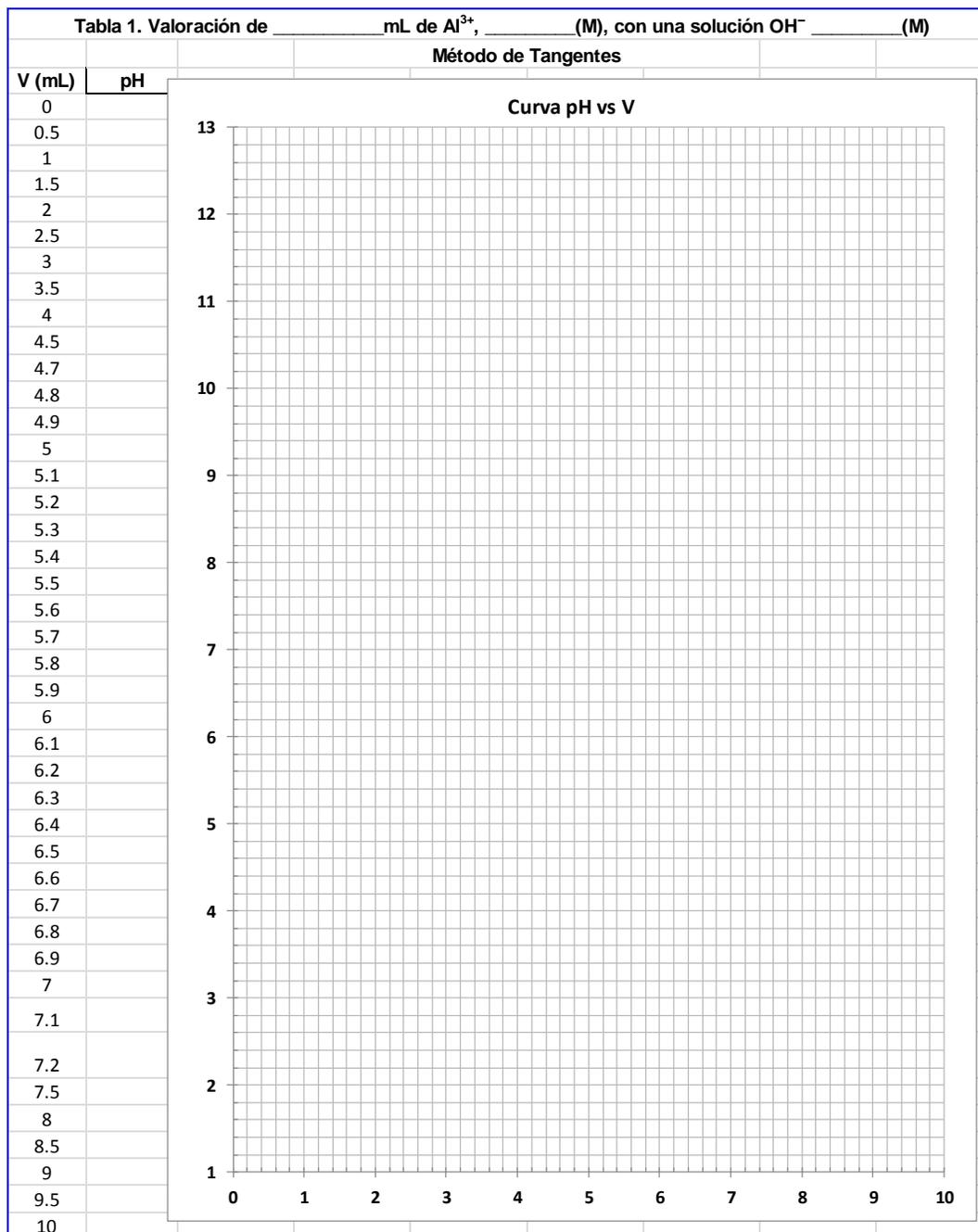


Tabla 2

$$\left(\phi_{\text{Al}^{3+}}^{\text{OH}^-}\right)_{1\text{erPE}} = \left(\phi_{\text{Al}^{3+}}^{\text{OH}^-}\right)_{2\text{ndoPE}} =$$



$\text{p}K_{\text{W}} =$ _____

$\text{p}K_{\text{S}} =$ _____

$K_{\text{R}} =$ _____ $(\text{Al}(\text{OH})_3(\text{s}) + \text{OH}^-)$

VIII. Informe (de la Sesión experimental)

Los estudiantes realizarán y entregarán el informe de la práctica 9 (una copia impresa con las preguntas del informe se les entregará al terminar la sesión experimental). Además, junto con el informe entregarán las tablas 1 y 2 (con los datos solicitados).

IX. Examen (Individual)

Los estudiantes realizarán y entregarán un examen que evalúe algún aspecto relevante de la práctica 9 (copia impresa de este examen se les entregará 20 minutos antes de terminar la sesión de laboratorio).

Semana 11

Los estudiantes deben contar con el siguiente material: las gráficas de la distribución de las fracciones de las especies solubles de los sistemas Cu(II)-OH y Al(III)-OH en función del pH y la representación logarítmica de la solubilidad de los sistemas Cu(II)-OH y Al(III)-OH en función del pH.

Actividades

Las actividades por realizar en la 11^a semana son las siguientes:

1. Al inicio de la sesión se aplicará el examen de conocimientos previos relativo a la práctica 10.
2. Junto con el profesor se leerá la introducción de la práctica.
3. Los estudiantes analizarán los diagramas logarítmicos de la solubilidad de Cu (II) y Al (III) señalando, para cada diagrama: pH de inicio de precipitación, pH en donde se forma el 99 % de precipitado, pH de máxima precipitación y porcentaje máximo de sólido formado, el intervalo de pH de redisolución y el pH de fin de redisolución.
4. Los estudiantes analizarán en forma simultánea los diagramas logarítmicos de la solubilidad de Cu (II) y Al (III) señalando: el intervalo de pH requerido para efectuar la separación en una región alcalina.
5. Los estudiantes pedirán el material y equipo que utilizarán en la sesión experimental y, supervisados por el profesor, realizarán la experimentación de su proyecto (práctica 10)
6. Al terminar la sesión experimental, los estudiantes realizarán y entregarán el informe de la práctica 10.
7. Los estudiantes realizarán y entregarán el examen relativo a la práctica 10.

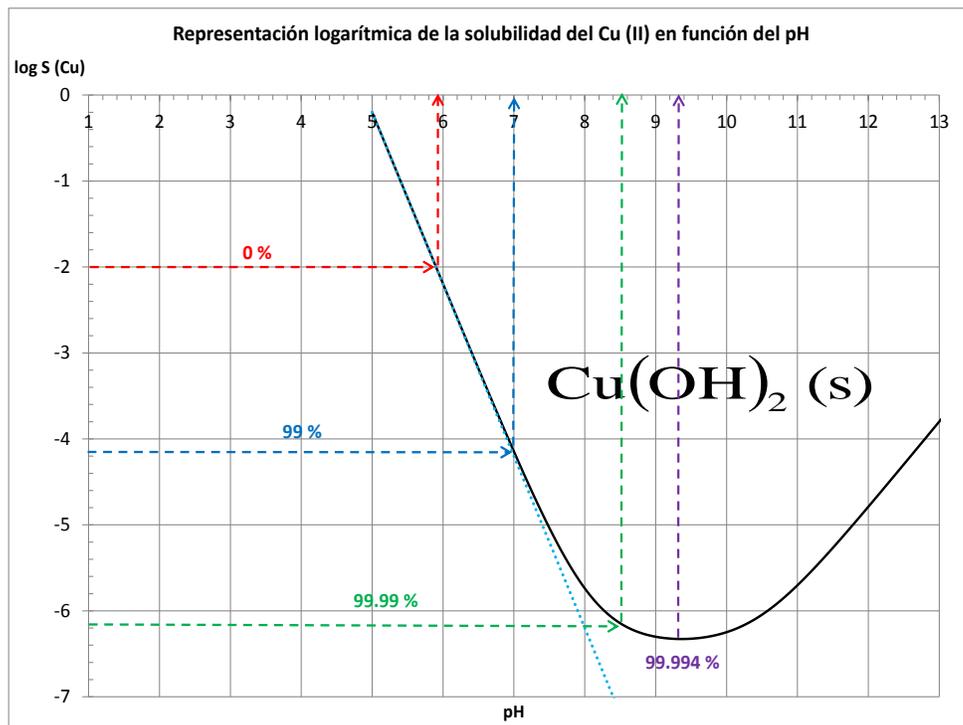
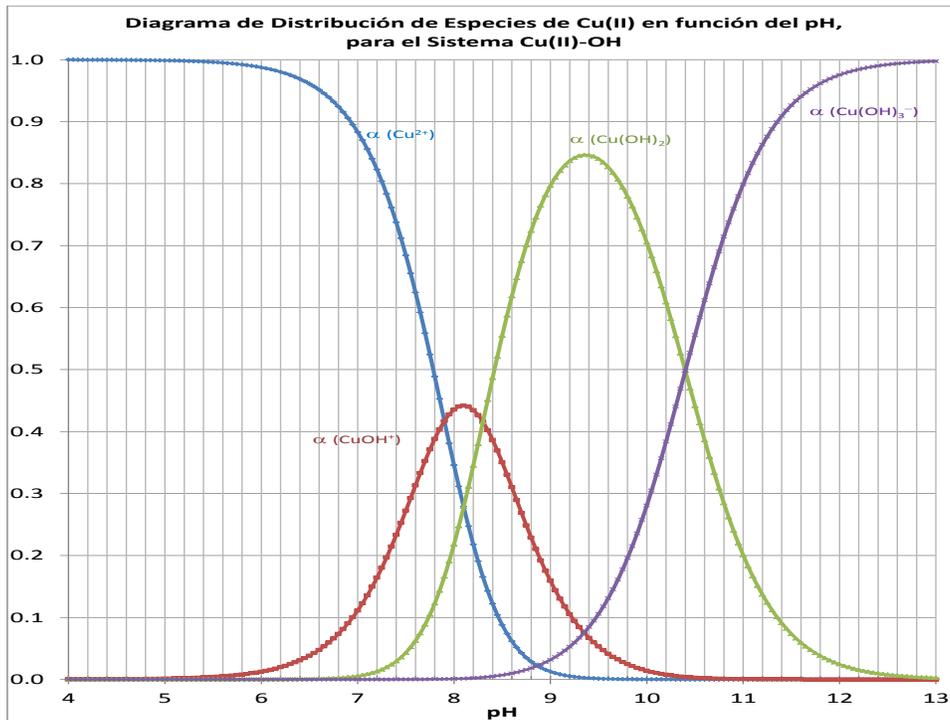
Práctica 10, Proyecto: Separación de Cu^{2+} y Al^{3+} mediante reacciones de precipitación y/o redisolución con OH^- .

I. Introducción.

Los estudiantes aplicarán los fenómenos de precipitación y/o redisolución de sólidos con OH^- , que analizaron en las prácticas 8 y 9, para llevar a cabo la separación de una mezcla acuosa de Cu^{2+} y Al^{3+} mediante reacciones de precipitación. En particular se efectuará la separación al 99 % de los cationes, a partir de una alícuota de 5 mL de la mezcla de sulfato de cobre, 0.04 M y nitrato de aluminio, 0.04 M añadiendo un cierto volumen de la solución de NaOH, 0.1 M. Una vez que se aplique experimentalmente la metodología de la separación, se realizará una prueba cualitativa a la solución filtrada con alizarina (la cual detecta la presencia de aluminio), para concluir sobre si efectivamente la separación se ha efectuado.

A continuación se muestra el diagrama de distribución de las especies solubles del sistema Cu (II)-OH y la representación logarítmica de la solubilidad del sistema Cu (II)-OH en función del pH.

A partir de la representación logarítmica de la solubilidad se puede observar lo siguiente. El pH de inicio de precipitación ocurre en: $\text{pH}=5.95$, lo cual sucede cuando se han agregado 0.02 mL de hidróxido de sodio 0.05 M, esto significa que casi a partir de la primer gota agregada de NaOH se inicia la formación del sólido (línea punteada roja).



Cuando $\text{pH}=7.00$ se ha formado el 99 % del hidróxido de cobre sólido (línea punteada azul) y cuando $\text{pH}= 8.50$ se ha formado el 99.99 % del sólido (línea punteada verde). El

máximo porcentaje de sólido formado es 99.994 %, lo cual ocurre cuando: pH=9.35 (línea punteada morada). Después de pH=9.35 se inicia la redisolución del sólido, esto significa, que parte del sólido se empieza a disolver por el efecto de la formación de los hidroxocomplejos superiores, en orden de importancia, primero el complejo $\text{Cu}(\text{OH})_3^-$ y luego los complejos $\text{Cu}(\text{OH})_2$ y CuOH^+ . El efecto de la formación de los hidroxocomplejos se puede visualizar mediante la separación entre la línea asintótica azul claro y la curva de solubilidad (de color negro); a mayor separación mayor influencia de los hidroxocomplejos.

II. Objetivos.

Serán planteados por el grupo de trabajo de estudiantes.

III.- Material, Equipo y Reactivos

Lo establecerá el grupo de trabajo de estudiantes

IV. Procedimiento Experimental

Lo establecerá el grupo de trabajo de estudiantes.

La alizarina muestra un complejo de color rojo en presencia del ion aluminio, para formarlo se debe agregar a la muestra una gota de alizarina, y una gota de ácido acético, hasta que desaparezca el color violeta, luego se adiciona una gota más de reactivo, si es positiva aparece un color rojo.

V. Orientaciones para el tratamiento y disposición de residuos

Tratamiento de residuos: almacenar en un recipiente (debidamente etiquetado) los residuos que contengan aluminio y en otro recipiente los residuos que contengan cobre.

VI. Tratamiento de datos

Establecer el tratamiento apropiado de los datos obtenidos durante la experimentación.

VII. Informe (de la Sesión experimental)

Los estudiantes realizarán y entregarán el informe de la práctica 10 (una copia impresa con las preguntas del informe se les entregará al terminar la sesión experimental).

VIII. Examen Individual

Los estudiantes realizarán y entregarán un examen que evalúe algún aspecto relevante de la práctica 10 (copia impresa de este examen se les entregará 20 minutos antes de terminar la sesión de laboratorio).

Semana 12: Realización de una Práctica de reposición

Actividades

Se realizará una **Práctica de reposición** o una clase de integración de conocimientos.

Semana 13

Actividades

Las actividades por realizar en la 13ª semana son las siguientes:

1. Al inicio de la sesión se aplicará el examen de conocimientos previos relativo a la práctica 11.
2. Junto con el profesor se leerá la introducción de la práctica (conceptos básicos) y se resolverá un ejercicio.
3. Los estudiantes pedirán el material y equipo que utilizarán en la sesión experimental y, supervisados por el profesor, realizarán la experimentación de la práctica.
4. Al terminar la sesión experimental, los estudiantes realizarán y entregarán el informe de la práctica 11.
5. Los estudiantes realizarán y entregarán el examen relativo a la práctica 11.

Práctica 11: Formación de complejos: estabilidad y escalas de predicción de reacciones (pL y pM)

I. Introducción (conceptos básicos).

La ecuación química de la formación de un complejo de estequiometría 1 a 1 a partir de un ion metálico y un ligando, junto con la ley de “acción de masas”, se representa de la siguiente manera:

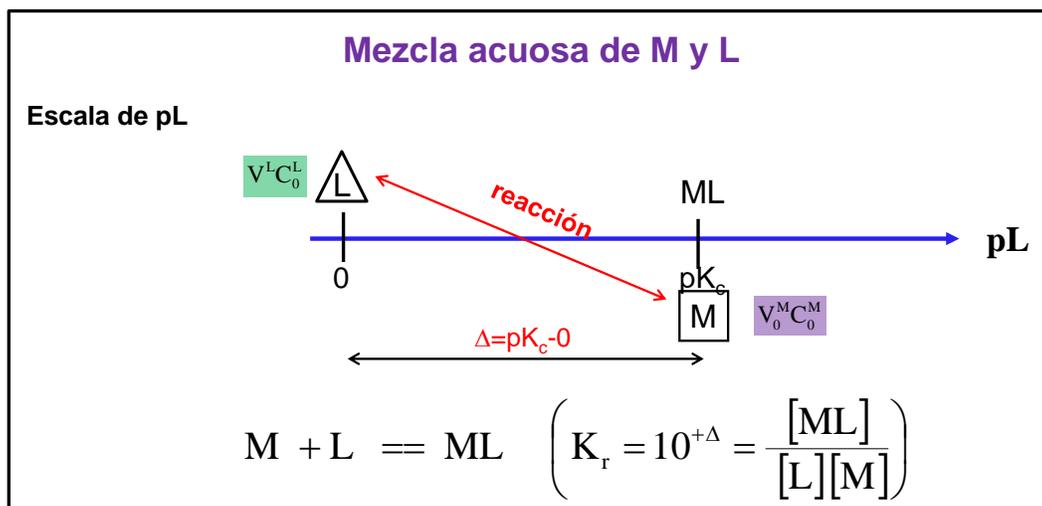


K_r (o β) corresponde con el valor de la constante de equilibrio de la formación del complejo. Si se considera el proceso inverso de la formación del complejo, esto es, la disociación del complejo, la ecuación química ahora se representa por:

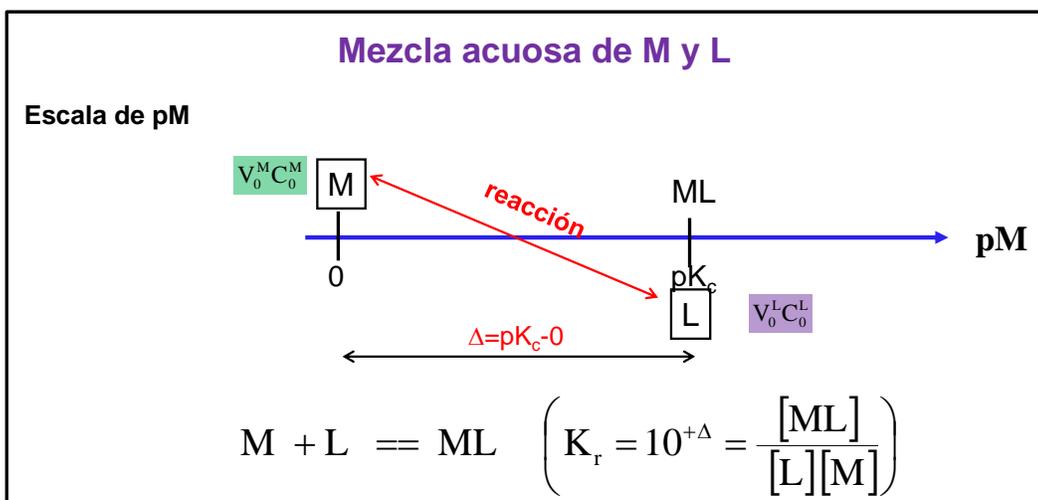


En donde K_c es la constante de equilibrio de la disociación del complejo (o constante de complejación), cuyo valor es el inverso de: β .

La escala pL ($=-\log [L]$) que permite la predicción de las reacciones de formación de complejos de **varios iones metálicos con un mismo tipo de ligando**, se representa de la siguiente manera:

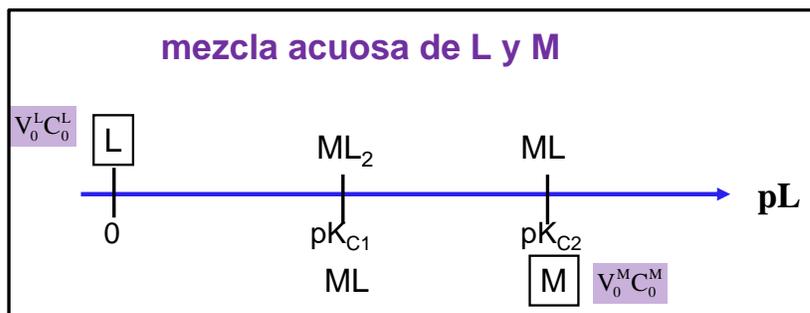


Mientras que la escala pM ($=-\log [M]$), que permite la predicción de las reacciones de formación de complejos de **un mismo ion metálico con varios ligandos** se representa de la siguiente forma:



Es posible, con base en la posición relativa de los distintos pares conjugados (ML/M), predecir la estabilidad de los complejos formados.

La escala pL (= -log [L]) que permite predecir las reacciones de formación de complejos de estequiometría 1 a 2 a partir de un ion metálico y un ligando se representa de la siguiente manera:



Es posible establecer la estabilidad del anfolito (complejo: ML) a partir de la posición relativa de dos pares conjugados: ML_2/ML y ML/M .

II.- Objetivos

Que el estudiante se familiarice con las reacciones de formación de complejos (distintos de los hidroxocomplejos) en solución acuosa. Para ello, preparará diversas mezclas en donde ocurren reacciones de formación de complejos; analizará la estabilidad relativa de diversos complejos a partir de los colores resultantes de estas mezclas, propondrá escalas empíricas de predicción de reacciones, del tipo pL o pM, en la formación de los complejos y, observará la influencia que tiene el pH sobre este tipo de reacciones.

III.- Material, Equipo y Reactivos

Material	Equipo	Reactivos
1 gradilla	Papel pH	Tiocianato de potasio, 0.05 M
16 tubos de ensayo		Sulfato de cobre (II), 0.10 M
1 piseta con agua destilada		Nitrato de hierro (III), 0.05 M
2 goteros		EDTA (Y^{4-}), 0.10 M
		Etilendiamina (En), 0.20 M
		HCl, 0.1 M, y NaOH, 0.1 M

IV. Procedimiento Experimental

Preparar las mezclas, en tubos de ensaye, como se muestra en las siguientes tablas (el orden en que se agregan los reactivos se indican con la letra entre paréntesis):

A). Formación de complejos

Tubo de ensaye	CuSO ₄ (gotas)	Fe(NO ₃) ₃ (gotas)	KSCN (gotas)	EDTA (gotas)
1	10 (a)		10 (b)	
2	10 (a)			10 (b)
3		10 (a)	10 (b)	
4		10 (a)		10 (b)

B) Estabilidad relativa de los complejos formados

Tubo de ensaye	CuSO ₄ (gotas)	Fe(NO ₃) ₃ (gotas)	KSCN (gotas)	EDTA (gotas)
5	10 (a)	10 (c)	10 (b)	
6	10 (a)		10 (b)	10 (c)
7	10 (c)	10 (a)	10 (b)	
8		10 (a)	10 (b)	10 (c)

C) Influencia del pH sobre la estabilidad de los complejos FeSCN^{2+} y CuSCN^+

Tubo de ensaye	CuSO_4 (gotas)	$\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ (gotas)	KSCN (gotas)	HCl (gotas)	NaOH (gotas)
9	10 (a)		10 (b)	10 (c)	
10	10 (a)		10 (b)		10 (c)
11		10 (a)	10 (b)	10 (c)	
12		10 (a)	10 (b)		10 (c)

D). Complejos Sucesivos

Preparar las siguientes mezclas, utilizando tubos de ensaye, como se muestra en la siguiente tabla (el orden en que se agregan los reactivos se indica con la letra entre paréntesis):

Tubo de ensaye	CuSO_4 (gotas)	Etilendiamina (gotas)
1	10 (a)	
2	10 (a)	5 (b)
3	10 (a)	10 (b)

V. Orientaciones para el tratamiento y disposición de residuos

Tratamiento de residuos: almacenar en un recipiente (debidamente etiquetado) los residuos que contengan a los distintos iones metálicos.

VI. Tablas de Resultados Experimentales y tratamiento de datos

A) Resultados de formación de complejos

Tabla 1. Resultados de formación de complejos						
Tubo 1	Reactivos iniciales		Cambio observado	Reacción		Ecuación química
				si	no	
	Color			¿Por qué?		
Tubo 2	Reactivos iniciales		Cambio observado	Reacción		Ecuación química
				si	no	
	Color			¿Por qué?		
Tubo 3	Reactivos iniciales		Cambio observado	Reacción		Ecuación química
				si	no	
	Color			¿Por qué?		
Tubo 4	Reactivos iniciales		Cambio observado	Reacción		Ecuación química
				si	no	
	Color			¿Por qué?		

B) Resultados de formación de complejos

Tabla 2. Resultados de estabilidad de complejos						
Tubo 5	Complejo inicial	Reactivo agregado	Cambio observado	Reacción		Ecuación química
				si	no	
	Color			¿Por qué?		
Tubo 6	Complejo inicial	Reactivo agregado	Cambio observado	Reacción		Ecuación química
				si	no	
	Color			¿Por qué?		
Tubo 7	Complejo inicial	Reactivo agregado	Cambio observado	Reacción		Ecuación química
				si	no	
	Color			¿Por qué?		
Tubo 8	Complejo inicial	Reactivo agregado	Cambio observado	Reacción		Ecuación química
				si	no	
	Color			¿Por qué?		

Tabla 3. Escalas relativas de pL o pM	
Partícula intercambiada	Escala
Cu^{2+}	Cu^{2+} 
Fe^{3+}	Fe^{3+} 
SCN^-	SCN^- 
Y^{4-}	Y^{4-} 

En base a la Tabla 3 y los siguientes valores de β , calcule la K_{eq} de los siguientes sistemas:

	β
$\text{Cu}^{2+}/\text{SCN}^-$	1.7
$\text{Cu}^{2+}/\text{Y}^{4-}$	18.8
$\text{Fe}^{3+}/\text{SCN}^-$	2.3
$\text{Fe}^{3+}/\text{Y}^{4-}$	25.1

Tabla 4. Determinación de valores de las constantes de equilibrio			
Tubo 5	Ecuación química proceso 1	Δ proceso 1	Keq proceso 1
	Ecuación química proceso 2	Δ proceso 2	Keq proceso 2
Tubo 6	Ecuación química proceso 1	Δ proceso 1	Keq proceso 1
	Ecuación química proceso 2	Δ proceso 2	Keq proceso 2
Tubo 7	Ecuación química proceso 1	Δ proceso 1	Keq proceso 1
	Ecuación química proceso 2	Δ proceso 2	Keq proceso 2
Tubo 8	Ecuación química proceso 1	Δ proceso 1	Keq proceso 1
	Ecuación química proceso 2	Δ proceso 2	Keq proceso 2

C) Resultados de la influencia del pH sobre los complejos FeSCN^{2+} y CuSCN^+

Tabla 5. Influencia del pH sobre la estabilidad de los complejos FeSCN^{2+} y CuSCN^+						
	Complejo formado	pH	Observaciones	Estable		¿Por qué?
Tubo 9	CuSCN^+			si	no	
Tubo 10	CuSCN^+			si	no	
Tubo 11	FeSCN^{2+}			si	no	
Tubo 12	FeSCN^{2+}			si	no	

D) Resultados de los complejos sucesivos

Tabla 6. Complejos sucesivos					
Tubo 13	Color inicial				
Tubo 14	Color inicial y final	Ecuación química	keq	¿Estable?	
				si	no
				¿Por qué?	
Tubo 15	Color inicial y final	Ecuación química parcial	keq	¿Estable?	
				si	no
	Ecuación química parcial	keq	¿Por qué?		
	Ecuación química global	keq global			
Trazar la escala pEn del sistema Cu-Etilendiamina incluyendo los valores de pKc					
Anfolito:					

VII. Informe (de la Sesión experimental)

Los estudiantes realizarán y entregarán el informe de la práctica 11 (una copia impresa con las preguntas del informe se les entregará al terminar la sesión experimental).

VIII. Examen Individual

Los estudiantes realizarán y entregarán un examen que evalúe algún aspecto relevante de la práctica 11 (copia impresa de este examen se les entregará 20 minutos antes de terminar la sesión de laboratorio).

Semana 14

Actividades

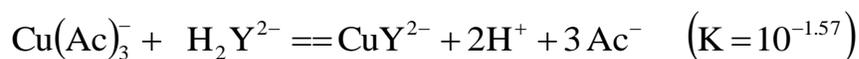
Las actividades por realizar en la 14ª semana son las siguientes:

1. Al inicio de la sesión se aplicará el examen de conocimientos previos relativo a la práctica 12.
2. Junto con el profesor se leerá la introducción de la práctica (conceptos) y se resolverá un ejercicio que ilustre el tratamiento de datos de la práctica 12.
3. Los estudiantes pedirán el material y equipo que utilizarán en la sesión experimental y, supervisados por el profesor, realizarán la experimentación de la práctica.
4. Al terminar la sesión experimental, los estudiantes realizarán y entregarán el informe de la práctica 12.
5. Los estudiantes realizarán y entregarán el examen relativo a la práctica 12.

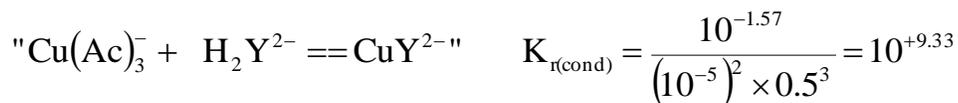
Práctica 12: Valoración de Cobre (II) con EDTA

I. Introducción (conceptos básicos)

La reacción de valoración entre el ion cobre y el edta, a pH=cte=5.0 (impuesto con una solución de acético/acetato, de concentración total de acetato 0.5 M) se representa de la siguiente forma:



Sin embargo, debido a que la concentración total de “acetatos” es prácticamente constante, y también lo es el valor de pH, la ecuación química, por tanto, se puede escribir de la siguiente forma:



Esta ecuación química representa la reacción de valoración, a pH=5 y $C_{Ac^-}=0.5$ M, y $K_{r(\text{cond})}$ corresponde a la constante de reacción “condicional” (es decir, en las condiciones de pH=cte=5 y $C_{Ac^-}=cte=0.5$ M).

Se sabe que al hacer incidir luz visible de una longitud de onda de 650 nanómetros (nm), que corresponde al color rojo de la luz, las especies: $Cu(Ac)_3^-$ y CuY^{2-} ; absorben la luz. La ecuación que liga el fenómeno de absorción con las concentraciones de equilibrio de estas dos especies (ley de Beer y ley de aditividad) es la siguiente:

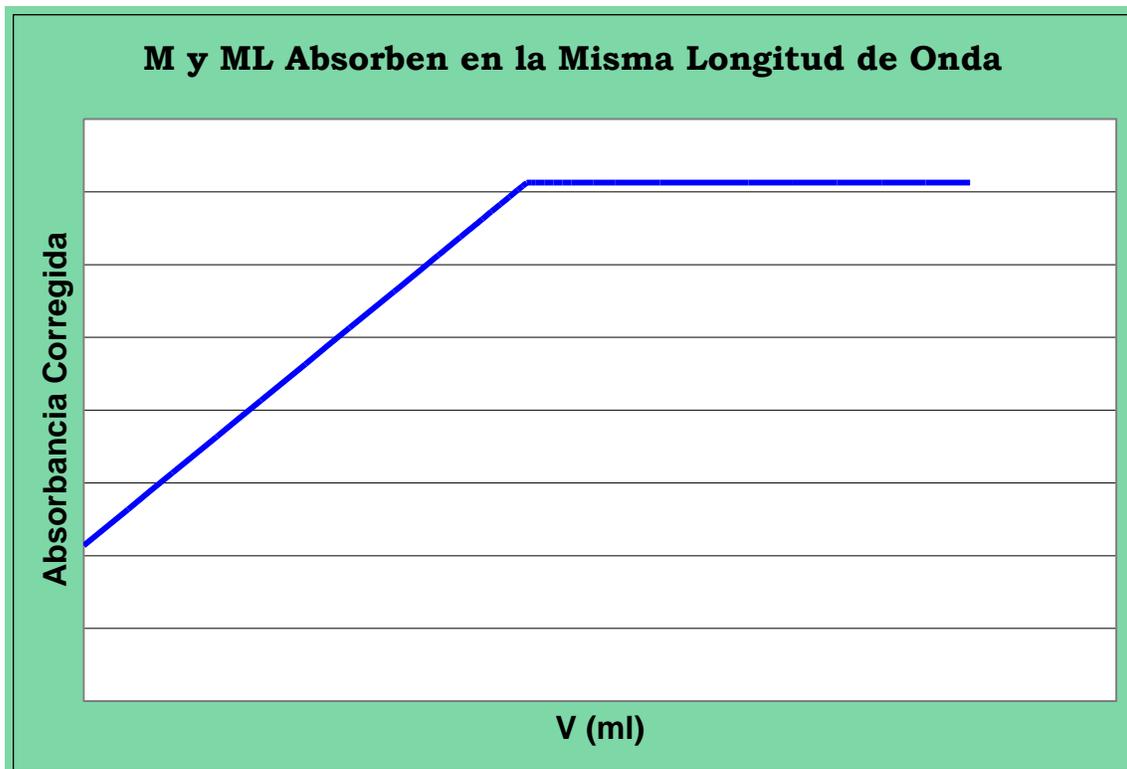
$$A^{650} = \epsilon_{Cu(Ac)_3^-}^{650} b [Cu(Ac)_3^-] + \epsilon_{CuY^{2-}}^{650} b [CuY^{2-}]$$

En donde: A^{650} corresponde a la absorbancia medida (adimensional) a 650 nm, ϵ^{650} es la absorptividad molar a 650 nm para cada especie ($cm^{-1} M^{-1}$), b es la longitud del paso óptico (cm) y [] corresponde a la concentración de equilibrio de cada especie (M).

Al relacionar las concentraciones de $Cu(Ac)_3^-$ y CuY^{2-} a partir de la TVCM, durante la valoración con la absorbancia corregida, definida por: $A_{\text{corr}}^{650} = A^{650} \times \left(\frac{V_0 + V}{V} \right)$, se obtienen las siguientes expresiones, para cada región de la valoración, siempre y cuando la reacción tenga un grado de conversión mayor o igual a 99 %:

$$\begin{aligned} \text{inicio, } V = 0 \text{ (mL)} &\Rightarrow A_{\text{Corr}}^{650} = \epsilon_{\text{Cu}(\text{Ac})_3}^{650} bC_0 \\ \text{ape, } 0 < V = V_{\text{pe}} &\Rightarrow A_{\text{corr}}^{650} = \epsilon_{\text{Cu}(\text{Ac})_3}^{650} bC_0 + \left(\epsilon_{\text{CuY}^{2-}}^{650} - \epsilon_{\text{Cu}(\text{Ac})_3}^{650} \right) \frac{bC_T}{V_0} V \\ \text{pe, } V = V_{\text{pe}} &\Rightarrow A_{\text{corr}}^{650} = \epsilon_{\text{CuY}^{2-}}^{650} bC_0 \\ \text{dpe, } V \geq V_{\text{pe}} &\Rightarrow A_{\text{corr}}^{650} = \epsilon_{\text{CuY}^{2-}}^{650} bC_0 \end{aligned}$$

La curva teórica de valoración $A_{\text{corr}}^{650} = f(V)$ corresponde a funciones lineales y si se cumple que: $\epsilon_{\text{CuY}^{2-}}^{650} > \epsilon_{\text{Cu}(\text{Ac})_3}^{650}$, la curva presentará la siguiente forma,



II.- Ejercicio

El profesor realizará un ejercicio que cumpla con el objetivo de la práctica

III.- Objetivos

El objetivo general de la práctica, consiste en cuantificar el catión metálico Cu^{2+} mediante una valoración con EDTA (a $\text{pH}=5$ y $C_{\text{Ac}^-}=0.5 \text{ M}$) seguida espectrofotométricamente (a una longitud de onda constante).

Objetivos particulares

Determinar a partir de la curva experimental $A_{\text{corr}}^{650} = f(V)$:

- V_{pe} y $(A_{\text{corr}}^{650})_{\text{pe}}$ a partir del tratamiento apropiado de los datos de “ape” y “dpe”
- La concentración inicial de Cu (II)
- El número y las especies (específicas) que absorben a 650 nm
- Si la reacción tiene un grado mayor o igual al 97 %
- Los coeficientes empíricos de absortividad molar: $\epsilon_{\text{CuY}^{2-}}^{650}$, $\epsilon_{\text{Cu}(\text{Ac})_5}^{650}$

IV.- Material, Equipo y Reactivos

Material	Equipo	Reactivos
Una pipeta volumétrica de 10 mL; una pipeta graduada de 5 mL; una pipeta graduada de 1 mL	1 Espectrofotómetro y dos celdas espectrofotométricas	solución problema (proporcionada por el profesor) de cobre (II) en un medio ácido acético/acetato (a pH= 5) de concentración aproximada 0.01 M
4 vasos de precipitados de 50 mL	1 agitador magnético	Solución estandarizada de edta (proporcionada por el profesor) de concentración 0.02 M
1 bureta de 10 mL con soporte y pinzas para la bureta	2 barras magnéticas	Solución "blanco" (proporcionada por el profesor)
1 piseta		

V. Procedimiento Experimental

A). Espectros de Absorción

Más adelante (Gráfico 1) se muestran los espectros de absorción de los sistemas: Cu (II)-Acetato y Cu (II)-EDTA, a pH=5. A partir de los espectros, seleccionar la longitud de 650 nm (λ).

B). Calibración del Espectrofotómetro

Encender el espectrofotómetro y dejarlo encendido al menos 10 minutos antes de utilizarlo. Enseguida, seleccionar en el equipo: $\lambda=650$ nm y calibrarlo a: $A^{650} = 0$, utilizando la solución “blanco”.

C). Valoración del Cu (II) con el EDTA

Medir exactamente 10 mL de la solución de cobre (a pH impuesto de 5.0). Realizar la valoración agregando (mediante una bureta) porciones sucesivas de 0.25 mL de la solución de EDTA, hasta adicionar 10 mL de la solución del valorante.

Durante cada adición de reactivo titulante: esperar un tiempo de agitación suficiente (60 segundos) para que la reacción se desarrolle; enseguida, extraer una alícuota de la solución que se está valorando depositándola en la celda espectrofotométrica y, medir la absorbancia de la solución (en $\lambda=650$ nm); finalmente, regresar la alícuota extraída (que se encuentra en la celda espectrofotométrica) en la solución que se está valorando.

(Nota.- es necesario evitar al máximo las pérdidas de solución durante todo el proceso de valoración).

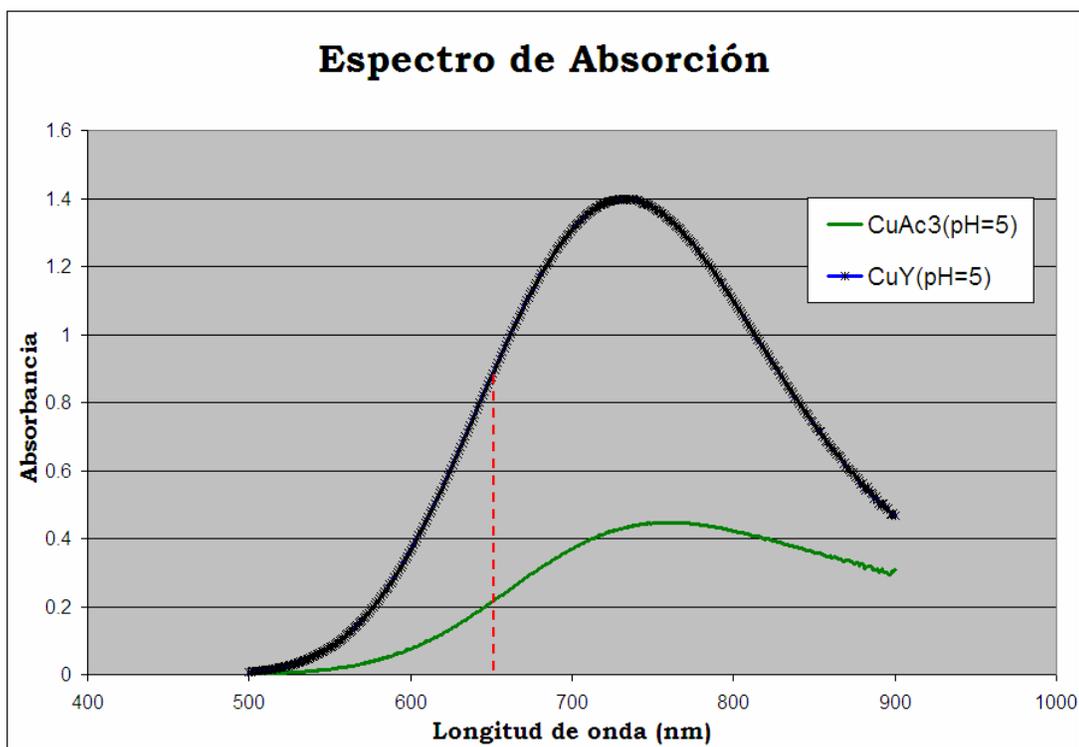


Gráfico 1. Espectros de absorción para una disolución de Cu(II)-"Acetato" y Cu(II)-EDTA

VI. Orientaciones para el tratamiento y disposición de residuos

Tratamiento de residuos: almacenar en un recipiente (debidamente etiquetado) los residuos que contengan cobre.

VII. Tratamiento de datos

Determinar a partir de la curva experimental $A_{\text{corr}}^{650} = f(V)$:

- V_{pe} y $(A_{\text{corr}}^{650})_{\text{pe}}$ a partir del tratamiento apropiado de los datos de "ape" y "dpe"
- La concentración inicial de Cu (II)
- El número y las especies (específicas) que absorben a 650 nm

- Si la reacción tiene un grado mayor o igual al 99 %
- Los coeficientes empíricos de absorptividad molar: $\epsilon_{\text{CuY}^{2-}}^{650}$, $\epsilon_{\text{Cu}(\text{Ac})_3}^{650}$

VIII. Informe (de la Sesión experimental)

Los estudiantes realizarán y entregarán el informe de la práctica 12 (una copia impresa con las preguntas del informe se les entregará al terminar la sesión experimental).

IX. Examen Individual

Los estudiantes realizarán y entregarán un examen que evalúe algún aspecto relevante de la práctica 12 (copia impresa de este examen se les entregará 20 minutos antes de terminar la sesión de laboratorio).

Semana 15

Actividades

Las actividades por realizar en la 15ª semana son las siguientes:

1. Al inicio de la sesión se aplicará el examen de conocimientos previos relativo a la práctica 13.
2. Junto con el profesor se leerá la introducción de la práctica (conceptos) y se resolverá un ejercicio que ilustre el tratamiento de datos de la práctica 13.
3. Los estudiantes pedirán el material y equipo que utilizarán en la sesión experimental y, supervisados por el profesor, realizarán la experimentación de la práctica.
4. Al terminar la sesión experimental, los estudiantes realizarán y entregarán el informe de la práctica 13.
5. Los estudiantes realizarán y entregarán el examen relativo a la práctica 13.

Práctica 13: Reacciones de Oxidorreducción

I. Introducción (conceptos básicos)

Las reacciones químicas en las que los electrones se transfieren de un reactivo a otro se conocen como reacciones de óxido reducción (o redox). Si se adopta el modelo “donador/receptor/partícula”:

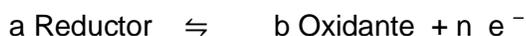


en este caso, la partícula intercambiada es el electrón (e^-). Como consecuencia de esta transferencia de electrones algunos de los números o estados de oxidación de los elementos involucrados cambian.

En una reacción de óxido reducción ocurren dos fenómenos simultáneos, la oxidación y la reducción, y en ellos, intervienen: especies oxidantes y especies reductoras.

La oxidación es un fenómeno en el cual una especie química cede o dona electrones y la reducción es un fenómeno en el cual una especie química acepta o recibe electrones. Por otra parte, un oxidante es una especie química capaz de recibir o aceptar electrones mientras que un reductor es una especie química capaz de ceder o donar electrones.

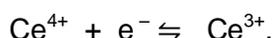
Considerando estas definiciones y, el modelo antes mencionado, específicamente para este fenómeno, quedaría expresado como:



y se le llama semirreacción redox. El par reductor y oxidante también se llama par conjugado. Las semirreacciones se pueden escribir en el sentido de la oxidación:



O bien en el sentido de la reducción



Escribir los electrones en las semirreacciones realmente obedece a razones didácticas del modelo seleccionado, ya que éstos no pueden existir en solución acuosa (aunque si existen en los equilibrios electroquímico de las celdas electroquímicas), sin embargo, al momento de escribir la reacción química redox, es decir considerando la semirreacción de oxidación y la de reducción, los electrones ya no deben aparecer escritos explícitamente.

La semirreacción balanceada tiene asociada la ecuación de la ley de Nernst, que permite relacionar el potencial del sistema con las concentraciones de las especies químicas involucradas en dicha semirreacción:

$$E = E^{\circ} + \frac{0.0592}{n} \log \frac{[Ox]^b}{[Red]^a}$$

Donde: E° corresponde a una constante llamada Potencial normal o estándar y es característica de cada semirreacción, la cual se puede encontrar en la bibliografía y está referida al electrodo estándar de hidrógeno (EEH) cuyo valor de $E^{\circ} = 0.0$.

n = número de electrones que participan en la semirreacción balanceada.

La IUPAC establece que E° es el potencial normal de reducción y éste representa una medida de la tendencia que tiene el oxidante del par a ganar electrones, por lo que se infiere: que a mayor valor de E° el oxidante tiende a ser más fuerte o altamente reactivo, mientras que su reductor conjugado, tiende a ser más débil o poco reactivo.

En una mezcla de oxidantes y reductores, el oxidante más fuerte de un par reacciona espontáneamente con el reductor más fuerte de otro par.

II.- Objetivos

Familiarizar al estudiante con las reacciones de oxidorreducción. Para ello, realizará diversas mezclas en donde ocurrirán reacciones de oxidorreducción las cuales se manifiestan por cambios de color, desprendimiento de gases, etc.

Analizar, mediante las observaciones experimentales, la estabilidad relativa de algunos metales a partir de estas mezclas

Proponer escalas de diferencia de potencial eléctrico, E, que permitan la predicción de las reacciones redox y,

Observar la formación de anfolitos (estables) redox del sistema de vanadio.

III.- Material, Equipo Y Reactivos

Material	Reactivos
1 gradilla	Ácido Nítrico, 5 M
Pinzas para tubo de ensaye y algodón	Ácido Clorhídrico 5 M
16 tubos de ensayo	Sulfato de cobre (II) 0.2 M
1 piseta con agua destilada	Solución de metavanadato de amonio 0.1 M
1 matraz erlenmeyer de 150 mL con tapón de hule	Cinc en polvo
1 vaso de precipitados de 100 mL	Laminilla de cinc
1 vaso de precipitados de 250 mL	Polvo o granalla de cobre
Tapones de hule para tubo de ensaye	

IV. Procedimiento Experimental

A). Reacciones Redox con Metales

- A) 1. Se colocan aproximadamente entre 0.3 y 0.5 g de cinc en polvo (registrar el peso real) en un tubo de ensaye y se le agregan lentamente 5 mL de ácido clorhídrico 5 M. A continuación se observa si hay algún desprendimiento de gas (y el color del mismo).

Anotar sus observaciones en la tabla 1.

Tabla 1. Observaciones de la mezcla de Zn con HCl 5 M

Masa de Zn (g)	Volumen de HCl	Observaciones Cualitativas	
	5 mL	¿Desprende algún gas?, ¿De qué color?	
		¿Cambia de color?	
		¿Desprende calor?	
		¿Aparecen sólidos?	

A) 2. Se pesa una laminilla de cinc, se introduce en un tubo de ensaye y se agregan 2 mL de una solución de sulfato de cobre 0.2 M; se deja reposar durante 20 minutos. Se saca la laminilla se limpia y se pesa nuevamente.

Anotar sus observaciones la tabla 2.

Tabla 2. Observaciones de la mezcla de Zn° con CuSO₄ 0.2 M

Masa inicial de Zn (g)	Volumen de CuSO ₄	Masa final de Zn (g)	Observaciones Cualitativas	
	2 mL		¿Desprende algún gas?, ¿De qué color?	
			¿Cambia de color?	
			¿Desprende calor?	
			¿Aparecen sólidos?	

A) 3. Se colocan entre 0.1 y 0.3 gramos de de cobre en polvo (o granalla) en un tubo de ensaye y se adicionan 2 mL de una solución de ácido nítrico 5 M. El sistema (se tapa con un tapón de algodón) se deja en reposo durante 15 minutos.

Anotar sus observaciones en la tabla 3.

Tabla 3. Observaciones de la mezcla de Cu° con HNO_3 5 M

Masa inicial de Cu (g)	Volumen de HNO_3	Observaciones	
		Cualitativas	
	2 mL	¿Desprende algún gas?,	
		¿De qué color?	
		¿Cambia de color?	
		¿Desprende calor?	
		¿Aparecen sólidos?	

A) 4. Se colocan entre 0.1 y 0.3 gramos de cobre en polvo o granalla en un tubo de ensaye y se adicionan 2 mL de una solución de ácido clorhídrico 5 M. El sistema (se tapa con un tapón de algodón) se deja en reposo durante 15 minutos. A continuación se observa si hay algún desprendimiento de gas (y el color del mismo).

Anotar sus observaciones en la tabla 4.

Tabla 4. Observaciones de la mezcla de Cu° con HCl 5 M

Masa inicial de Cu (g)	Volumen de HCl	Observaciones	
		Cualitativas	
	2 mL	¿Desprende algún gas?, ¿De qué color?	
		¿Cambia de color?	
		¿Desprende calor?	
		¿Aparecen sólidos?	

B). Reacciones Redox de formación de Anfolitos

Colocar en un tubo de ensaye 2 mL de solución de metavanadato de amonio (VO_2^+) y dejarlo reposar en la gradilla.

Por otra parte, en un matraz erlenmeyer de 150 mL se colocan 10 mL de la solución de VO_2^+ , se agrega un poco de polvo de cinc, se tapa el matraz con el tapón de hule, y se agita cuidadosamente hasta la aparición de un color azul (en este momento ya no se debe seguir agitando); a continuación, se decantan 2 mL de esta solución en un segundo tubo de ensaye.

Se vuelve a agitar la solución restante del matraz, hasta la aparición de un color verde, decantándose nuevamente, aproximadamente 2 mL de esta solución en un tercer tubo de ensaye.

Se vuelve a agitar la solución (del matraz) hasta obtener un color violeta y se decantan (o se filtran) aproximadamente otros 2 mL de solución, en un cuarto tubo de ensaye.

Considerando que en solución acuosa las especies de vanadio que pueden existir son:

V^{2+} , V^{3+} , VO^{2+} , VO_2^+ . (Polireceptor, dos anfolitos y polidonador)

Asociar el color observado de cada solución con la especie de vanadio que le corresponda.

Anotar sus observaciones en la tabla 5.

Tabla 5. Observaciones de la mezcla de metavanadato (VO_2^+) con Zn^0

Sistema	Color observado	Especie química asociada al color observado
Solución de VO_2^+		VO_2^+
Solución de VO_2^+ + Zn, después de agitar y decantar		
Solución restante + Zn, después de agitar y decantar		
Solución restante + Zn, después de agitar y decantar		

V. Orientaciones para el tratamiento y disposición de residuos

Seguir las instrucciones de los profesores para realizar el tratamiento de residuos y/o su almacenamiento en recipientes (debidamente etiquetado).

VI. Tratamiento de datos

Con base en el “llenado” de las tablas (respectivas), elaborar en forma experimental la escala de potencial eléctrico, E , con la posición relativa de los pares redox involucrados que permitan explicar las observaciones experimentales.

VII. Informe (de la Sesión experimental)

Los estudiantes realizarán y entregarán el informe de la práctica 13 (una copia impresa con las preguntas del informe se les entregará al terminar la sesión experimental).

VIII. Examen Individual

Los estudiantes realizarán y entregarán un examen que evalúe algún aspecto relevante de la práctica 13 (copia impresa de este examen se les entregará 20 minutos antes de terminar la sesión de laboratorio).

Bibliografía

- [1] Pérez Arévalo José Franco., *Folleto de teoría de QA1 (IQ) para la carrera de Ingeniería Química. FESC-UNAM.*
- [2] Pérez Arévalo José Franco., *Presentaciones de QA1 (IQ) para la carrera de Ingeniería Química. FESC-UNAM.*
- [3] Pérez Arévalo José Franco., *Hojas de cálculo (Excel) de QA1 (IQ) para la carrera de Ingeniería Química. FESC-UNAM.*
- [4] Harris C.D *Análisis Químico Cuantitativo. Ed. Reverté S.A, 2da edición, México 1999*
- [5] Skoog, West, et al *Fundamentos de Química Analítica Ed. Mc Thomson 8va edición, México, 2005.*
- [6] Burriel, Lucena et al *Química Analítica Cualitativa Ed. Thomson Editores 18va edición, España, 2001.*
- [7] Harvey David *Química Analítica Moderna Ed. Mc Graw Hill 1ra edición, España, 2000.*

ÍNDICE

A
Aristóteles,3

