

PRÁCTICA Nº 1

EL LABORATORIO QUÍMICO

Objetivo

Situar e identificar los aparatos y el material general y específico del laboratorio de análisis químico asociándolo a su correcto uso.

Fundamento

Sólo el conocimiento de los materiales y reactivos utilizados en el laboratorio puede asegurar las buenas prácticas en el laboratorio.

Material

EQUIPOS:

- **Generales:**
 - Seguridad
 - Uso común
- **Específicos:**

MATERIAL:

- **General**
- **Específico**

Reactivos

Cualquier tipo de reactivo con etiqueta de identificación.

Procedimientos

- Observación de la ubicación de todos los equipos del laboratorio.
 - Descripción general.
 - Uso.
 - Limpieza.
 - Mantenimiento y conservación.
- Observación de la ubicación del material del laboratorio.
 - Descripción general.
 - Uso.
 - Limpieza.
 - Mantenimiento y conservación.
- Observación de la ubicación de los reactivos en el laboratorio.
- Obtención de toda la información de la etiqueta de un reactivo.
 - Nombre y fórmula.
 - Concentración o pureza.
 - Impurezas.
 - Propiedades físico-químicas.
 - Pictogramas de peligrosidad.
 - Frases R.
 - Frases S.
 - Observaciones.

Test tubes with rim, medium wall

Simax Borosilicate Glass

Catalogue Number **7830**

d MM	L MM	WALL MM	PACK CONTENT	PRICE PER PACK
10	75	1.0	100	£16.20
10	100	1.0	100	£16.20
12	75	1.0	100	£16.20
12	100	1.0	100	£16.20
16	100	1.0	100	£20.00
16	125	1.2	100	£20.00
16	150	1.2	100	£20.00
18	150	1.2	100	£20.00
24	150	1.2	50	£14.50

Test tubes without rim, medium wall

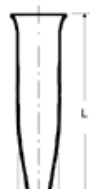
Simax Borosilicate Glass

Catalogue Number **3840**

d MM	L MM	WALL MM	PACK CONTENT	PRICE PER PACK
10	75	1.0	100	£12.90
12	75	1.0	100	£13.40
12	100	1.0	100	£15.00
16	125	1.0	100	£20.00
16	150	1.2	100	£20.00
24	150	1.2	50	£13.70

Test tubes with conical bottom, with rim

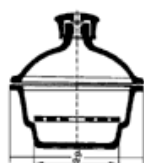
Simax Borosilicate Glass

Catalogue Number **3821**

d MM	L MM	WALL MM	PACK CONTENT	PRICE PER PACK
14	100	1.5	50	£18.00
14	120	1.5	50	£18.00
15	80	1.2	50	£18.00
15	105	1.2	50	£18.00
16	100	1.8	50	£20.00
16	120	1.8	50	£20.00
17	120	1.2	50	£20.00

Desiccators, knob lid with perforated zinc disc

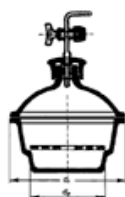
Simax Borosilicate Glass

Catalogue Number **262 D**
(formerly **2117**)

DIAMETER	PACK CONTENT
100 mm	1
150 mm	1
200 mm	1
250 mm	1
300 mm	1

Desiccators, vacuum with stopcock and perforated zinc disc

Simax Borosilicate Glass

Catalogue Number **262 D/K**
(formerly **2119**)

DIAMETER	PACK CONTENT
100 mm	1
150 mm	1
200 mm	1
250 mm	1
300 mm	1



PRÁCTICA Nº 2

MEDIDA DE MASAS

Objetivo

Aprender a realizar correctamente la operación de la medida de la masa, medida crítica respecto del resultado del análisis.

Fundamento

La exactitud de la medida va a depender de la precisión requerida en el análisis. La mayoría de los métodos analíticos clásicos tienen una precisión máxima del 1‰. Así para una masa de 0,1 g debemos poder apreciar hasta 0,1 mg. Por tanto, y como norma general, en la balanza analítica solo se deben pesar:

- Muestras para el análisis cuantitativo.
- Productos del análisis gravimétrico.
- Patrones para volumetrías (tipo primario) y para curvas de calibrado.

En el resto de los casos, la medida de la masa se hará en granatarios.

Material

- Balanza analítica.
- Balanza de precisión y/o granatario.
- Vasos de precipitados.
- Frascos de reactivos.

Reactivos

Los necesarios para poder preparar las disoluciones según la práctica Nº 4.

Procedimientos

Uso de la balanza analítica:

Se dan las normas para el uso de una balanza analítica. En la medida de lo posible, también se utilizarán para el resto de balanzas:

1. Por ser un instrumento delicado, el alumno es el responsable de su correcta utilización y conservación.
2. Si posee caja-vitrina esta debe permanecer cerrada el mayor tiempo posible y cualquier medición exige el cierre de la misma.
3. Al ser electrónicas, debe esperarse su “calentamiento” hasta el valor cero en pantalla. Si no es así, pulsar la tecla de “rezero” si existe.
4. El objeto a pesar debe situarse en el centro del platillo para evitar vibraciones.
5. Para pesar un objeto, este debe estar limpio, seco y a la temperatura ambiente.
6. La pesada debe efectuarse con rapidez, a fin de evitar la humedad y otras reacciones parásitas de la sustancia a pesar con la atmósfera.
7. Las sustancias sólo pueden pesarse en objetos destinados a este fin, papel satinado/aluminio, vidrios de reloj, cápsulas y pesasustancias.
8. Mira la sensibilidad de la balanza y utiliza sólo la adecuada.
9. Mira la capacidad de carga. El peso del pesasustancias y de la sustancia a pesar nunca puede ser superior a esta.
10. Cuando se va a pesar por diferencia de pesada, el tarado deber realizarse en las mismas condiciones que la posterior pesada, y anotar su valor en el cuaderno.
11. Cuando se va a determinar el peso de una sustancia, se coloca el pesasustancias, se pulsa la tecla “tara” y se espera la aparición del cero en la pantalla. Posteriormente se deposita la sustancia a pesar y se anota el valor obtenido en la pantalla.
12. Cuando se va a pesar una cantidad predeterminada de sustancia, se tara el pesasustancias según el punto 11 y posteriormente se añade la sustancia, poco a poco, hasta alcanzar el valor deseado. En el caso de pasarse, es preferible repetir la operación que

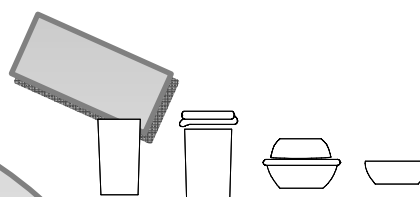
intentar retirar material del pesasustancias.

13. La balanza en general, y el plato especialmente deben quedar perfectamente limpios. Si hubiera caído algún material en él (la pesada no es válida) debe ser retirado con el pincel adecuado y cuando la balanza está en reposo. (“disparada”).
14. Deja la balanza en posición de reposo y no la apague hasta que sepas que no se va a utilizar más en una sesión de trabajo.

Nota:

Al comienzo de cada día, o al menos una vez por semana, es aconsejable calibrar todas las balanzas que se utilicen. De cualquier forma, el primero que encienda una balanza analítica efectuará una pesada de control con la pesa de 100 g y lo anotará en el registro al efecto.

Se pesarán los reactivos necesarios para la preparación de las disoluciones según la práctica N° 4.



Calibrados:

- Calibrado de las balanzas analíticas (según indicaciones del fabricante).

PRÁCTICA N° 3

MEDIDA DE VOLÚMENES

Objetivo

Aprender a realizar correctamente la operación de la medida del volumen, medida crítica respecto del resultado del análisis.

Fundamento

La exactitud de la medida va a depender de la precisión requerida en el análisis, La mayoría de los métodos analíticos clásicos tienen una precisión máxima del 1^o/100. Así para un volumen de 100 ml debemos apreciar 0,1ml.

Debemos utilizar los matraces volumétricos (aforados) exclusivamente para preparar las disoluciones patrones y sus diluciones que no necesiten normalización, aquellas cuya concentración analítica resulte crítica y las disoluciones de la muestra analítica y sus diluciones.

Las pipetas aforadas y de doble aforo se usarán exclusivamente para la medida de muestras líquidas en el análisis cuantitativo, para los reactivos cuya concentración analítica resulte crítica, y para efectuar las medidas de dichas disoluciones cuando se requiera la dilución.

Las buretas se usarán exclusivamente para la medida del volumen durante las titulaciones.

En el resto de los casos, la medida de volúmenes se realizará, mediante probetas y pipetas graduadas según el volumen requerido.

Material

- Balanza analítica.
- Matraces volumétricos.
- Buretas.
- Pipetas.
- Probetas.
- Vasos de precipitados.
- Frascos de reactivos.

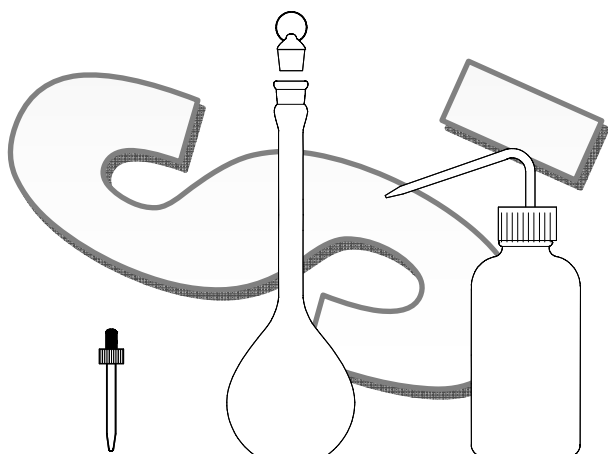
Reactivos

Los necesarios para poder preparar las disoluciones según la práctica N°4.

Procedimientos

Uso de matraces volumétricos:

1. El volumen exacto medido es el volumen contenido, por tanto se utilizan exclusivamente para preparar las disoluciones patrón y de la muestra y sus diluciones.
2. El matraz a utilizar debe enjuagarse varias veces con el disolvente a utilizar (generalmente agua destilada).
3. El sólido no debe añadirse como tal. Debe estar disuelto y ser arrastrado hasta dilución infinita.
4. Los líquidos pueden trasvasarse directamente de la pipeta al matraz, salvo si dan reacciones exotérmicas (como en el caso del ácido sulfúrico) que calienten el matraz.
5. Debe enrasarse mediante frasco lavador, salvo las últimas gotas que deben añadirse mediante cuentagotas (o pipeta).
6. Debe agitarse el contenido después de cada adición, y cuando está enrasado, tapar e invertir reiteradas veces hasta completa homogeneización.
7. Puesto en una superficie plana al menos durante 30 s, comprobar la ausencia de burbujas y nuevamente el enrase.
8. Debe trasvasarse a un frasco lo más rápido posible su contenido, sobre todo con disoluciones que ataquen el vidrio.
9. Lava el matraz, enjuágalo primero con agua reiteradas veces y después con agua destilada.
10. Sécalo invertido en el escurridor y al aire, **nunca en estufa** para evitar calentamientos.



Nota:

Se medirán los volúmenes necesarios para la preparación de las disoluciones según la práctica N° 4.

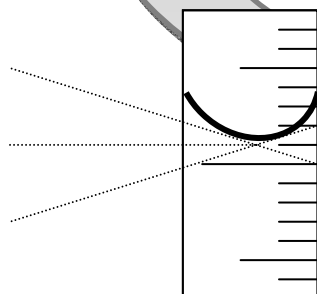
Uso de pipetas:

1. Una pipeta de vertido, está calibrada para verter el volumen indicado, y por tanto si está limpia como debe, no debe soplar, agitarse ni sacudirse, para que caiga la última gota.
2. Como norma general **nunca se succiona con la boca** sino con pera o aparato similar.
3. Debe enjuagarse con pequeñas cantidades del líquido a medir, haciéndola girar en posición horizontal para que moje toda la superficie interna, incluido el vástago por encima del enrase.
4. Succiona el líquido (de un vaso y nunca del frasco original o de concentración exacta), en posición vertical y siempre sumergido hasta el fondo para evitar la aspiración de aire hasta una altura superior al enrase.
5. Enrasa en posición vertical dejando salir el líquido libremente de nuevo en el vaso utilizado. Se no se ha usado pera, el cierre y apertura de la boca debe hacerse con el dedo índice y la pipeta siempre se sujeta con los dedos anular, corazón y pulgar.
6. El trasvase debe hacerse en posición vertical, dejando fluir totalmente el líquido (salvo casos de pipetas de doble aforo, que debe quedar enrasada en el aforo próximo a la punta y en las graduadas que se debe verter el volumen requerido).
7. Después de su uso, debe lavarse perfectamente, enjuagar reiteradas veces con agua y por último con agua destilada.
8. Seca al aire en el pipetero y **nunca en estufa**.

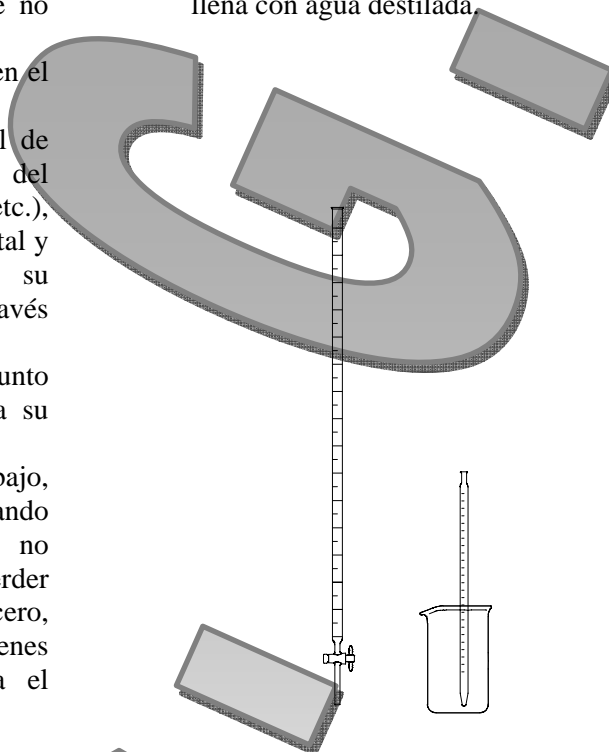
Uso de buretas:

1. Una bureta mide volúmenes vertidos entre dos posiciones de su graduación y

- por tanto, sólo se debe usar en titulaciones.
- Comprueba que la bureta está limpia, que la llave gira perfectamente, que no se rompe la película de líquido al abrir, que se puede utilizar gota a gota y que no forma burbujas.
 - Llena con agua destilada, y vertical en el soporte comprueba su estanqueidad.
 - Lava 2 o tres veces con unos 5 ml de disolución valorante directamente del frasco (sin embudos, vasos, etc.), colocándola casi en posición horizontal y girando hasta mojar totalmente su superficie interior, para verter a través del pico.
 - Llena la bureta hasta un punto ligeramente superior al cero y seca su exterior.
 - Ajusta a la marca cero o por debajo, teniendo en cuenta el menisco y evitando el **error de paralaje**. Aunque no consensuado, parece preferible no perder tiempo empeñándose en enrasar a cero, sobre todo, si te has pasado o tienes varias fases de valoración. Anota el volumen inicial en el cuaderno.



- El volumen vertido será la diferencia entre el volumen final y el inicial.
- Lava, enjuaga con agua varias veces y por último con agua destilada.
- Caso de no tener que guardarse se deja llena con agua destilada.



Calibrados:

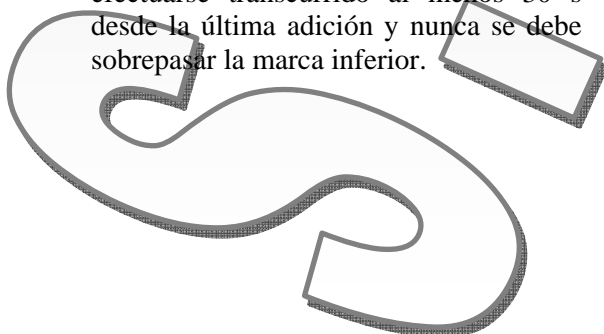
Efectuar el:

- Calibrado de una pipeta por pesada.
- Calibrado de una bureta por pesada.
- Calibrado de un matraz aforado por pesada.

Notas:

Para el agua: $D^{20^{\circ}\text{C}} = 0,998203$
(1 l = 1000,028 cm³)

- La lectura final, como la inicial, y debe efectuarse transcurrido al menos 30 s desde la última adición y nunca se debe sobrepasar la marca inferior.

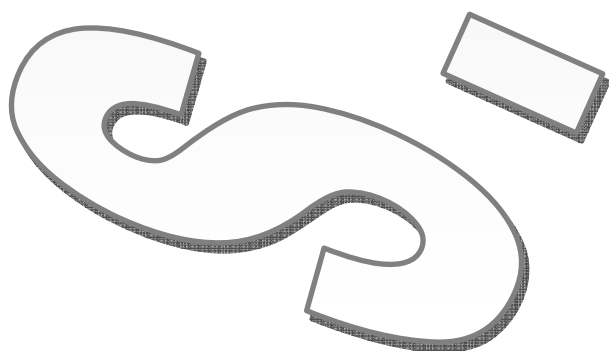


Density of water

Temperature (°C)	Density of water (g/cm ³)	Volume of 1 g of water (cm ³)	
		At temperature shown [†]	Corrected to 20°C [‡]
0	0.999 842 5	—	—
4	975 0	—	—
5	966 8	—	—
10	702 6	1.001 4	1.001 5
11	608 4	1.001 5	1.001 6
12	500 4	1.001 6	1.001 7
13	380 1	1.001 7	1.001 8
14	247 4	1.001 8	1.001 9
15	102 6	1.002 0	1.002 0
16	0.998 946 0	1.002 1	1.002 1
17	777 9	1.002 3	1.002 3
18	598 6	1.002 5	1.002 5
19	408 2	1.002 7	1.002 7
20	207 1	1.002 9	1.002 9
21	0.997 995 5	1.003 1	1.003 1
22	773 5	1.003 3	1.003 3
23	541 5	1.003 5	1.003 5
24	299 5	1.003 8	1.003 8
25	047 9	1.004 0	1.004 0
26	0.996 786 7	1.004 3	1.004 2
27	516 2	1.004 6	1.004 5
28	236 5	1.004 8	1.004 7
29	0.995 947 8	1.005 1	1.005 0
30	650 2	1.005 4	1.005 3
35	0.994 034 9	—	—
37	0.993 331 6	—	—
40	0.992 218 7	—	—
100	0.958 366 5	—	—

[†] Corrected for buoyancy with Equation 2-2, using 0.001 2 g/mL air density and density of weights = 8.0 g/mL.

[‡] Corrected for expansion of borosilicate glass (0.001 0% per degree Celsius).



PRÁCTICA Nº 4

PREPARACIÓN DE DISOLUCIONES

Objetivo

Aprender a preparar correctamente las disoluciones de concentración predeterminada en las formas de expresión de la concentración usuales en el análisis químico.

Fundamento

Al ser una disolución analítica la dispersión de un soluto (sólido, líquido y a veces gas) en un disolvente (líquido y generalmente agua destilada), para prepararlas bastaría con hacer los cálculos previos, medir la masa o volumen del soluto, el volumen del disolvente y efectuar la disolución.

Parece obvio, que no todas las disoluciones requieren la misma exactitud, ni por tanto el mismo tipo de balanza o de material volumétrico para su preparación.

Se deben utilizar balanzas normales y granatarios para la medida de la masa, y probetas y pipetas graduadas para la medida de volúmenes, en la preparación de las disoluciones cuya concentración se expresa en términos de:

- g/l.
- % peso.
- % volumen.
- Relación soluto: disolvente.
- Molaridad aproximada.
- Normalidad aproximada (que necesita factorización o titulación).

Se utilizará la balanza analítica, las pipetas aforadas y los matraces volumétricos para preparar las disoluciones de las muestras analíticas y patrones, así como sus diluciones, y aquellas cuya concentración sea crítica y se exprese como:

- Molaridad exacta.
- Normalidad exacta.
- p.p.mil.
- p.p.m.

Aunque en análisis cualitativo no existe ninguna concentración crítica y podríamos utilizar concentraciones aproximadas, a efectos solo de **prácticas docentes** preparamos de forma rigurosa las expresadas en términos de molaridad.

Material

- Balanza analítica.
- Balanza de precisión.
- Granatario.
- Pipetas.
- Probetas.
- Matraces volumétricos.
- Frascos de reactivos.
- Vasos de precipitados.
- Pesasustancias.
- Agitador.
- Espátula.
- Cuentagotas.
- Frasco lavador.
- Etiquetas / rotulador vitrográfico.

Reactivos

- Ácido acético.
- Ácido clorhídrico.
- Ácido nítrico.
- Ácido sulfúrico.
- Agua oxigenada.
- Amoníaco.
- Bromuro de potasio.
- Carbonato sódico.
- Cloruro de bario.
- Cobaltinitrito sódico.
- Etilendiaminotetraacetato disódico.
- Ferrocianuro potásico.
- Fosfato disódico.
- Hidrógenooxalato sódico.
- Hidróxido sódico.
- Hidróxido de bario.
- Molibdato amónico.
- Nitrato de amonio.
- Oxalato amónico.
- Permanganato de potasio.
- Sulfato amónico.
- Sulfocianuro potásico.
- Brucina.
- Cuprón.
- Etanol.
- Fluoresceína.
- Reactivo de Nessler.

Procedimiento

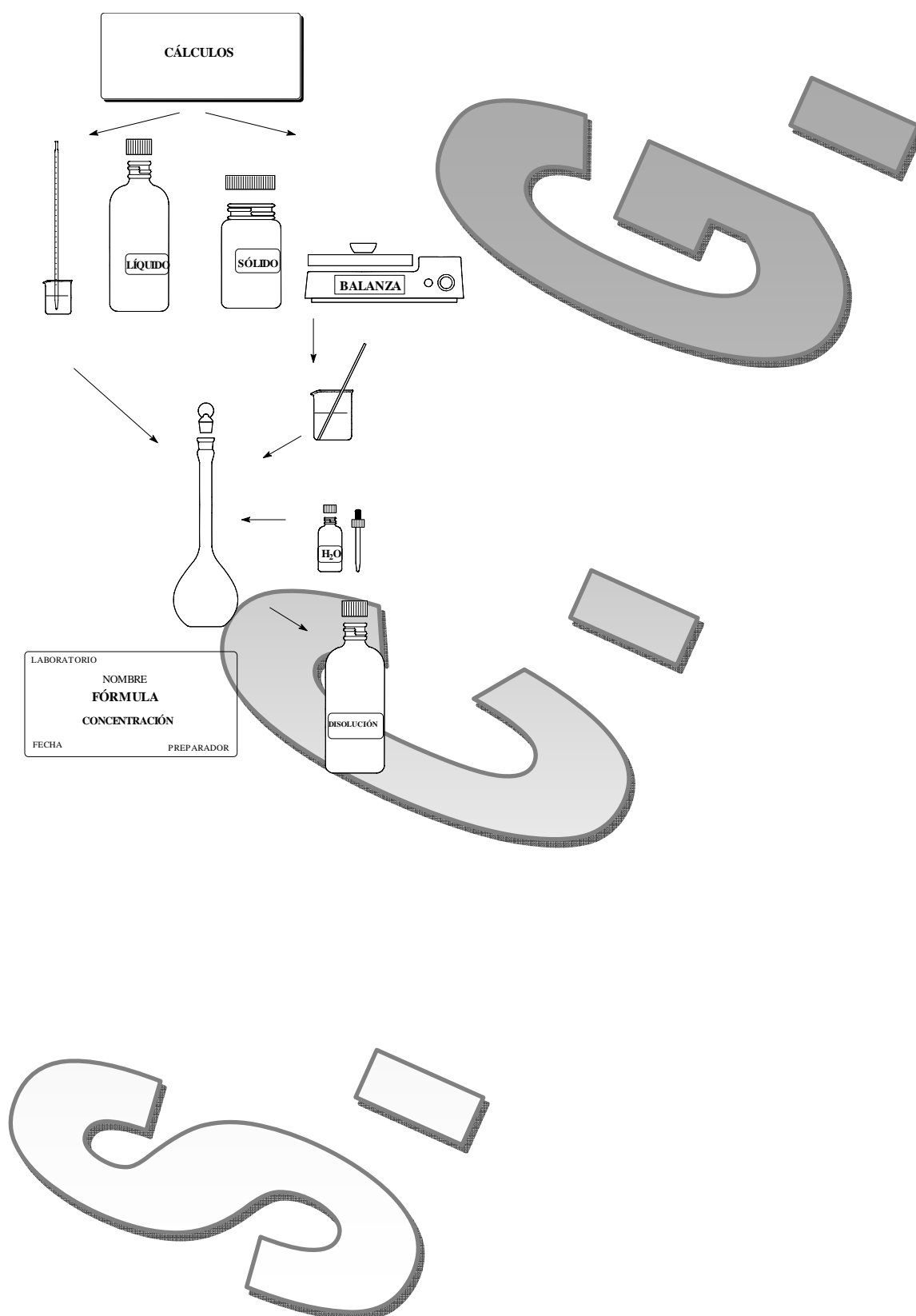
Se dan los pasos generales para preparar una disolución de concentración exacta. El alumno debe utilizar alternativas rápidas cuando la precisión requerida sea menor.

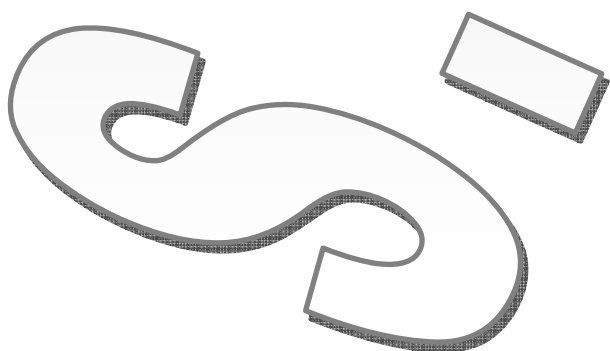
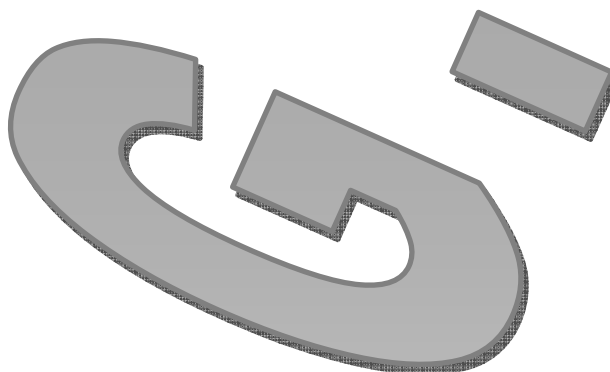
1. Realización de los cálculos.
2. Mide el soluto (en balanza si es sólido o con pipeta si es un líquido).
3. Trasvasa el soluto (si es un sólido se lava el pesasustancias con agua destilada y llevar las aguas de lavado al vaso) a un vaso que contiene unos 2/3 de agua destilada del volumen a emplear, en el caso de que el disolvente sea agua. Los líquidos usuales se pueden trasegar directamente salvo el ácido sulfúrico.
4. Disuelve perfectamente el soluto en el vaso.

5. Trasvasa al matraz aforado el contenido del vaso.
6. Enjuaga con pequeñas porciones de agua destilada el vaso y trasvásalas al matraz aforado.
7. Llena con agua destilada utilizando el frasco lavador el matraz aforado hasta un volumen próximo al enrase, pero nunca llegues a él.
8. Enrasa con ayuda de un cuentagotas.
9. Invierte, con el tapón puesto, reiteradas veces hasta homogeneización completa.
10. Elimina las posibles burbujas de aire y volver a enrasar si fuera necesario.
11. Trasvasa al frasco de reactivo adecuado que debe estar perfectamente limpio y seco. Si no, debe ser enjuagado reiteradas veces con porciones de disolución a trasvasar.
12. Etiqueta el frasco de reactivo, con al menos, nombre, fórmula, concentración, fecha de preparación y preparador.

Prepara:

V(ml)	Reactivo	C
250	Na ₂ CO ₃	0,5 M
100	HNO ₃	2 M
100	H ₂ O ₂	3 %
100	NH ₄ NO ₃	1 M
250	HCl	2 M
100	(NH ₄) ₂ SO ₄	s.s.
500	HCl	1:1
100	HNO ₃	1:1
100	HNO ₃	1:5
100	KSCN	1 M
100	(NH ₄) ₂ C ₂ O ₄	s.s.
100	K ₄ Fe(CN) ₆	0,25 M
100	NaOH	2 M
100	HAc	2 M
100	NH ₄ OH	2 M
100	H ₂ SO ₄	1 M
100	Na ₃ PO ₄	1 M
50	KHC ₂ O ₄	s.s.
50	(NH ₄) ₂ MoO ₄	15 %
50	Na ₂ -EDTA	5 %
50	BaCl ₂	0,5 M
25	KBr	1M
50	Ba(OH) ₂	s.s.
25	Cuprón	5% (etanol)
25	Fluoresceína	50 % (etanol)





PRÁCTICA Nº 5

ANÁLISIS DE CATIONES

Objetivo

Aprender a realizar correctamente las operaciones básicas de reacción (precipitación, neutralización, redox y formación de complejos), decantación, centrifugación, redisolución, etc., mediante la realización de una marcha analítica de cationes simplificada para la identificación de los mismos.

Fundamento

La identificación de los cationes presentes en una muestra en la actualidad no se realiza mediante técnicas clásicas (marcha analítica) sino mediante técnicas instrumentales que en general son más rápidas, más selectivas y sobre todo más sensibles.

No obstante se sigue realizando más que nada en prácticas docentes porque permite el desarrollo de gran variedad de operaciones básicas, y habitúa al alumno al trabajo en el laboratorio con la adquisición de las destrezas necesarias.

En el caso que nos ocupa, sólo se trabajarán aquellos cationes de una muestra elegida: K^+ , NH_4^+ , Ca^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Cu^{2+} y Co^{2+} .

Material

- Vasos de precipitados.
- Tubos de ensayo.
- Pinzas de tubo de ensayo.
- Vidrio de reloj.
- Placa de toques
- Cuentagotas.
- Varilla agitadora
- Espátula
- Baño de agua y/o arena.
- Tubos de centrífuga.
- Papel de filtro y de pH.
- Centrifugadora.

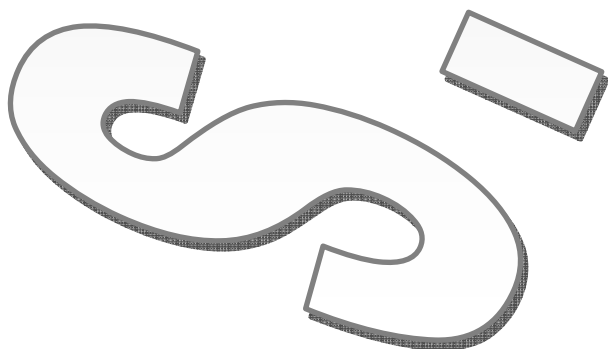
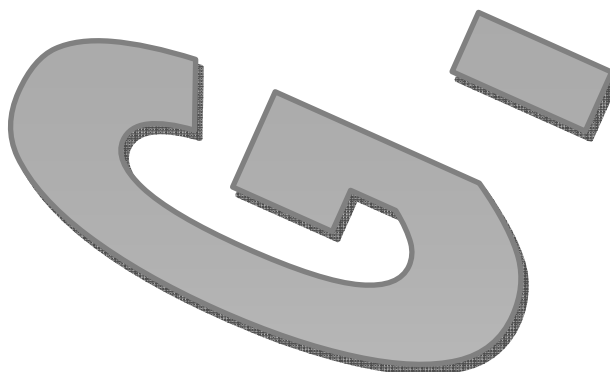
Reactivos

- | | | | |
|--------------------------|--------------------|-----------------------|--------------------------|
| • HNO_3 2 M | • NaOH 2 M | • HCl 1:1 | • $(NH_4)_2C_2O_4$ 0,5 M |
| • Na_2CO_3 0,5 M | • Na_2CO_3 (s) | • HAc c.c. | • cobaltinitro sódico |
| • HNO_3 c.c | • NH_4NO_3 (s) | • HNO_3 2 M | • H_2O_2 al 3 % |
| • NH_4NO_3 1 M | • HCl 2 M | • cuprón | • $(NH_4)_2SO_4$ s.s. |
| • $(NH_4)_2C_2O_4$ s.s. | • Reactivo Nessler | • NH_4OH c.c. | • NH_4OH 1:1 |
| • $K_3[Fe(CN)_6]$ 0,25 M | • KSCN 0,5 M | • Na_2HPO_4 1 M | • HAc 2 M |
| • NH_4OH 2 M | • KHC_2O_4 s.s. | • Na_2 -EDTA al 5 % | |

Procedimiento

1. En un vaso de precipitados pequeño, toma unos 5 ml del problema preparado (disolución obtenida en la práctica N° 6).
2. Observación de la muestra:
 - Aspecto (transparente, turbio, con precipitado, etc.)
 - Color.
 - Olor (Si existe amoníaco libre debe ser expulsado por ebullición prolongada).
3. Reacción (ácida o alcalina al papel pH. Si es ácida continuar, si no, acidular con ácido nítrico 2 M y hervir unos minutos, diluyendo o concentrando al volumen inicial).
4. Identificación del amonio: En un tubo de ensayo se añaden 6 gotas del problema original y diez de sosa 2 M (el problema debe quedar fuertemente alcalino). Se calienta suavemente. Si existe amonio, se desprende amoníaco gaseoso que se identifica por su olor, por colorear una gota suspendida en una varilla de vidrio de reactivo de Nessler, y por virar a alcalino el papel pH humedecido.
5. Precipitación con carbonato sódico: Se añade poco a poco y agitando carbonato sódico 0,5 M hasta reacción alcalina (si en la primera adición existe efervescencia, por ser muy ácida la disolución, se añade la sal sólida hasta proximidad de neutralización para posteriormente añadirlo en forma de disolución). Se añade hasta reacción alcalina y 3 ml de exceso para hervir durante unos 10 minutos. En el caso de tener amonio, se formará amoníaco libre, identificable por su olor, que debe ser eliminado por ebullición prolongada, reponiendo el carbonato sódico eliminado.
6. Se centrifuga el precipitado y se lava dos veces con agua caliente. La disolución y aguas de lavado se llevan a un tubo de ensayo que se rotula como "Grupo I". El precipitado lavado y lo más seco posible (tira de papel de filtro y baño maría), se rotula como "Grupo II y siguientes".
7. Identificación del potasio: En un tubo de ensayo se toman 6 gotas de la disolución del grupo I y se acidula con ácido acético. En otro tubo de ensayo se disuelve una punta de espátula de cobaltinitro sódico en agua. Añade esta disolución sobre la primera. En caso de existir potasio debe aparecer un precipitado amarillo debido al cobaltinitrito potásico o al cobaltinitrito de sodio y potasio.
8. El precipitado rotulado como grupo II y siguientes se trata con 20 gotas de ácido nítrico c.e., llevándolo casi a sequedad por ebullición. Se diluye con 1 ml de agua con un poco de nitrato de amonio y gotas de ácido nítrico 2 M, dejando al baño maría durante cinco minutos. Si aparece un precipitado pardo rojizo o negro debe añadirse mientras está en el baño de agua unas gotas de peróxido de hidrógeno al 3 %.
9. Se centrifuga y se lava con agua caliente dos veces con 1 ml a la que se añaden gotas de nitrato amónico 1 M. La disolución y el agua del primer lavado se pasan a tubo de ensayo donde se rotula como "Grupo III y siguientes".
10. La disolución rotulada como grupo III y siguientes se trata con ácido clorhídrico 2 M y agitación hasta precipitación completa. Se calienta suavemente y se deja enfriar.
11. Se centrifuga y el líquido se reserva en tubo de ensayo como "Grupo IV y siguientes".
12. Al líquido rotulado como grupo IV y siguientes se le añaden 10 gotas de sulfato de amonio s.s., se calienta a ebullición a la llama y se deja en baño de agua al menos durante 5 minutos (el calcio puede no precipitar). Se centrifuga y el líquido se reserva rotulándolo como "Grupo V y siguientes".
13. Identificación del calcio: El precipitado obtenido se lava con $\frac{1}{2}$ ml de agua con gotas de sulfato amónico, para posteriormente tratar de forma intensa con 1 mL de agua fría (a veces es necesario reiterar la extracción) para centrifugar posteriormente. El líquido obtenido se alcaliniza con gotas de amoníaco y se añade cinco gotas de s.s. de oxalato amónico y se calienta. De existir, al enfriar debe aparecer un precipitado blanco de oxalato cálcico.
14. Al líquido rotulado como grupo V y siguientes, se le añade alrededor de $\frac{1}{2}$ g de nitrato de amonio sólido, y después poco a poco y agitando, disolución de

- amoniaco, hasta olor persistente del mismo más 5 gotas de exceso. Se calienta al baño de agua no más de 2 minutos y se centrifuga, reservando el líquido en un tubo de ensayo rotulado como "Grupo VI".
15. El precipitado, se redisuelve en la menor cantidad posible de ácido clorhídrico 2 M, y con nitrato amónico y amoniaco se vuelve a reprecipitar. Se centrifuga aún caliente, añadiendo el líquido a tubo del grupo VI.
16. El precipitado se lava con agua caliente a la que se añade una gota de amoniaco diluido. Una vez lavado, el precipitado se trata con 3 ml de ácido clorhídrico 2 M calentando para ayudar en la disolución.
17. Identificación del hierro: A dos gotas de la disolución clorhídrica en sendos senos de una placa de ensayos, se le añade a una, 1 gota de ferrocianuro potásico 0,25 M, y a la otra 3 gotas de sulfocianuro potásico 0,5 M. De existir ion férrico, deben aparecer un precipitado azul oscuro (azul prusia) de ferrocianuro de hierro y color rojo oscuro del complejo de tiociano de hierro (III).
18. Identificación del manganeso: Se sospecha su existencia, si existe un enturbiamiento pardo y paulatino de la disolución de los complejos aminados (Grupo VI). Se toman de dicha disolución 2 gotas y se añade una de peróxido de hidrógeno al 3 % para calentar suavemente. Si forma precipitado, o ya apareció con el tiempo, la reacción se considera positiva y debe ser totalmente eliminado por el mismo sistema. Centrifugar para separar el líquido que contiene el resto de los complejos aminados del precipitado. El precipitado se trata (sin agitar) con $\frac{1}{2}$ ml de de oxalato ácido de potasio s.s. Si lentamente el precipitado se va disolviendo dando un color rosa o violáceo se confirma la presencia de manganeso.
19. Identificación de cobre: El color azul intenso de la disolución amoniacal al formarse es más que suficiente pues evidencia la presencia del complejo diamina cobre (II). Para confirmarlo se toma una tira de papel de filtro a la que se añade 1 gota de cuprón (- benzoinoxima en solución etanólica al 5 %) y encima otra gota de la solución amoniacal. Si existe cobre, se origina un complejo quelato de color verde claro sobre el papel.
20. Identificación del cobalto: A 5 gotas de la disolución amoniacal se le añaden 10 gotas de EDTA sódico al 5 % y dos de peróxido de hidrógeno al 3 %. Se calienta al baño de agua durante unos minutos. Caso de existir cobalto, se va formando un color azul, que lentamente, vira a violeta.
21. Identificación de calcio: La identificación del calcio conlleva la precipitación de parte de la disolución amoniacal con fosfato sódico, por lo que también puede precipitar el magnesio de existir y el calcio no precipitado en el grupo IV. A $\frac{1}{2}$ ml de la disolución amoniacal se le añade 5 gotas de fosfato disódico 1 M, agitando vigorosamente y rascando las paredes del tubo de ensayo con una varilla de vidrio hasta precipitación. Centrifuga, desprecia el líquido y lava el precipitado con $\frac{1}{2}$ ml de agua con dos gotas de amoniaco 2 M. Se disuelve posteriormente en $\frac{1}{2}$ ml de ácido acético 2 M, calentando si fuera necesario. El posible residuo insoluble (exceso de precipitado) se puede despreciar.
22. A cinco gotas de la disolución amoniacal puesta en medio acético, se vuelve a investigar el calcio por adición de oxalato amónico 0,5 M y calentando en baño de agua, con la formación de la turbidez o precipitado blanco de oxalato de calcio.
23. Haz el esquema analítico de separación e identificación con la formulación de todas las reacciones implicadas.



PRÁCTICA Nº 6

ANÁLISIS DE ANIONES

Objetivo

Aprender a realizar correctamente las operaciones básicas de reacción (precipitación, neutralización, redox y formación de complejos), decantación, centrifugación, redisolución, etc., mediante la realización de diferentes ensayos de identificación directa de aniones.

Fundamento

La identificación de los aniones presentes en una muestra en la actualidad se realiza tanto mediante técnicas clásicas (vía húmeda), como mediante técnicas instrumentales que en general son más utilizadas por sus características inherentes.

Nosotros las haremos más que nada porque permite el desarrollo de gran variedad de operaciones básicas y hábitos en el laboratorio, además de la adquisición de la destreza necesaria.

En el caso que nos ocupa, sólo se trabajarán aquellos aniones que en la muestra elegida son: fosfato, carbonato, sulfato, cloruro y nitrato.

Material

- Vasos de precipitados.
- Tubos de ensayo.
- Pinzas de tubo de ensayo.
- Vidrio de reloj.
- Placa de toques
- Cuentagotas.
- Varilla agitadora
- Espátula
- Baño de agua y/o arena.
- Tubos de centrifuga.
- Papel de filtro y de pH.
- Centrifugadora.

Reactivos

- Na_2CO_3 0,5 M
- HAc c.c
- HNO_3 c.c
- NH_4NO_3 (s)
- Reactivo nítrico-molíbico*
- NH_4Cl
- BaCl_2 0,5 M
- H_2SO_4 1 M
- HCl c.c
- HCl 2 M
- KMnO_4
- Fluoresceína
- KBr 1 M
- AgNO_3
- NH_4OH c.c.
- Brucina
- H_2SO_4 c.c.
- H_2SO_4 1:1
- etanol
- $\text{Ba}(\text{OH})_2$ (s.s.)

* El reactivo nítrico-molíbico es preferible prepararlo en el momento de uso a partir de sus reactivos y siguiendo el siguiente orden: 5 gotas de ác. nítrico c.c. + 5 gotas de agua + 10 gotas de molibdato amónico (solución al 15 % en agua + gotas de amoníaco 2 M)

Procedimiento

1. Preparación de la disolución problema: No es más que la disolución que hemos denominado Grupo I de cationes, o grupo soluble en el carbonato sódico, que se obtiene, según el procedimiento visto en la marcha analítica de cationes de la práctica N° 7, tomando un volumen superior (en función del volumen total empleado en los ensayos). En el caso de que el problema tenga reacción neutra puede considerarse preparado. Si el problema tiene reacción alcalina, se procede a añadir ácido acético hasta acidez. Si existe precipitación, se separa por centrifugación y al líquido acético se le añade carbonato sódico sólido hasta reacción alcalina hirviendo un poco y volviendo a centrifugar. El líquido obtenido es la disolución preparada.
2. Identificación de fosfato: A $\frac{1}{2}$ ml del problema, homogeneizado si está precipitado, se añade ácido nítrico hasta acidez (si el problema es alcalino), más un exceso equivalente a un volumen igual de problema neutro y se hierve persistentemente hasta reducir el volumen a la mitad (si el problema fuera ácido bastan 5 gotas de ácido nítrico para hervir). Si aparece algún precipitado o no se disuelve el existente, se separa por centrifugación. Al líquido obtenido se añade un poco de nitrato amónico sólido y un volumen igual de reactivo nítrico-molibdico. Calentado en baño de agua, si existe fosfato, debe dar un precipitado amarillo de fosfomolibdato amónico.
3. Identificación de sulfato: A $\frac{1}{2}$ ml del problema se le añaden 5 gotas de cloruro de bario 0,5 M (da lo mismo acetato o nitrato) y se deja en el baño de agua unos minutos. Un precipitado de sulfato de bario blanco, pulverulento, que tarda en depositarse y es insoluble en ácido clorhídrico lo confirma.
4. Identificación de cloruro: Supuesto que lo más normal es que no exista ni bromuro ni bromato más reductor, se dispone en un tubo de ensayo $\frac{1}{2}$ ml del problema para añadirle otro $\frac{1}{2}$ ml de ácido sulfúrico 1 M (o hasta franca acidez más un ligero exceso) y unos cristales de permanganato potásico. La disolución se calienta suavemente a la llama del mechero recogiendo los gases sobre un papel humedecido con disolución de fluoresceína (en solución 50 % de etanol / agua) y una gota de bromuro potásico 1 M. La aparición de una mancha rosada (que se intensifica con vapores de amoníaco) identifica al cloruro. Como alternativa se puede emplear su precipitación como AgCl en medio nítrico previa ebullición, que se solubiliza en amoníaco. Con este método no importa la existencia de bromuro ni bromato.
5. Identificación de nitrato: Supuesto que lo normal es que no exista nitrito, se pone una punta de espátula de brucina (¡MUY TÓXICA!) en una placa de toques y se le añaden 5 gotas de ácido sulfúrico concentrado. Se toman 4 gotas de la disolución problema y se le añaden otras 4 gotas de ácido sulfúrico diluido y se hierve. Se deja enfriar y 1 gota de la disolución se lleva sobre la solución sulfúrica de brucina. Si existe nitrato, debe aparecer una coloración roja intensa e inestable que evoluciona al amarillo.
6. Identificación del carbonato: Sólo tiene existencia en soluciones de pH alcalino. Cualquier tratamiento ácido lo destruye por lo que se debe hacer directamente de la muestra líquida preparada (o de la muestra problema sólida antes de disolver en ácido clorhídrico diluido en el caso de nuestra muestra a analizar) y, evidentemente, antes de alcalinizar con carbonato sódico. Se dispone en un tubo de ensayo $\frac{1}{2}$ ml de problema al que se le añade 2 ml de ácido clorhídrico 2 M. De existir carbonato se libera CO₂ en grandes burbujas que aclaran el papel pH azulado previamente virado a básico con vapores de amoníaco, y cuyo contacto con agua de barita reciente, la enturbia por formación del carbonato de bario.
7. Haz los esquemas necesarios con las reacciones implicadas.

Nota:

NO ensayes el carbonato en la muestra disuelta. Hazlo directamente del problema sólido.

PRÁCTICA Nº 7

DETERMINACIÓN GRAVIMÉTRICA DEL ION NIQUEL (II)

Objetivo

Poner en práctica todos los conocimientos adquiridos sobre la determinación gravimétrica por precipitación con reactivos orgánicos, mediante la determinación de la riqueza en níquel de una sal que lo contiene.

Fundamento

El Ni (II) puede determinarse mediante precipitación cuantitativa con dimetilglioxima, y su posterior digestión, filtrado, secado y pesada del precipitado de dimetilglioximato de Ni (II).

Material

- Balanza analítica.
- Granatario.
- Estufa de secado.
- Desecador/agente deshidratante.
- Placa calefactora.
- Crisol filtrante.
- Trompa de vacío.
- Kitasato.
- Varilla agitadora/policía.
- Pesasustancias.
- Vasos de precipitados.
- Vidrio de reloj.
- Pipeta graduada.
- Papel indicador de pH.

Reactivos

- $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (muestra).
- HCl 1:1.
- Dimetilglioxima (1 % en alcohol de 95 °)
- NH_4OH 1:1.
- AgNO_3 0,1 M.

Procedimiento

1. De la forma habitual pesa exactamente alrededor de 120 mg de sal de níquel.
2. Prepara un crisol filtrante de Gooch, limpio por succión con ácido nítrico diluido y agua destilada.
3. Coloca ambos en un vaso de precipitados, cubre con el vidrio de reloj y colócalo en una estufa a 110 –120 °C durante 1 ó 2 horas.
4. Enfría ambos en desecador al menos durante 20-30 minutos y pesa exactamente en la balanza analítica.
5. Repite el calentamiento durante ½ hora, el enfriamiento y la pesada, hasta obtener constancia de peso en ambos (+/- 0,2 mg).
6. En vaso disuelve y diluye a unos 150 ml.
7. Acidula ligeramente con ácido clorhídrico diluido.
8. Calienta entre 60-80 °C (no hervir) y añade lentamente y con agitación 25 ml de disolución de dimetilglioxima.
9. Añade lentamente amoníaco diluido con agitación enérgica hasta que la suspensión formada quede amoniacal (olor persistente).
10. Digiere el precipitado en baño maría al menos durante una hora (reponiendo, si es necesario, de cuando en cuando 1 gota de amoníaco para reponer el volatilizado).
11. Enfría a temperatura ambiente y deja reposar 1 hora (mejor si es mucho más tiempo), asegurándose que la suspensión está alcalina.
12. Filtrar y comprobar que las aguas madres están exentas de ion níquel (adición de 1 gota de dimetilglioxima).
13. Lava el precipitado con agua fría, hasta que las aguas de lavado queden exentas de ion cloruro (adición de una gota de catión plata en medio ácido).
14. Seca a 110-120 °C hasta peso constante.
15. Limpia el crisol por tratamiento con ácido clorhídrico o ácido nítrico antes de lavar con agua jabonosa y enjuagar con agua destilada.
16. Calcula la riqueza en níquel de la sal así como la pureza de la misma.
17. Justifica el valor del factor gravimétrico 0,2032.

Notas:

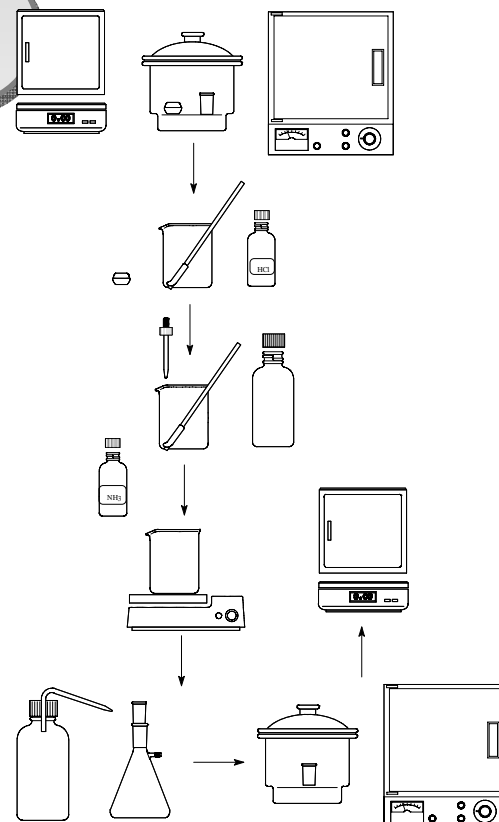
El Fe (II), también precipita con la dimetilglioxima, por lo que si sabemos de su existencia en la muestra, se debe oxidar por la acción de ácido nítrico a Fe (III), eliminar el exceso de ácido nítrico por ebullición prolongada en presencia de ácido clorhídrico (ya que puede oxidar a la dimetilglioxima), y acomplejar el Fe (III) en forma de tartrato o citrato.

Se debe emplear unos 5 ml de disolución de dimetilglioxima por cada 10 mg de Ni (II) más 10 ml de exceso.

No se debe llenar el crisol en el proceso de filtración (el precipitado tiene tendencia a ascender), sino que debe mantenerse al menos libre 1 cm del mismo.

El precipitado debe tener un color rojo brillante característico (fresa). Si no fuera así, debe redisolverse en 20 ml de ácido clorhídrico diluido y 5 ml de ácido nítrico de forma cuantitativa y volver a reprecipitar.

A veces en lugar de amoníaco, para alcalinizar el medio de precipitación se emplean 2-3 g de acetato de sodio.



PRÁCTICA Nº 8

DETERMINACIÓN GRAVIMÉTRICA DEL HIERRO

Objetivo

Poner en práctica todos los conocimientos adquiridos sobre la determinación gravimétrica por precipitación con reactivos inorgánicos, y posterior transformación de precipitados, mediante la determinación de la riqueza en Fe de una sal que lo contiene.

Fundamento

El Fe (III) puede determinarse mediante precipitación cuantitativa en forma de hidróxido de Fe (III), y su posterior transformación y pesada en forma de óxido de hierro (III). En cualquier caso, todo el hierro debe estar en forma de Fe (III) en el momento de la precipitación.

Material

- Balanza analítica.
- Granatario.
- Horno de mufla.
- Estufa de secado.
- Desecador/agente deshidratante.
- Placa calefactora.
- Varilla agitadora/policía.
- Pesasustancias.
- Vasos de precipitados.
- Vidrio de reloj.
- Pipeta graduada.
- Papel indicador de pH.
- Crisol.
- Papel de filtro (gravimétrico).

Reactivos

- FeCl_2 (o similar, de muestra).
- HCl 1:1.
- HNO_3 .
- NH_4OH 1:1.
- NH_4NO_3 al 2 %.
- AgNO_3 0,1 M.
- Rojo de metilo (0,1 % en etanol 3:2)

Procedimiento

1. Pesa exactamente y según procedimiento habitual unos 0,5 g de la muestra.
2. Calcina a 800-900 °C un crisol y tara hasta peso constante de la forma habitual.
3. En un vaso disuelve la muestra en 5 ml de agua y 10 ml de ácido clorhídrico diluido calentando pero sin llegar a hervir (para evitar pérdidas por volatilización de cloruro de hierro (III)).
4. Diluye a unos 150 ml y añade 1 ml de ácido nítrico. Calienta un par de minutos (pero sin hervir) para asegurar que todo el hierro queda como Fe (III).
5. En caliente, poco a poco y con agitación añade amoníaco diluido hasta olor débil pero persistente de amoníaco (el agitador no debe sacarse del vaso).
6. Tapa el vaso con un vidrio de reloj y hierve 1 minuto (no más pues se hidrolizan las sales amónicas con liberación de sus respectivos ácidos que pueden redissolver el precipitado).
7. Lava el reverso del vidrio de reloj, con agua caliente y deja reposar unos 10 minutos. Decanta todo lo posible y filtra a través de un filtro de pliegues de papel de poro grueso.
8. Lava 3 veces con porciones de 50 ml de nitrato amónico caliente (disolución al 2 % y neutralizado con amoníaco en presencia de rojo de metilo), para decantar.
9. Transfiere el precipitado al filtro y lava con pequeñas porciones de la disolución de nitrato amónico hasta exención de cloruro y sin que se seque excesivamente el precipitado.
10. Lleva el filtro y su contenido a un crisol y calcina a 800-900 °C durante 20 minutos.
11. Deja enfriar en principio al aire y posteriormente en desecador.
12. Pesa hasta constancia de peso.
13. Calcula el contenido en hierro de la sal así como la pureza de la misma.

Notas:

Aunque el ion ferroso también precipita como hidróxido, su precipitado es más soluble y difícil de filtrar y lavar.

Resulta conveniente la utilización de filtros de cenizas controladas.

El precipitado se puede reducir a hierro metálico debido al carbono del papel o a óxido ferroso férrico a 1.100 °C, por lo que el calcinado debe ser pardo oscuro en caliente y rojo en frío.

PRÁCTICA Nº 9

NORMALIZACIÓN DE HIDRÓXIDO SÓDICO

Objetivo

Hacer prácticos los conocimientos adquiridos sobre el análisis titrimétrico directo de un componente, determinando la normalidad exacta de una disolución de hidróxido sódico mediante volumetría de neutralización haciendo uso del potenciómetro y del conductímetro para la determinación del punto final.

Fundamento

La determinación del punto final de una valoración puede efectuarse por diferentes métodos entre los que se incluye el método potenciométrico y el conductimétrico.

En el caso de una valoración de neutralización y utilizando un electrodo de vidrio, la determinación del punto final se puede obtener mediante la determinación del punto de inflexión resultante de la representación gráfica del valor del pH en función del volumen añadido de valorante. Como a veces no es fácil esta determinación, se recurre a la utilización de las curvas de la primera y segunda derivada, correspondiendo el valor del punto final a los valores del máximo o mínimo y al corte con el eje de ordenadas respectivamente.

En el caso de una valoración de neutralización y utilizando una celda de conductividad, la determinación del punto final se puede obtener mediante la determinación del punto de corte de dos rectas de diferentes pendientes resultante de la representación gráfica del valor de la conductancia en función del volumen añadido de valorante.

Material

- Granatario.
- Balanza analítica.
- Pesasustancias.
- Vasos de precipitados.
- Agitador magnético.
- Matraces Erlenmeyer.
- Cuentagotas.
- Matraces aforados.
- Pipetas aforadas de doble enrase.
- Bureta dosificadora.
- Electrodo combinado de vidrio.
- Potenciómetro.
- Sonda de conductividad.
- Conductímetro.

Reactivos

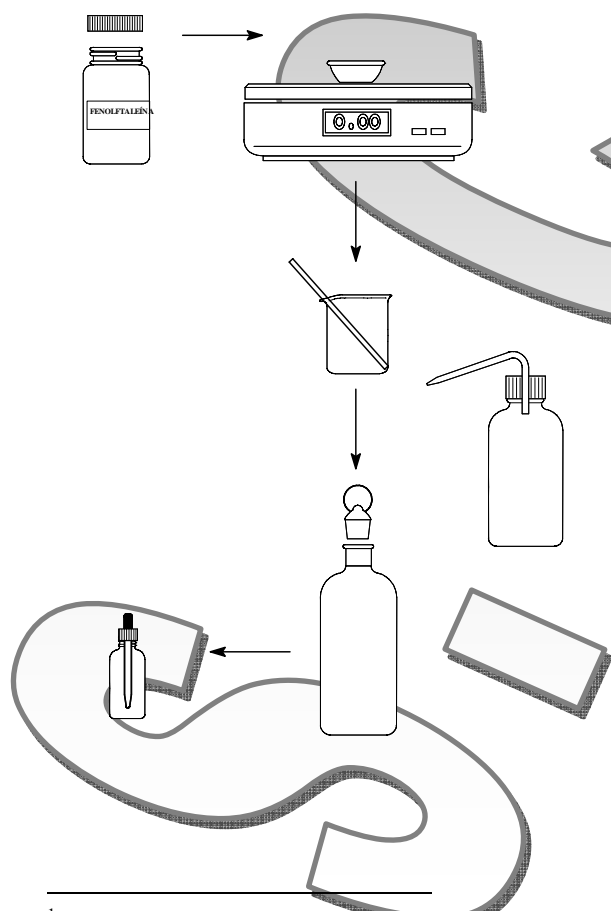
- Ftalato ácido de potasio patrón primario.
- Hidróxido sódico.
- Soluciones tampón pH 4 y 9.
- Solución patrón de KCl.

Procedimientos

Preparación de hidróxido sódico ~ 0,1 N

1. Pesa en un granatario unos 4 g de hidróxido sódico en pesasustancias.
2. Lleva el contenido del pesasustancias a un vaso de precipitados con unos 150 ml de agua destilada.
3. Disuelve rápidamente y con agitación energética¹ y transvasa a una botella de plástico² de un litro, enjuaga con unos 150 ml de agua destilada un par de veces para llevarla a la botella y completa con agua destilada.
4. Homogeneiza el contenido de la botella por inversión de la botella 5 ó 6 veces.
5. Etiqueta de forma conveniente.

PREPARACIÓN DE
FENOLFTALEÍNA
Y SOSA



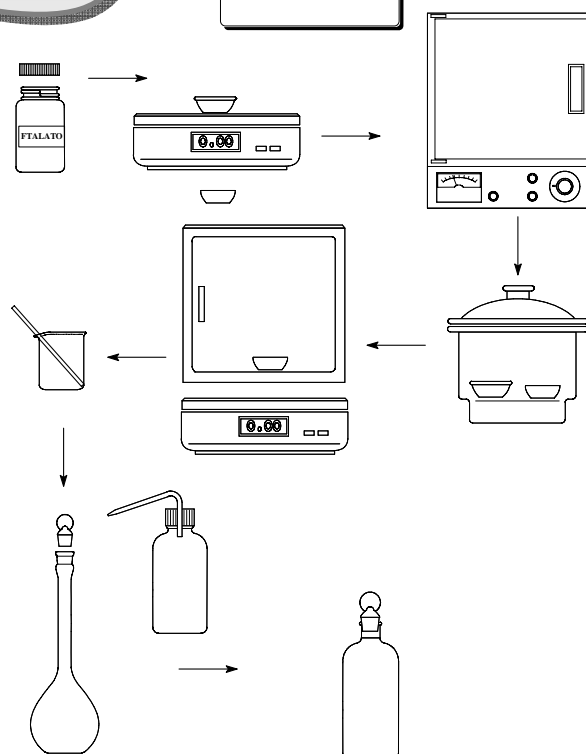
¹ El hidróxido sódico tiende a formar un bloque compacto sólido si se demora la agitación o es insuficiente.

² La sosa ataca el vidrio incluso en soluciones diluidas.

Preparación de la disolución del patrón primario

1. Pesa, en un granatario, alrededor de unos 20 g de ftalato ácido de potasio (en una cápsula de porcelana) y seca en estufa a 110 °C durante 1 ó 2 horas.
2. Enfría en desecador.
3. Tara un pesasustancias en la balanza analítica.
4. Transvasa al pesasustancias la mayor cantidad de ftalato ácido de potasio y pesa rápidamente y con la mayor precisión posible.
5. En un vaso de precipitados limpio con unos 150 ml de agua destilada disuelve el patrón primario. Vierte su contenido en un matraz aforado de 1 litro.
6. Enjuaga al menos unas 5 veces con unos 100 ml de agua destilada el vaso de precipitados y transvasa al matraz aforado.
7. Afora exactamente según el procedimiento habitual.
8. Transvasa a una botella de reactivo que esté perfectamente limpia y seca.
9. Calcula exactamente su normalidad.
10. Etiqueta de forma conveniente.

PREPARACIÓN
DEL FTALATO



Calibrado del potenciómetro

1. Conecta el potenciómetro a la red.
2. Enciende el aparato y deja calentar.
3. Ajusta el valor de la pantalla en unidades de pH.
4. Ajusta el valor del pH en principio a la máxima sensibilidad
5. Sigue las instrucciones de calibración³ del aparato.

Normalización del hidróxido sódico

1. Enjuaga una pipeta de doble aforo de 10 ml totalmente y un par de veces con la disolución patrón tirando la disolución.
2. Con pipeta de doble aforo toma una alícuota de 10 ml de solución patrón de ftalato ácido de potasio⁴ y vierte en un vaso de precipitados de 250 ml.
3. Añade al matraz unos 80 ml de agua destilada.
4. Sumerge el electrodo de vidrio en la disolución hasta obtener un valor del pH constante
5. Con pequeñas porciones de la solución de hidróxido sódico de concentración aproximada 0,1 N enjuaga reiteradas veces la bureta en toda su extensión y sin olvidar la punta de la misma⁵.
6. Conecta el agitador magnético a baja velocidad.
7. Anota el valor del pH antes de adicionar hidróxido sódico.
8. Adiciona exactamente 1 ml, agita, deja estabilizar la lectura en el aparato y anota el valor del pH.
9. Repite la adición para volúmenes añadidos hasta 9 ml.
10. Repite el proceso de adición añadiendo ahora 0,1 ml hasta un valor de 11.
11. Añade posteriormente 1 ml de forma reiterada hasta un volumen total de 20 ml⁶.
12. Construye la tabla:

Va (ml)	pH	$\Delta\text{pH}/\Delta V$	$\Delta^2\text{pH}/\Delta V^2$
---------	----	----------------------------	--------------------------------

13. Construye la gráficas:

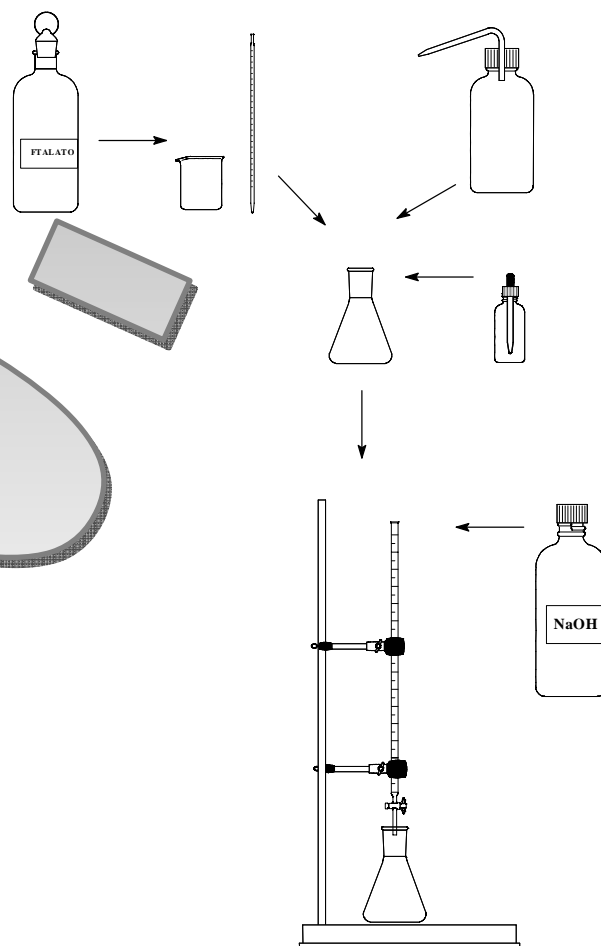
- pH / Va.
- $\Delta\text{pH}/\Delta V$ / Va
- $\Delta^2\text{pH}/\Delta V^2$ / Va

14. Determina el volumen de equivalencia a partir de cada gráfica y de forma analítica.

15. Calcula para cada caso la normalidad de la disolución de hidróxido sódico.

16. Etiqueta de forma conveniente.

NORMALIZACIÓN
DE LA SOSA



³ Siempre es preferible la utilización de dos tampones en lugar de uno.

⁴ A veces resulta más conveniente la utilización de una masa exacta y seca (en nuestro caso alrededor de 0,4 g) del patrón.

⁵ El intentar enrasar exactamente en el cero sólo vale para perder tiempo.

⁶ No se debe olvidar que en titrimetrías se debería efectuar al menos la medida de tres alícuotas.

Calibrado del conductímetro.

1. Conecta el conductímetro a la red.
2. Enciende el aparato y deja calentar.
3. Ajusta el valor de la pantalla en unidades de mS.
4. Ajusta el valor de la conductancia en principio a la máxima sensibilidad
5. Sigue las instrucciones de calibración⁷ del aparato.

12. Construye la tabla:

Go(μ S)	Gc (μ S)	Va (ml)
--------------	---------------	---------

13. Construye la gráficas: Gc / Va.
14. Determina el volumen de equivalencia a partir de la gráfica.
15. Calcula para cada caso la normalidad de la disolución de hidróxido sódico.

Normalización del hidróxido sódico

1. Enjuaga una pipeta de doble aforo de 10 ml totalmente y un par de veces con la disolución patrón tirando la disolución.
2. Con pipeta de doble aforo toma una alícuota de 10 ml de solución patrón de ftalato ácido de potasio⁸ y vierte en un vaso de precipitados de 250 ml.
3. Añade al matraz unos 80 ml de agua destilada.
4. Sumerge la sonda de conductividad en la disolución hasta obtener un valor de la conductancia constante.
5. Con pequeñas porciones de la solución de hidróxido sódico de concentración aproximada 0,1 N enjuaga reiteradas veces la bureta en toda su extensión y sin olvidar la punta de la misma⁹.
6. Conecta el agitador magnético a baja velocidad.
7. Anota el valor de la conductividad antes de adicionar hidróxido sódico¹⁰.
8. Adiciona exactamente 0,5 ml, agita, deja estabilizar la lectura en el aparato y anota el valor de la conductancia.
9. Repite la adición hasta volúmenes añadidos de 5 ml.
10. Repite el proceso de adición añadiendo ahora 1 ml hasta un valor de 15.
11. Añade posteriormente 0,5 ml de forma reiterada hasta un volumen total de 20 ml¹¹.

⁷ Siempre es preferible la utilización de dos tampones en lugar de uno.

⁸ A veces resulta más conveniente la utilización de una masa exacta y seca (en nuestro caso alrededor de 0,4 g) del patrón.

⁹ El intentar enrasar exactamente en el cero sólo vale para perder tiempo.

¹⁰ El aparato se debe ajustar en mS o en μ S si se sale de escala.

¹¹ No se debe olvidar que en titulaciones se debería efectuar al menos la medida de tres alícuotas.

PRÁCTICA Nº 10

NORMALIZACIÓN DE ÁCIDO CLORHÍDRICO

Objetivo

Hacer prácticos los conocimientos adquiridos sobre el análisis titrimétrico directo de un componente, determinando la normalidad exacta de una disolución de ácido clorhídrico mediante volumetría de neutralización haciendo uso del potenciómetro para la determinación del punto final.

Fundamento

La determinación del punto final de una valoración puede efectuarse por diferentes métodos entre los que se incluye el método potenciométrico.

En el caso de una valoración de neutralización y utilizando un electrodo de vidrio, la determinación del punto final se puede obtener mediante la determinación del punto de inflexión resultante de la representación gráfica del valor del pH en función del volumen añadido de valorante o utilizando las curvas de la primera y segunda derivada.

No obstante, en el mercado existen aparatos comerciales para determinar de forma exacta el volumen del punto de equivalencia de un proceso de valoración a los que se les denomina titradores o tituladores automáticos.

Material

- Granatario.
- Balanza analítica.
- Pesasustancias.
- Vasos de precipitados.
- Agitador magnético.
- Matraces Erlenmeyer.
- Cuentagotas.
- Matraces aforados.
- Pipetas aforadas de doble enrase.
- Titrador *TritoLine easy*.

Reactivos

- Carbonato sódico patrón primario.
- Ácido clorhídrico.

Procedimientos

Preparación del ácido clorhídrico ~ 0,1 N

1. Efectúa los cálculos oportunos para la preparación de 1 l de disolución 0,1 N de ácido clorhídrico:

$$V_{ml} = V(l) \cdot N \cdot P_{eq} \cdot 100 / r \cdot 1 / d$$
2. Transvasa a un vaso bien limpio y seco unos 15 ml de ácido clorhídrico concentrado.
3. Con una pipeta graduada toma el volumen calculado (unos 9 ml) y llévalo a una botella de litro preferentemente de vidrio y de color topacio.
4. Llena la botella con agua destilada.
5. Cierra con el tapón e invierte reiteradas veces.
6. Etiqueta de forma conveniente.

Preparación de la disolución del patrón primario

1. Toma con pipeta 50 mL exactos de solución de carbonatado de sodio 0,1 NSV.
2. Lleva a un matraz aforado de 500 mL.
3. Enrasa convenientemente.
4. Transvasa a una botella de reactivo que esté perfectamente limpia y seca.
5. Etiqueta de forma conveniente.

Calibrado del potenciómetro

1. Pon en marcha el titrador.
2. Pulsa <F1>. Se inicia la secuencia "Lavado/Primer llenado"¹².
3. Presiona la tecla <FILL>¹³.
4. Asegúrate que en pantalla aparece "Equipo listo" y que el aparato se encuentra en el estado de AutoFind EQ. Si no es así pulsa SET F3

¹² La función lavado solo se puede iniciar en este estado. Se puede abandonar pulsando la tecla STOP. Si se pulsa cualquier otra tecla la pantalla cambia a "llenado" <FILL>. Para iniciar nuevamente se debe apagar el equipo.

¹³ En pantalla debe aparecer "Titulador lleno".

durante más de tres segundos y accede al mismo¹⁴. Trabajando de esta forma nos ahorramos el calibrar el aparato.

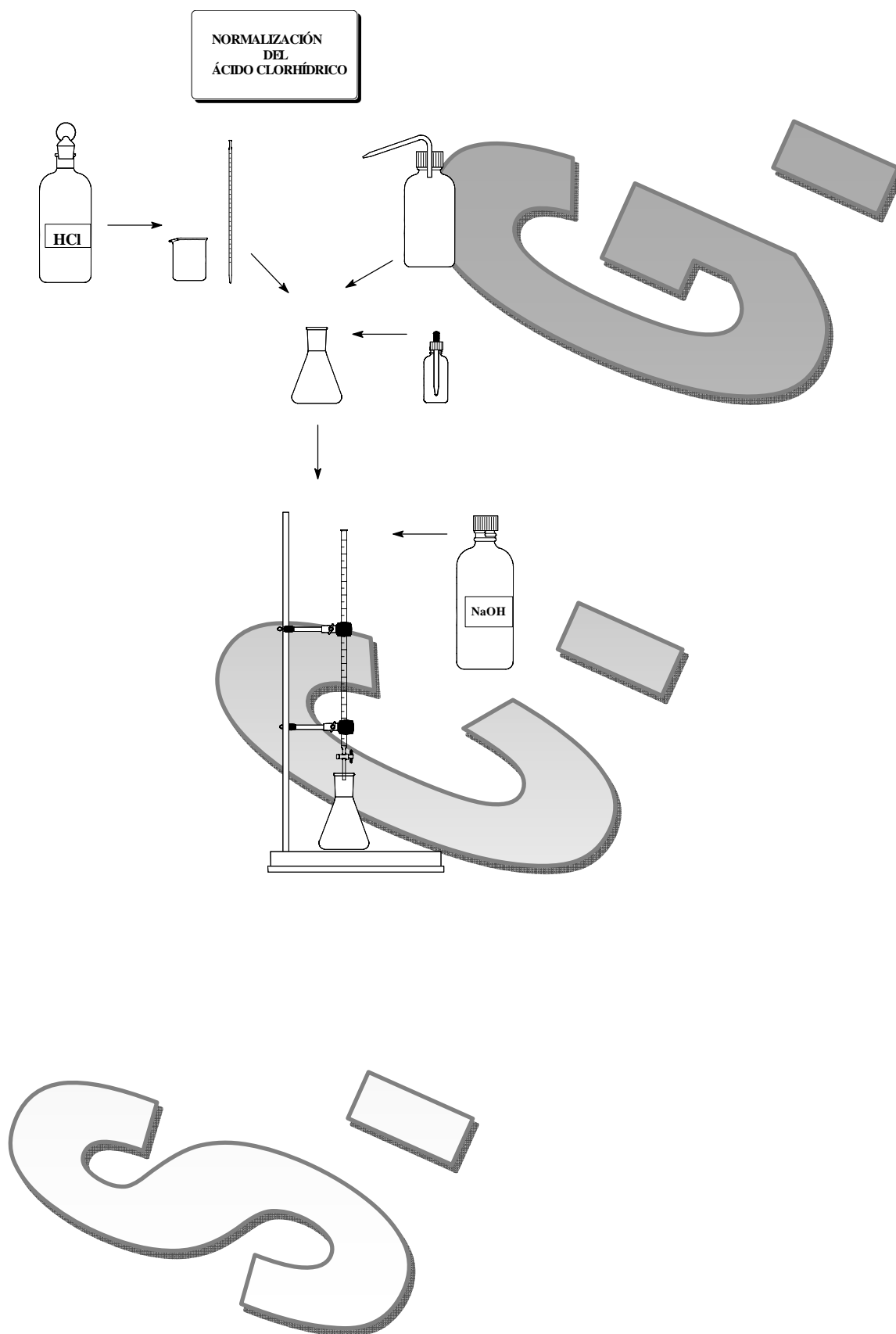
5. Lava con agua destilada el electrodo. Seca con papel H. y abre su tapón lateral.

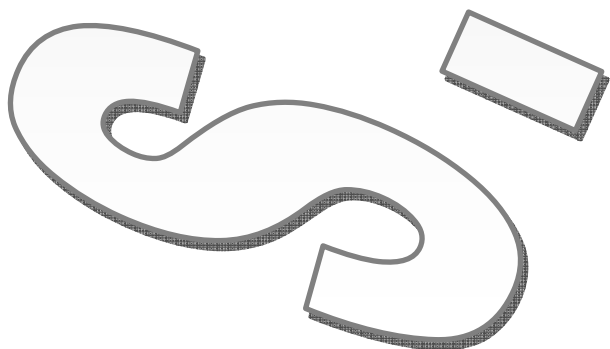
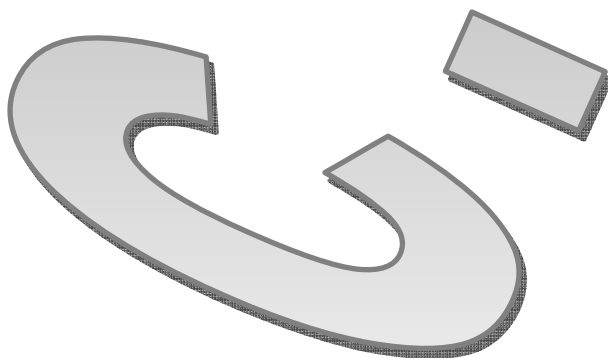
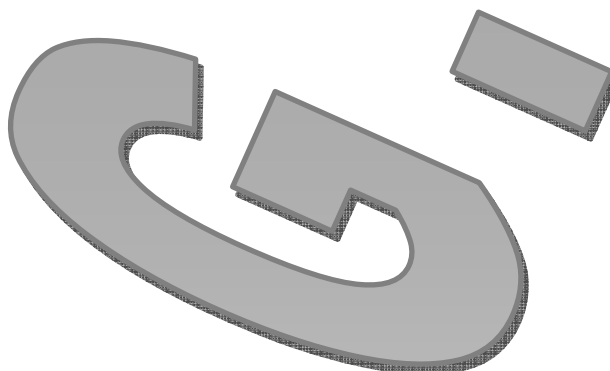
Normalización del ácido clorhídrico.

1. Enjuaga una pipeta de doble aforo de 10 mL un par de veces con la disolución patrón tirando la disolución.
2. Con pipeta de doble aforo toma una alícuota de 10 ml de solución patrón de y vierte en un vaso de precipitados estrecho de 250 mL.
3. Añade al matraz unos 90 mL de agua destilada.
4. Sumerge el electrodo de vidrio y la punta dosificadora en la disolución¹⁵.
5. Ajusta la velocidad del agitador magnético.
6. Pulsa la tecla START. En la pantalla debe aparecer "Análisis EQ en marcha".
7. Una vez acabado el proceso de forma automática debe aparecer en la pantalla "Análisis EQ terminado".
8. Anota los datos encontrados.
9. Pulsa la función <STOP>.
10. Pulsa la tecla START/STOP, para volver a la pantalla principal.
11. Repite el proceso (puntos 2 a 9) para otras dos alícuotas más.
12. Repite el proceso para un "blanco".
13. Calcula el volumen medio.
14. Calcula el volumen corregido.
15. Calcula la Normalidad exacta.
16. Calcula el factor de normalización.

¹⁴ El aparato puede funcionar en la forma descrita y que supone que el mismo ajusta la dosificación según el cambio producido para calcular el mismo el punto de equivalencia una vez pasado el punto final en exceso, en forma de EndPoint EP, que supone que se ajusta el punto final a un valor del pH que podemos introducir, en forma manual o Man, tanto en pH como en mV y 10 métodos internos grabados en memoria para distintos tipos de valoraciones estándar o dificultosas.

¹⁵ El diafragma del electrodo debe estar completamente sumergido. Unos 30 mm son suficientes.





PRÁCTICA Nº 11

DETERMINACIÓN DE LA ACIDEZ TOTAL DE UN VINAGRE

Objetivo

Hacer prácticos los conocimientos adquiridos sobre el análisis titrimétrico directo de un componente, determinando la acidez total de un vinagre mediante volumetría de neutralización haciendo uso de un indicador para la determinación del punto final.

Fundamento

La acidez total se define como la totalidad de los ácidos volátiles y fijos que contiene el vinagre expresada en gramos de ácido acético por 100 ml de vinagre.

La determinación se efectúa mediante una volumetría de neutralización en presencia de solución alcohólica de fenolftaleína como indicador.

La acidez fija se define como la totalidad de los ácidos fijos que contiene el vinagre, expresada en gramos de ácido acético por 100 ml de vinagre. Se efectúa de la misma forma que la acidez total después de evaporación total y reiterada del mismo.

Se define convencionalmente como valor de la acidez volátil de un vinagre la diferencia entre los valores de su acidez total y fija, expresadas ambas en gramos de ácido acético por 100 ml de vinagre.

Material

- Granatario.
- Balanza analítica.
- Pesasustancias.
- Vasos de precipitados.
- Agitador.
- Matraces Erlenmeyer.
- Cuentagotas.
- Matraces aforados.
- Pipetas aforadas de doble enrasedado.
- Bureta dosificadora.

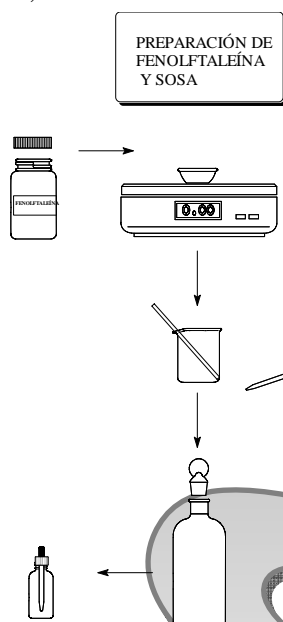
Reactivos

- Fenolftaleína.
- Alcohol etílico 96 % V/V.
- Ftalato ácido de potasio patrón primario.
- Hidróxido sódico.

Procedimientos

Preparación de la solución indicadora al 1 %

1. Pesa en un granatario¹⁶ 10 g de fenolftaleína.
2. Disuelve la fenolftaleína en un vaso con un poco de etanol.
3. Completa directamente en un frasco a un litro¹⁷, con el mismo disolvente.



Valoración del vinagre

4. Filtra unos 40-50 ml de vinagre a través de un filtro de pliegues.
5. Enjuaga por tres veces la pipeta con 10 ml de vinagre tirando su contenido.
6. Toma exactamente 10 ml de vinagre filtrado¹⁸ y llévalo a un matraz aforado de 100 ml. Afora el matraz exactamente.
7. Toma una alícuota exacta de 20 ml¹¹ y llévala a un matraz Erlenmeyer de 250 ml.
8. Añade entre 100-150 ml de agua destilada¹⁹.
9. Añade 2 gotas de solución alcohólica de fenolftaleína.
10. Llena la bureta de forma habitual con solución de hidróxido sódico patrón.

11. Con la técnica adecuada valora gota a gota hasta viraje del indicador.
12. Repite la valoración al menos para otras dos alícuotas del mismo volumen²⁰.
13. Calcula el volumen medio consumido y aplica la fórmula:

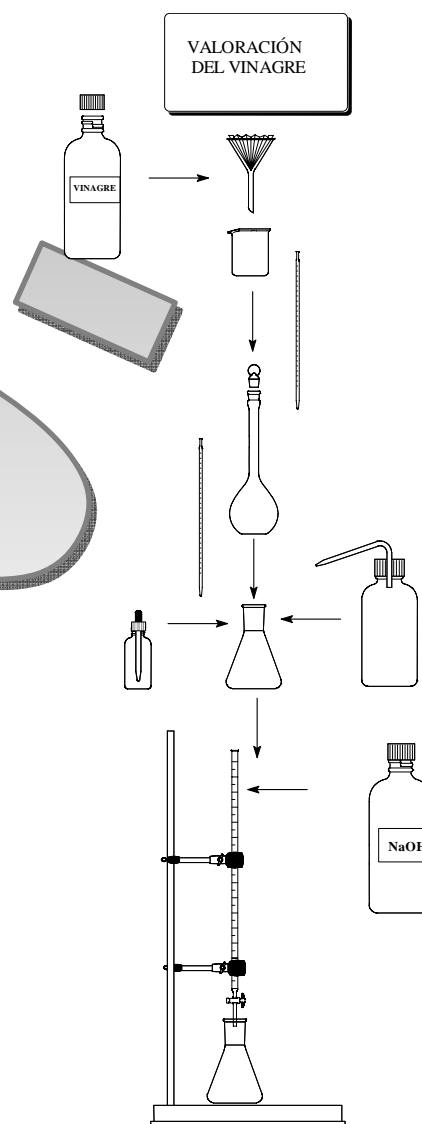
$$\text{Grado del vinagre} = V_m \cdot N \cdot 3^{21}$$

V_m = Volumen de sosa en ml.

N = Normalidad de la sosa patrón

Referencias

- UNE 33.101.
- A.O.A.C. *Official Methods of Analysis*. (Ambos en Métodos Analíticos en Alimentaria. Productos derivados de la uva y similares. PANREAC).



¹⁶ Cualquier intento de mayor precisión solo supone una pérdida de tiempo.

¹⁷ Generalmente se suele preparar solo 100 ml.

¹⁸ Con pipeta de doble aforo.

¹⁹ Preferentemente recién hervida y fría.

²⁰ Según procedimiento habitual.

²¹ El factor 3, debe ser explicado pues es válido sólo para el procedimiento descrito.

PRÁCTICA Nº 12

DETERMINACIÓN DE SO₂ LIBRE EN UN VINO

Objetivo

Hacer prácticos los conocimientos adquiridos sobre titrimetría ácido-base, mediante la determinación del contenido de SO₂ libre en un vino utilizando indicadores internos.

Fundamento

El anhídrido sulfuroso es un estabilizante generalizado en enología en todo el mundo. Está reglamentado su uso y la OMS establece sus límites. El valor estabilizante depende de la fracción conocida como Sulfuroso Libre. El límite de Sulfurosos Libre es de 30 mg/l en vinos tintos. Si la fracción es inferior a 15 puede alterarse el vino.

Para su determinación, puede extraerse cuantitativamente de la muestra, oxidarlo al estado de ácido sulfúrico con peróxido de hidrógeno y determinar este por valoración con sosa patrón en presencia de indicador mixto rojo de metilo-azul de metileno.

Material

- Granatario.
- Balanza analítica.
- Vasos de precipitados.
- Agitador magnético.
- Placa agitadora.
- Matraces Erlenmeyer.
- Pipetas aforadas de doble enrase.
- Pipetas graduadas.
- Bureta dosificadora.
- Matraces aforados.
- Destilador automático. *Pro-nitro I de Selecta.*

Reactivos

- Hidróxido sódico patrón.
- Ácido fosfórico
- Peróxido de hidrógeno.
- Alcohol etílico.
- Rojo de metilo.
- Azul de metileno.

Procedimiento

Preparación de la disolución patrón de hidróxido sódico 0,01 N.

1. Efectúa los cálculos oportunos, para la correcta preparación de 100 ml de disolución patrón de de sosa 0,01 N a partir de lustra sosa patrón factorizada ~ 0,1 N.
2. Mide exactamente el volumen de sosa.
3. Afora a 100 mL.
4. Calcula exactamente su normalidad²².
5. Etiqueta de forma conveniente.

Preparación de la disolución indicadora mixta.

1. Pesa 100 mg de rojo de metilo y 50 mg de azul de metileno.
2. Disuelve en 100 mL de etanol al 50 %.
3. Etiqueta de forma conveniente.

Determinación.

1. En un tubo del destilador en corriente de vapor, introduce exactamente 10 ml de vino²³.
2. Añade 5 ml de ácido fosfórico al 25 %.
3. Prepara como colector un matraz aforado de 250 ml.
4. Introduce en el 2,5 ml de peróxido de hidrógeno de 0,3 volúmenes.
5. Añade un volumen adecuado de agua para recoger el barboteo.
6. Neutraliza gota a gota y con sosa 0,01 N.
7. Coloca el tubo del destilador y el colector en su sitio.
8. Destila de 10 a 15 minutos²⁴.
9. Valora con la sosa patrón.
10. Anota el volumen consumido.
11. Efectúa el mismo procedimiento para un blanco equivalente.

12. Calcula el contenido en sulfuroso expresado en mg/l con una aproximación de 10 mg/l.²⁵

Referencias:

Métodos Analíticos en Alimentaria

Métodos Oficiales de Análisis

Productos derivados de la Uva y similares.

PANREAC

²² En función del patrón utilizado.

²³ En el Método oficial (Método Paul) se utiliza un equipo especial de extracción en corriente de aire con auxilio de una línea de vacío en depresión de 20-30 cm.

²⁴ Hasta obtener unos 100 ml.

²⁵ El método oficial propugna utilizar la fórmula: $\text{mg/l} = 32 \cdot V$. Justifica dicha fórmula.

PRÁCTICA Nº 13

DETERMINACIÓN DE UNA MEZCLA ALCALINA COMPATIBLE

Objetivo

Hacer prácticos los conocimientos adquiridos sobre el análisis titrimétrico directo de varios componentes, efectuando el análisis tanto cualitativo como cuantitativo de una mezcla alcalina compatible mediante volumetría de neutralización, haciendo uso de dos indicadores para las determinaciones del punto final.

Fundamento

Una mezcla alcalina se dice que es compatible si tienen existencia real varias especies en disolución acuosa, siendo las más comunes las de NaOH , Na_2CO_3 y NaHCO_3 , cuyas disoluciones reciben el nombre de lejías alcalinas.

La determinación se efectúa mediante una volumetría de neutralización con ácido clorhídrico patrón en presencia de dos disoluciones indicadoras de fenolftaleína y anaranjado de metilo, ambos escogidos por sus valores de pK_{In} . La relación de los volúmenes gastados para el viraje tanto de la fenolftaleína como del anaranjado de metilo nos dice que especie o especies se encuentran en la disolución. Los volúmenes consumidos, en cada uno de dichos virajes, nos dice en que cantidad se encuentran los componentes de la disolución.

Aunque se puede determinar cada uno de los virajes mediante el empleo de alícuotas iguales, puede hacerse empleando una única valoración, empleando como indicador primero la fenolftaleína, y una vez virada, añadiendo el indicador anaranjado de metilo.

A los procedimientos descritos se les conoce como métodos de Warder. Existen otros métodos, principalmente el de Winkler, que se basan en la valoración de dos alícuotas iguales, una de la muestra en disolución y otra de la muestra en disolución a la que previamente se le ha hecho reaccionar con un exceso de cloruro de bario para precipitar todo el carbonato en forma de carbonato de bario (en el caso de una mezcla de sosa y carbonato sódico), o el empleo del mismo método tras la adición de un volumen, en exceso respecto del hidrogenocarbonato, y perfectamente conocido de sosa patrón (en el caso de una mezcla de carbonato e hidrogenocarbonato sódico).

Material

- Vasos de precipitados.
- Matraces Erlenmeyer.
- Cuentagotas.
- Pipeta graduada.
- Pipetas aforadas de doble enrase.
- Bureta dosificadora.

Reactivos

- Anaranjado de metilo
- Hidróxido sódico patrón.
- Ácido

clorhídrico.

Procedimientos

Valoración de la muestra

1. Ajusta la muestra²⁶ enrasando el matraz aforado de 1000 ml que la contiene, y llévalo a un frasco de plástico rotulando como muestra uno, dos ó tres según corresponda.
2. Vierte unos 100 ml en un vaso de precipitados bien limpio y seco.
3. Enjuaga por tres veces²⁷ una pipeta de 1 ml con muestra tirando su contenido.
4. Toma exactamente 1 ml de muestra para efectuar una valoración rápida a fin de determinar el volumen de muestra a tomar, puesto que desconocemos tanto su naturaleza como su concentración²⁸.
5. Añade unos 100-150 ml de agua destilada²⁹ y dos gotas de fenolftaleína. Anota la reacción del valorado³⁰.
6. Llena la bureta de forma habitual con solución de ácido clorhídrico patrón³¹.
7. Anota el volumen inicial V_0 y valora rápidamente hasta decoloración de la fenolftaleína, notando el volumen consumido V_1 .
8. Añade dos gotas de ananjado de metilo y valora hasta su viraje anotando el volumen consumido V_2 .
9. Con los datos obtenidos calcula el volumen de muestra a emplear.
10. Toma una alícuota exacta³² en función de los cálculos y llévala a un matraz Erlenmeyer de 250 ml.
11. Repite el proceso de valoración según los puntos 5 a 8, pero ahora de forma cuidadosa para obtener la mayor precisión posible.
12. Repite la valoración al menos para otras dos alícuotas del mismo volumen según los puntos 10 y 11.
13. Calcula el volumen medio consumido.
14. Calcula tanto los componentes de la muestra como su concentración en g/l.

²⁶ Todo el proceso debe repetirse para las tres muestras.

²⁷ Siempre debe hacerse como norma con cualquier pipeta.

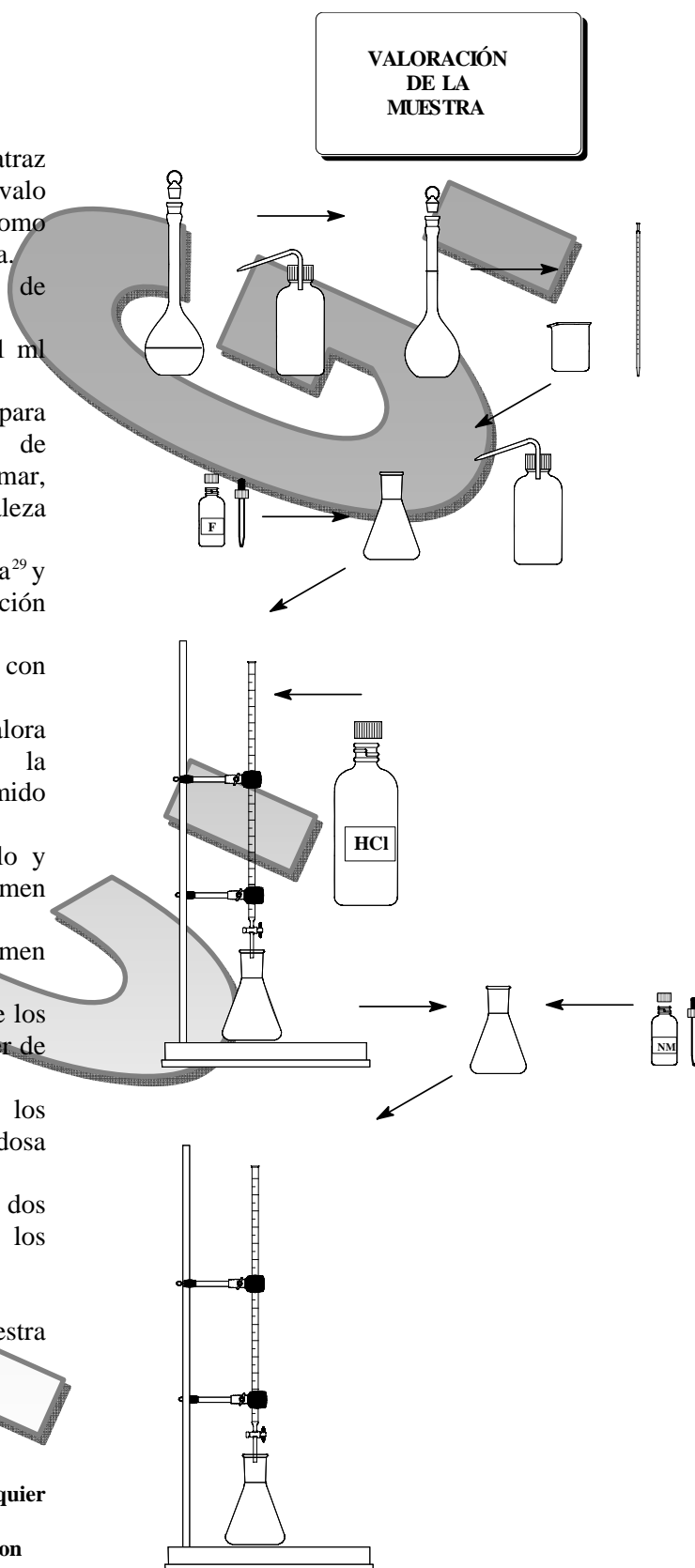
²⁸ Los puntos 3 y 4 también pueden efectuarse con pipeta de 5 mL.

²⁹ Preferentemente recién hervida y fría.

³⁰ Si se decolora pasar al punto 8.

³¹ Como norma habitual se debe siempre lavar la bureta y enjuagarla con el valorante.

³² Con pipeta de doble aforo y enjuagada según procedimiento habitual.



PRÁCTICA Nº 14

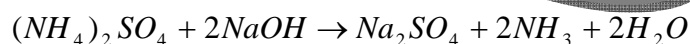
DETERMINACIÓN VOLUMÉTRICA DE NITRÓGENO EN UN ABONO

Objetivo

Hacer prácticos los conocimientos adquiridos sobre el análisis titrimétrico indirecto y por retroceso de un componente, determinando el contenido de nitrógeno amoniacal de un abono mediante volumetría de neutralización haciendo uso de un indicador para la determinación del punto final.

Fundamento

La base contenida en las sales de amonio (amoniaco) es desplazada cuando las disoluciones de estas últimas se calientan en presencia de otra base más fuertes como la sosa. La reacción es:



Transcurre de manera estequiométrica de modo que sirve para poder determinar el amonio, según diferentes formas:

1. Tratar la sal amónica con un exceso de disolución de sosa patrón, para valorar dicho exceso con ácido mediante una valoración por retroceso.
2. Destilar el conjunto para obtener una disolución de todo el amoniaco desprendido para:
 - Recogerlo sobre una disolución de ácido clorhídrico patrón en exceso y valorar el exceso con una base según una valoración por retroceso.
 - Recogerlo sobre una disolución de ácido bórico, y el borato formado químicamente equivalente al amoniaco, valorarlo con ácido patrón según una valoración indirecta.
 - Todos estos procedimientos son aplicables a la determinación del nitrógeno presente en sustancias orgánicas (sobre todo para la determinación del contenido proteínico de alimentos), al someter a dichos compuestos, a digestión en ácido sulfúrico concentrado en presencia de sulfato potásico y de catalizadores de mercurio, cobre y selenio, según el método de Kjeldhal.

Material

- Balanza analítica.
- Granatario.
- Pesasustancias.
- Vasos de precipitados.
- Matraces Erlenmeyer.
- Pipetas aforadas de doble enrase.
- Bureta dosificadora.
- D automático. *Pro-nitro I de Selecta.*

Reactivos

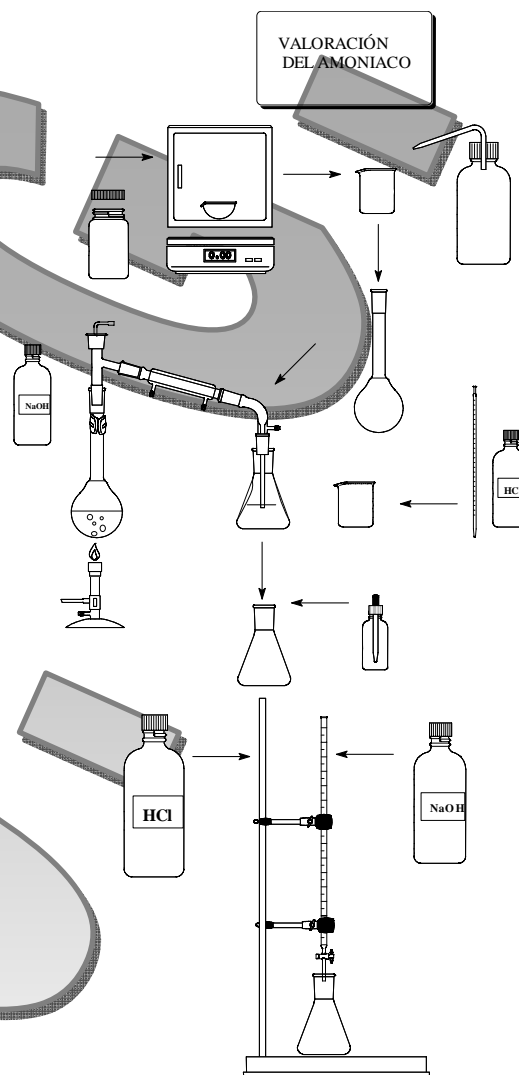
- Fenolftaleína.
- Anaranjado de metilo.
- Ácido clorhídrico patrón.
- Hidróxido sódico patrón.
- Hidróxido sódico al 8 %.
- Ácido bórico al 2,5 %.

Procedimientos

Determinación según el método indirecto.

1. Pesa en una balanza analítica y con la máxima precisión alrededor de 0,23 g de abono (ó 0,20 g de una sal amónica como el sulfato amónico).
2. Disuelve la sal en unos 50 ml de agua en un vaso de precipitados.
3. Transvasa a un tubo de destilación tipo Kjeldahl automático (enjuagando el vaso 3 veces con unos 50 ml de agua y añadiendo al matraz).
4. Ajusta inmediatamente todos los cierres del equipo.
5. En un matraz Erlenmeyer de 250 ml pon 50 ml de solución de ácido bórico al 2,5 % y sitúa el extremo del condensador unos milímetros por debajo del nivel del ácido.
6. Agrega al matraz de destilación unos 50 ml de hidróxido sódico al 8 %³³.
7. Destila hasta obtener unos 100-150 ml de destilado.
8. Ensaña en los vapores la inexistencia de amoniaco³⁴. En caso de resultado positivo sigue la destilación hasta ensayo negativo.
9. Separa el matraz Erlenmeyer y lava sobre él el extremo del condensador.
10. Añade dos gotas de anaranjado de metilo y valora de la forma habitual con ácido clorhídrico patrón.
11. Determina el contenido de nitrógeno en la muestra.

6. Calcula el contenido de nitrógeno en la muestra.



Determinación según el método por retroceso.

1. Pesa en una balanza analítica y con la máxima precisión alrededor de 0,32 g de abono (ó 0,25 g de una sal amónica como el sulfato amónico).
2. Repite el proceso según los puntos 2-7, salvo el punto 5.
3. En el matraz Erlenmeyer como colector sitúa 50 ml de ácido clorhídrico patrón.
4. Repite el proceso según los puntos 8-9.
5. Añade 2 gotas de fenolftaleína³⁵ y valora de la forma habitual con hidróxido sódico patrón.

³³ 2-3 sifonadas serán suficientes.

³⁴ Reactivo de Nessler, papel pH o papel impregnado de nitrato de mercurio (I).

³⁵ Algunos autores prefieren el rojo de metilo.

PRÁCTICA Nº 15

DETERMINACIÓN PERMANGANIMÉTRICA DEL AGUA OXIGENADA

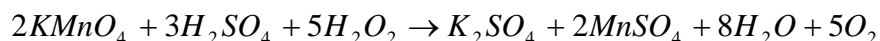
Objetivo

Hacer prácticos los conocimientos adquiridos sobre el análisis utilizando como valorante el permanganato potásico en condiciones especiales, mediante la determinación del contenido en peróxido de hidrógeno de un agua oxigenada sanitaria.

Fundamento

El ion permanganato es un oxidante lo suficientemente fuerte como para ser utilizado en la mayoría de las valoraciones redox.

El peróxido de hidrógeno reacciona con el permanganato en disolución ácida, con reducción de este y desprendimiento de oxígeno.



El resultado de esta determinación puede expresarse en tanto por ciento de peróxido de hidrógeno (que es la forma usual en las disoluciones concentradas), sin embargo, en las disoluciones diluidas generalmente se expresa la riqueza en “**volúmenes**”. Se dice que una disolución de agua oxigenada es de **n** volúmenes cuando un volumen de la misma, es capaz de suministrar **n** litros de oxígeno medidos en condiciones normales (0 °C y 760 mm de presión), según la reacción:



Material

- Balanza analítica.
- Granatario.
- Pesasustancias.
- Vasos de precipitados.
- Agitador.
- Vidrio de reloj.
- Crisol filtrante.
- Kitasato.
- Placa calefactora con agitación.
- Agitador magnético.
- Matraces Erlenmeyer.
- Pipetas aforadas de doble enrase.
- Bureta dosificadora.
- Trompa de vacío.

Reactivos

- Permanganato potásico.
- Oxalato sódico patrón primario.
- Ácido sulfúrico.
- Ácido fosfórico.

Procedimiento

Preparación de la disolución ~ 0,1 N de permanganato potásico.

1. Pesa en un granatario entre 3,2 y 3,3 g de cristales de permanganato de potasio.
2. Disuelve³⁶ con una varilla agitadora en un vaso de precipitados de 250 ml con unos 150 ml de agua la sal, decantando la disolución a un vaso de precipitados grande, añadiendo más agua y repitiendo el proceso hasta conseguir la mayor cantidad posible de sustancia disuelta y llegando hasta 1 litro de disolución en el vaso grande³⁷.
3. Cubre el vaso de precipitados con un vidrio de reloj (o papel de aluminio) y calienta a ebullición incipiente al menos durante 30 minutos³⁸.
4. Deja reposar en el vaso de precipitados tapado durante 24 horas o preferiblemente durante más tiempo.
5. Filtra la disolución por decantación a través del crisol filtrante³⁹ con suave succión despreciando los últimos mililitros que es donde se encuentra principalmente la mayor parte del dióxido de manganeso precipitado⁴⁰.
6. Transvasa del kitasato a un frasco de vidrio de color topacio y limpio.
7. Etiqueta de forma conveniente.

Preparación de la disolución de oxalato sódico patrón primario.

1. Pesa, en un granatario, alrededor de unos 7 g de oxalato sódico (en una cápsula de porcelana) y seca en estufa a 105 °C durante 1 ó 2 horas.
2. Enfría en desecador.
3. Tara un pesasustancias (previamente sometido a desecado el mismo tiempo y a

³⁶ El permanganato potásico aunque es soluble lo es de manera muy lenta.

³⁷ De forma alternativa se puede disolver en el litro de agua agitando y calentando hasta completa disolución en el vaso.

³⁸ Algunos autores recomiendan calentar por debajo del punto de ebullición.

³⁹ Preferentemente del N° 4.

⁴⁰ El filtro puede lavarse por succión, tras tratamiento, de un pequeño volumen de peróxido de hidrógeno con una gotas de ácido nítrico, seguido de lavado con agua.

la misma temperatura) en la balanza analítica.

4. Transvasa al pesasustancias la mayor cantidad oxalato sódico y pesa rápidamente y con la mayor precisión posible.
5. En un vaso de precipitados limpio con unos 150 ml de agua destilada disuelve el patrón primario. Vierte su contenido en un matraz aforado de 1 litro.
6. Enjuaga al menos unas 5 veces con unos 100 ml de agua destilada el vaso de precipitados y transvasa al matraz aforado.
7. Afora exactamente según el procedimiento habitual.
8. Transvasa a una botella de reactivo que esté perfectamente limpia y seca.
9. Calcula exactamente su normalidad.
10. Etiqueta de forma conveniente.

Normalización del permanganato potásico

1. Enjuaga una pipeta de doble aforo de 20 ml totalmente y un par de veces con la disolución patrón tirando la disolución.
2. Con pipeta de doble aforo toma una alícuota de 20 ml de solución patrón de oxalato sódico⁴¹ y vierte en un matraz Erlenmeyer de 250 ml.
3. Añade al matraz unos 125 ml de ácido sulfúrico al 5 % y homogeneiza la disolución.
4. Monta una bureta sobre un soporte de tamaño adecuado y utilizando o unas pinzas dobles de bureta o dos pinzas de bureta separadas 15 ó 20 cm⁴².
5. Con agua destilada, comprueba tanto su estanqueidad como que puede verter de forma controlada y gota a gota.
6. Con pequeñas porciones de la solución de permanganato potásico de concentración aproximada 0,1 N enjuaga reiteradas veces la bureta en toda su extensión y sin olvidar la punta de la misma⁴³.

⁴¹ A veces resulta más conveniente la utilización de una masa exacta y seca (en nuestro caso alrededor de 0,15 g) del patrón.

⁴² La bureta debe quedar en todo momento vertical.

⁴³ Evita la presencia de burbujas en la punta de la bureta.

1. Llena la bureta y anota el volumen inicial⁴⁴.
2. Vierte gota a gota (controlando la llave de la bureta con la mano izquierda) a una velocidad rápida y con agitación suave con el agitador magnético hasta consumir unos 16 ml⁴⁵.
3. Calienta hasta 55-60 °C y valorar ahora gota a gota lentamente y con agitación más fuerte⁴⁶ hasta débil color rosa persistente al menos durante 30 s⁴⁷.
4. Anota el volumen final, siendo el volumen de valoración la diferencia entre el volumen final y el inicial⁴⁸.
5. Repite el proceso para otras dos alícuotas exactamente iguales.
6. Calcula el volumen medio gastado.
7. Haz una prueba en blanco⁴⁹ valorando por el mismo procedimiento una muestra de 20 ml de agua con 125 ml de ácido sulfúrico al 5 %.
8. Resta al volumen medio el volumen consumido en la valoración del blanco.
9. Calcula exactamente la normalidad de la disolución del permanganato potásico utilizando el volumen medio corregido.

⁴⁴ El intentar enrasar exactamente en el cero sólo vale para perder tiempo.

⁴⁵ Aproximadamente el 80 % del volumen a emplear.

⁴⁶ En cualquier caso debe evitarse una agitación enérgica, pues como productor intermedio de la oxidación del oxalato se puede formar algo de peróxido de hidrógeno que tienen la misma equivalencia y también se valora y no plantea problemas si no se desproporciona con la agitación intensa en agua y oxígeno, que aunque también es químicamente equivalente puede escapar del medio de reacción antes de reaccionar.

⁴⁷ Algunos autores consideran mejor valorar lentamente desde el principio y siempre por encima de los 60 °C. Así se evita la formación de excesos locales de permanganato. Las primeras adicciones de permanganato tardan en decolorarse puesto que la oxidación del oxalato tiene un periodo de inducción de algunos segundos. Esta reacción, lenta en un principio, se ve catalizada por un poco de ion manganeso (II) formado en los primeros momentos de la valoración, por lo que a partir de ahí la reacción transcurre con rapidez.

⁴⁸ La disolución es tan coloreada que puede ser necesario leer el menisco en la parte exterior de la bureta.

⁴⁹ Para análisis rigurosos siempre es preceptivo hacer una valoración en blanco.

Valoración del agua oxigenada.

1. Haz los cálculos necesarios del volumen a tomar de la muestra problema a fin de poder valorar con unos 20 ml de solución patrón de permanganato potásico ~ 0,1 N.⁵⁰
2. Toma el volumen calculado y llévalo a un matraz Erlenmeyer.
3. Diluye hasta unos 130 ml de agua.
4. Añade 20 ml de ácido sulfúrico diluido 1:5.
5. Valora⁵¹ con solución de permanganato potásico hasta débil color rosa persistente⁵².
6. Valora otras dos alícuotas del mismo volumen⁵³.
7. Sin cargar nuevamente la bureta, valora un blanco compuesto por agua destilada y el ácido sulfúrico en las mismas cantidades.
8. Calcula el volumen medio consumido y réstale el volumen consumido en el blanco si este es significativo⁵⁴.
9. Calcula la riqueza del agua oxigenada en % p/v.
10. Calcula la riqueza del agua oxigenada en volúmenes.

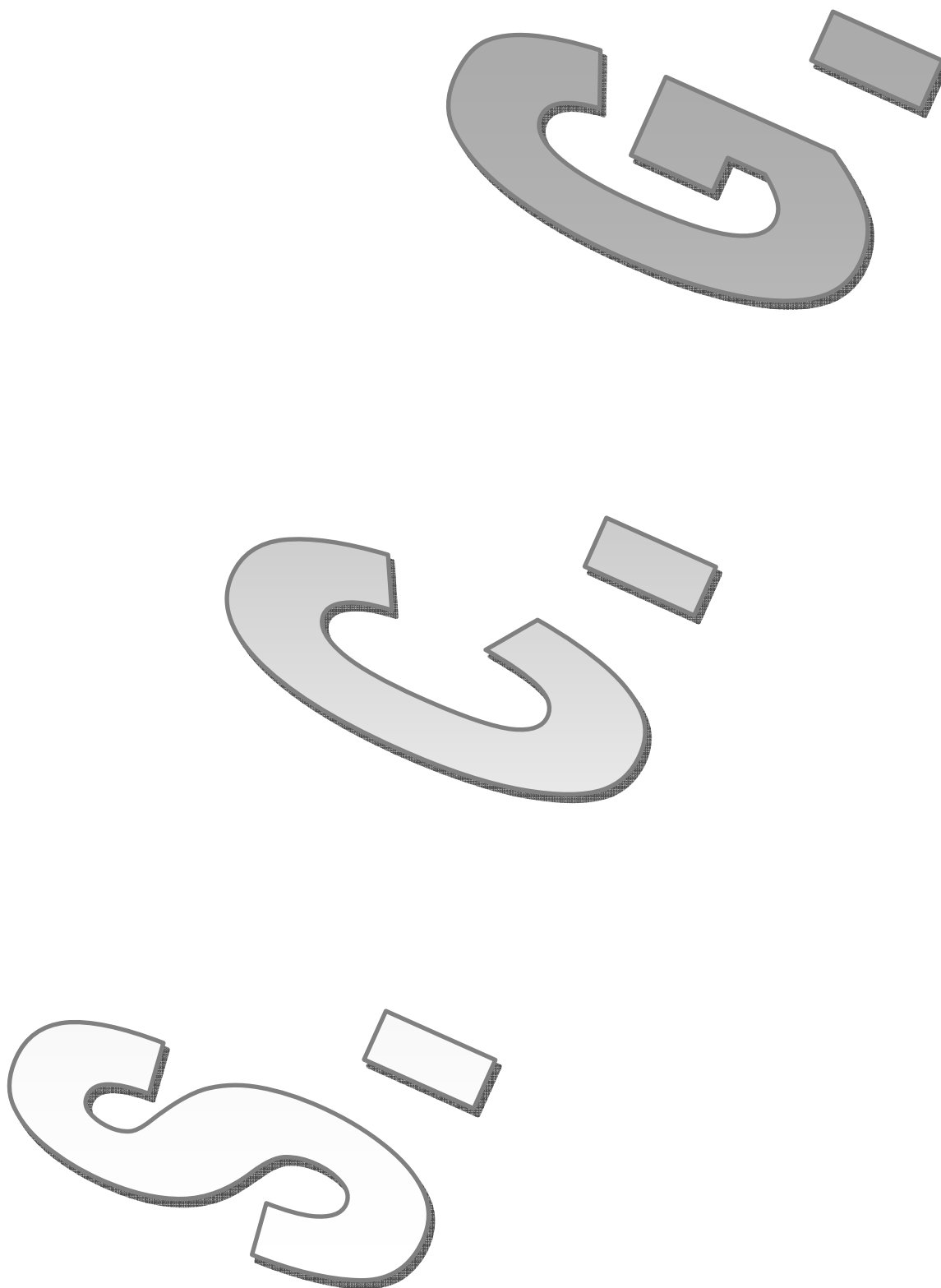
⁵⁰ Si es necesario diluye la muestra, como siempre utilizando pipetas de doble aforo y matraces volumétricos.

⁵¹ La agitación debe ser continua pero lenta a fin de no perder nada del posible oxígeno formado por desproporción del peróxido de hidrógeno.

⁵² La temperatura debe ser la ambiental. No se debe calentar por el mismo motivo expuesto en la nota anterior, es decir, para no el posible oxígeno generado en la desproporción del agua oxigenada.

⁵³ El volumen consumido no debe diferir en más de 0,2 mL.

⁵⁴ El volumen se puede medir.



PRÁCTICA Nº 16

DETERMINACIÓN DE D.Q.O. EN AGUAS RESIDUALES

Objetivo

Hacer prácticos los conocimientos adquiridos sobre el análisis utilizando como valorante el dicromato potásico, mediante la determinación de la Demanda Química de Oxígeno de un agua residual utilizando como indicador del punto final un indicador redox colorimétrico interno.

Fundamento

El ion dicromato es un oxidante lo suficientemente fuerte (aunque menos que el permanganato) como para ser utilizado en una gran cantidad de valoraciones redox.

La emisión de residuos industriales puede caracterizarse de acuerdo a su contenido en carbono o demanda de oxígeno. Puesto que muchos compuestos orgánicos en disolución pueden ser oxidados con dicromato en caliente a reflujo, la medida del consumo de este dicromato constituye una buena estimación de la concentración de este tipo de contaminantes. Esta determinación puede efectuarse por valoración por retroceso con una solución patrón de Fe (II).

La Demanda Química de Oxígeno (DQO) se define como la cantidad de oxígeno químicamente equivalente al dicromato consumido

La oxidación de la materia orgánica con dicromato aún en medio ácido y con calefacción es excesivamente lenta por lo que se recurre a catalizarla con Ag (I).

Material

- Granatario.
- Balanza analítica.
- Vasos de precipitados.
- Agitador magnético.
- Placa agitadora.
- Agitador magnético.
- Matrices Erlenmeyer.
- Pipetas aforadas de doble enrase.
- Bureta dosificadora.
- Matrices aforados.
- Digestor automático. *Pro-nitro I de Selecta.*

Reactivos

- Dicromato potásico patrón primario.
- Ácido sulfúrico concentrado.
- Ácido fosfórico siruposo (máxima concentración).
- Sulfato ferroso amónico hexahidratado.
- Sulfato de plata (I).
- Sulfato de mercurio (II).
- 1,10-fenantrolina monohidratada.
- Sulfato ferroso heptahidratado.

Procedimiento

Preparación de la disolución patrón de dicromato potásico 0,1 N.

1. Efectúa los cálculos oportunos, para la correcta preparación de 1 litro de disolución patrón de dicromato de potasio 0,1 N⁵⁵.
2. Pesa en un granatario la masa calculada más un 10 % en exceso.
3. En estufa seca el reactivo durante 1 hora al menos a 145 °C.
4. Enfría en desecador.
5. Pesa en balanza analítica la cantidad calculada⁵⁶.
6. Disuelve en un vaso con unos 200 ml de agua destilada⁵⁷. Transvasa a un matraz aforado de 1 litro. Enjuaga al menos 3 veces el vaso llevando su contenido al matraz aforado.
7. Afora exactamente según el procedimiento habitual.
8. Transvasa a una botella de reactivo que esté perfectamente limpia y seca.
9. Calcula exactamente su normalidad⁵⁸.
10. Etiqueta de forma conveniente.

Preparación de la disolución patrón de ataque de dicromato potásico 0,01 N.

1. Mezclar, 100 mL de ácido fosfórico, 2,4500 g de dicromato potásico p.p.⁵⁹, 2 g de sulfato de plata y 100 mL de ácido sulfúrico.
2. Agita lentamente.
3. Deja reposar toda la noche.
4. Afora a 1 L.

Preparación de la disolución patrón de Fe (II) ~ 0,05 N.

1. Efectúa los cálculos oportunos, para la correcta preparación de 1 litro de

disolución patrón de sulfato ferroso amónico hexahidrato 0,05 N⁶⁰.

2. Pesa en un granatario la masa calculada.
3. Disuelve en un vaso con unos 200 ml de agua destilada.
4. Transvasa a una botella de reactivo que esté perfectamente limpia.
5. Etiqueta de forma conveniente.

Preparación de la disolución indicadora de ferroína⁶¹.

Disuelve en 100 mL de agua destilada 1,49 g de 1,10-fenantrolina monohidrato y 0,695 g de sulfato ferroso heptahidratado. Envasa y etiqueta.

Normalización de la solución de hierro (II).

1. Toma exactamente 25 mL de solución de dicromato potásico 0,05 N⁶² y llévalos a un matraz de Erlenmeyer.
2. Añade 100 ml de agua.
3. Añade unos 20 ml de ácido sulfúrico concentrado y enfría a temperatura ambiente.
4. Añade 2 o 3 gotas de ferroína.
5. Valora con solución de Fe (II) (hasta color naranja oscuro persistente).
6. Repite el proceso para otras dos muestras más.
7. Efectúa una valoración en blanco⁶³.
8. Calcula la normalidad exacta de la solución de hierro (II).

Determinación.

1. Poner en un tubo digestor, 5 mL exactos de la muestra de agua, 0,15 g de sulfato de mercurio (II)⁶⁴ sólido y 25 mL exactos de dicromato de potasio ácido 0,05 N.
2. Calienta en digestor, controlando la temperatura a 165 °C durante 60 minutos.

⁵⁵ Se debe tener en cuenta la riqueza de la sal en el reactivo patrón primario utilizado.

⁵⁶ Si resulta tedioso, pesa lo más próximo posible sin perder tiempo, pero con la máxima exactitud.

⁵⁷ Recupera del pesasustancias todo el reactivo.

⁵⁸ En función de la masa pesada y no la calculada.

⁵⁹ O su equivalente según la riqueza del reactivo.

⁶⁰ Se debe tener en cuenta la riqueza de la sal. También denominada sal de Mohr.

⁶¹ Es el complejo ferroso de la 1,10-fenantrolina.

⁶² Prepararlo a partir de la disolución 0,1 N.

⁶³ Su resultado debe ser restado del volumen consumido encada una de las valoraciones de las muestras, salvo que se haya utilizado la alternativa puesta en juego en la nota número 7.

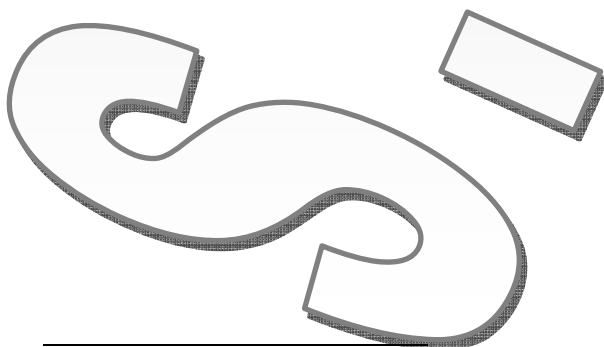
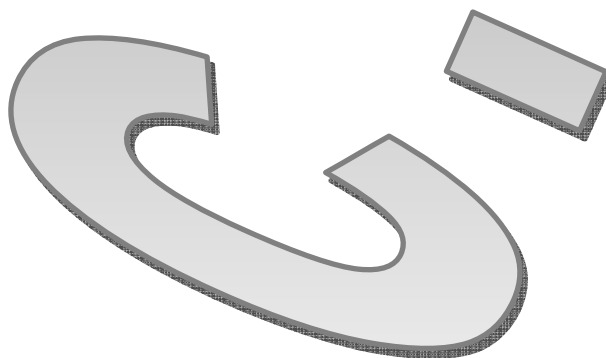
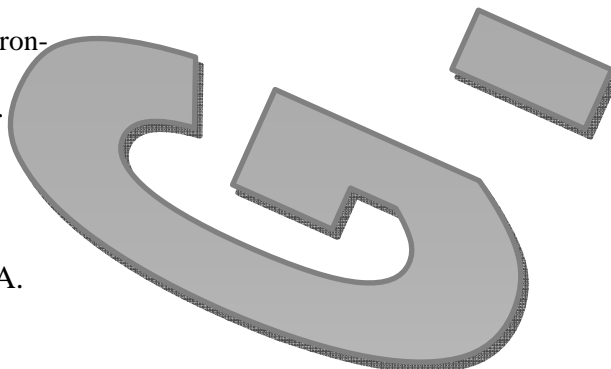
⁶⁴ Para acomplejar los posibles cloruros, ya que estos se oxidarían a cloro, y se cometería un error por exceso en la determinación.

3. Con sumo cuidado pasa el contenido del vaso a un matraz de Erlenmeyer.
4. Lava reiteradas veces y verter sobre el matraz de Erlenmeyer⁶⁵.
5. Agrega 2 ó 3 gotas de solución de ferroína.
6. Valora con Fe (II) hasta color marron-rojizo.
7. Valora dos muestras más y un blanco.
8. Calcula la DQO.

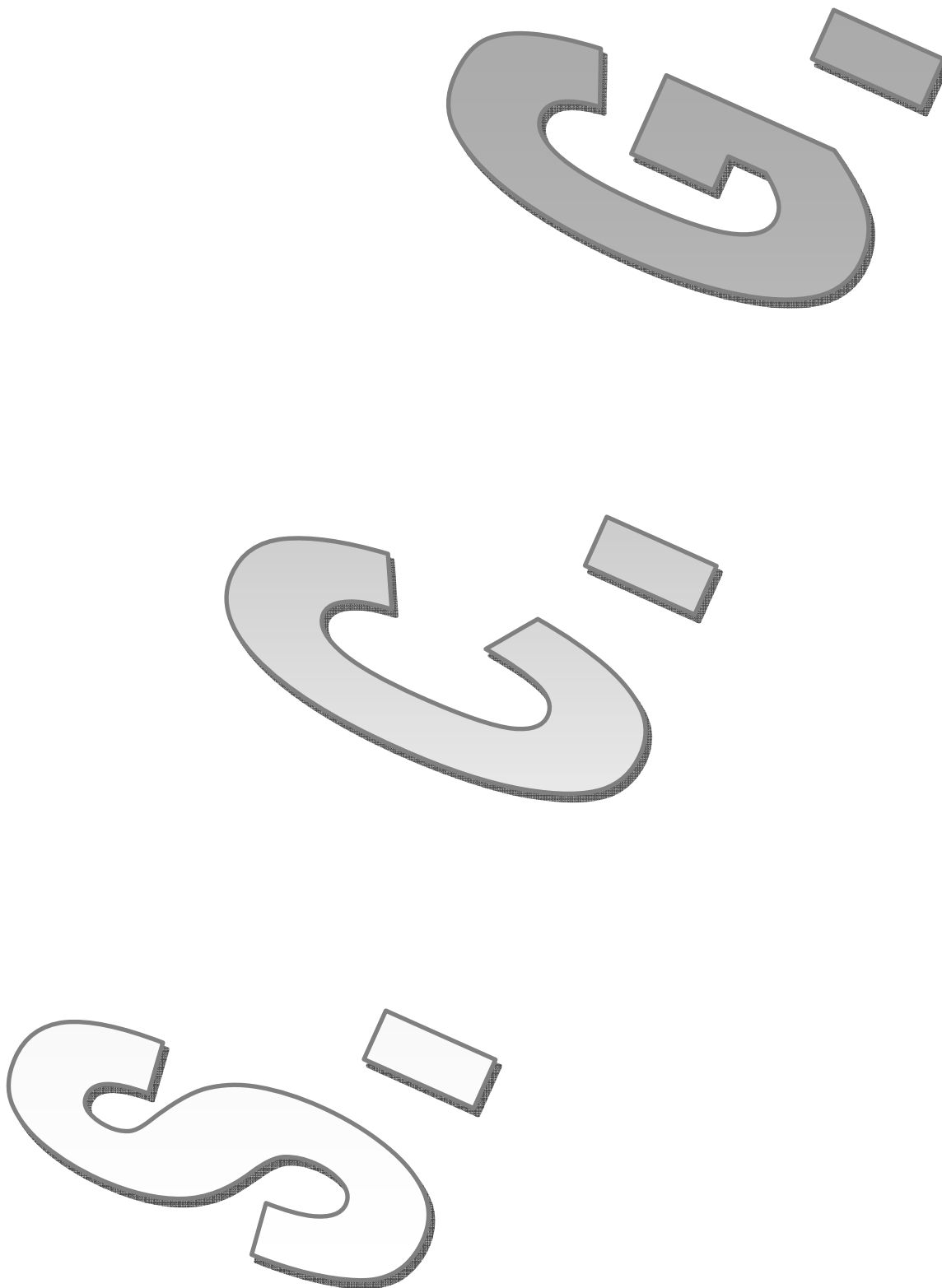
Referencias:

Aguas de Uso y Consumo.

F. I. Coloma y otros. Ed. EDITEX, S.A.



⁶⁵ Si la mezcla aquí quedara color verde claro, será necesario repetir todo el proceso diluyendo previamente el agua problema al 50 % o más según los casos.



PRÁCTICA Nº 17

DETERMINACIÓN YODOMÉTRICA DE UNA LEJÍA COMERCIAL

Objetivo

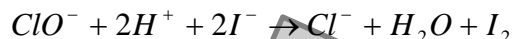
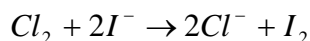
Hacer prácticos los conocimientos adquiridos sobre el análisis utilizando los métodos indirectos con yodo (yodometrías), mediante la determinación del contenido en cloro activo de una lejía utilizando como indicador del punto final un indicador de adsorción como el almidón.

Fundamento

Las lejías de cloro, también denominadas como “agua de cloro” es un sistema en equilibrio que contiene cloro disuelto y, además, un poco de ácido hipocloroso formado en su reacción con el agua:



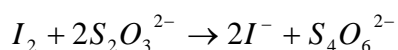
Tanto el cloro como el ácido hipocloroso son oxidantes del ion yoduro y tienen la misma equivalencia en la oxidación. Incluso en disolución de ácido acético, ambos oxidan al yoduro:



El clorito, otro anión presente habitualmente en las mezclas blanqueantes no verifica esta reacción de oxidación en medio acético, pues necesita un medio fuertemente ácido, y además, presenta una equivalencia diferente.

Normalmente, en las disoluciones blanqueantes se analizan los componentes oxidantes totales, de forma independiente a su composición, operando en medio ácido mineral y expresando el resultado como “cloro disponible” o como “oxígeno disponible”, aunque puede no existir ninguna de estas dos especies en disolución.

El yodo (a su vez un oxidante) así liberado puede ser valorado con solución patrón del reductor tiosulfato de sodio:



Material

- Vasos de precipitados.
- Matraces Erlenmeyer.
- Pipetas aforadas de doble enrase.
- Bureta dosificadora.
- Matraces aforados.

Reactivos

- Tiosulfato sódico patrón.
- Almidón soluble.
- Yoduro potásico.
- Ácido sulfúrico 6 N.

Procedimiento

Preparación de la disolución ~ 0,1 N de tiosulfato de sodio.

1. Pesa, en un granatario, alrededor de unos 25 g de tiosulfato sódico pentahidratado.
2. Pesa en balanza analítica 10 mg de yoduro mercúrico⁶⁶.
3. Disuelve el conjunto de los reactivos en unos 200 ml de agua destilada recién hervida⁶⁷.
4. Diluye a un litro en un frasco limpio y de color topacio⁶⁸.
5. Etiqueta de forma conveniente.

Preparación de la disolución indicadora de almidón⁶⁹

1. Calienta a ebullición 500⁷⁰ ml de agua destilada.
2. Prepara una papilla con 5 g de almidón soluble y 10 mg de yoduro mercúrico en la menor cantidad posible de agua destilada y fría.
3. Añade la papilla preparada al agua.
4. Enfría la disolución y añade 15 g de yoduro de potasio.
5. Transvasa a un frasco bien limpio y etiqueta de forma conveniente.

Normalización de la disolución de tiosulfato de sodio.

1. Efectúa los cálculos oportunos para saber el volumen de alícuota⁷¹ de dicromato potásico

⁶⁶ Se utiliza como conservante. Otros autores consideran mejor la utilización de carbonato sódico en una concentración de 0,01 % en equilibrio con el CO₂ atmosférico.

⁶⁷ Para eliminar tanto el CO₂ disuelto como ciertas bacterias que pueden causar la descomposición del tiosulfato en hidrogenosulfito y azufre elemental en medios débilmente ácidos.

⁶⁸ Cualquier proceso de descomposición se ve acelerado por la presencia de la luz.

⁶⁹ Como alternativa puede utilizarse una disolución de almidón soluble al 5 % en formamida.

⁷⁰ Prepara la cantidad necesaria teniendo en cuenta que se han de utilizar de 2-3 ml de disolución indicadora en cada proceso de valoración.

⁷¹ Alternativamente se puede utilizar el dicromato potásico patrón en forma sólida (seca a 140 °C al menos durante una hora antes de ser pesada) y

a tomar para gastar en el proceso de valoración aproximadamente unos 20 ml de la disolución de tiosulfato de sodio.

2. Diluye en el matraz Erlenmeyer la alícuota con unos 80 ml de agua exenta de cloro⁷².
3. Calcula la cantidad necesaria a utilizar de yoduro potásico.
4. Añádela en exceso sobre la disolución de dicromato de potasio.
5. Mientras se gira el matraz añade 10 ml de ácido clorhídrico 1 F preparado con agua exenta de cloro.
6. Guarda en la oscuridad durante 10 minutos a fin de que se complete la reacción.
7. Valora con el tiosulfato sódico patrón que queremos normalizar, sin indicador hasta que se haya reducido la mayor parte del yodo generado (alrededor del 90 % de la valoración).
8. Añade ahora unos 2 ml de disolución indicadora de almidón⁷³.
9. Termina la valoración ahora lentamente. El punto final viene dado por el viraje del azul verdoso al verde nítido⁷⁴.
10. Repite el proceso de valoración para dos alícuotas más⁷⁵.
11. Calcula el volumen medio consumido para las tres alícuotas.
12. Calcula la normalidad exacta de la disolución de tiosulfato sódico.

Análisis de una lejía⁷⁶

1. Efectúa los cálculos oportunos para obtener una concentración de la disolución problema operativa a partir de la lejía comercial.
2. Haz la dilución acorde a los cálculos⁷⁷.

disolviéndola en unos 100 ml de agua exenta de cloro.

⁷² El agua debe estar exenta de cloro al ser este un oxidante. Se consiguen eliminar el cloro libre por ebullición prolongada del agua destilada. Debe enfriarse antes de ser usada.

⁷³ En la yodometrías o métodos indirectos con yodo, no se debe añadir la disolución indicadora del almidón hasta que estemos cerca del punto final de la valoración del yodo con el tiosulfato para evitar la adsorción irreversible del yodo por el almidón.

⁷⁴ Debe observarse con buen luz y sobre fondo blanco.

⁷⁵ Ajustando ahora más aún el momento de la adición de la disolución indicadora de almidón.

⁷⁶ Según la legislación vigente, el contenido de cloro libre de las lejías comerciales para uso doméstico no debe superar el 5 %.

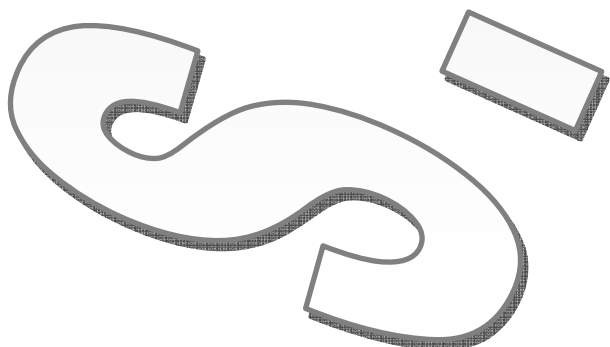
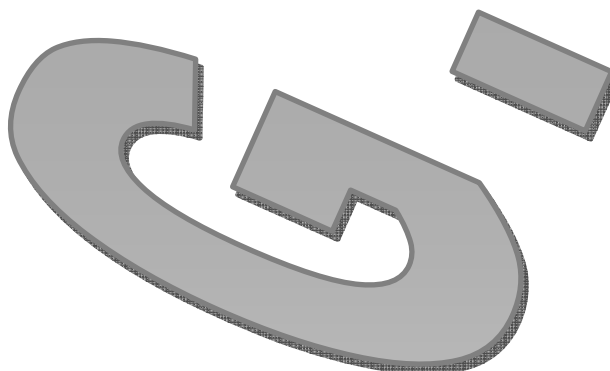
3. Efectúa los cálculos oportunos para calcular el volumen de alícuota más idóneo para consumir aproximadamente 20 ml de tiosulfato patrón.
4. Toma la alícuota y llévala al matraz Erlenmeyer.
5. Diluye con agua⁷⁷ hasta 100 ml.
6. Calcula la cantidad necesaria de yoduro potásico y añade en exceso para disolver⁷⁸.
7. Añade 10 ml de ácido sulfúrico 6 N.
8. Valora con disolución de tiosulfato sódico sin añadir el indicador.
9. Cuando el color de la disolución es sólo ligeramente amarilla (o casi carente de color) añade 2 ml de disolución de almidón.
10. Termina el proceso de valoración. El punto final es la total desaparición del color azul.
11. Si se sospecha que hemos sobrepasado el punto final, añade un pequeño volumen exactamente medido de la disolución diluida de la muestra problema.
12. Valora ahora más lentamente hasta alcanzar el punto final.
13. Repite el proceso de valoración para otras dos alícuotas más.
14. Calcula el volumen medio consumido de los tres procesos de valoración⁷⁹.
15. Calcula el contenido en cloro disponible en la disolución problema.
16. Expresa el resultado como % de cloro.
17. Expresa el resultado como p.p.mil de hipoclorito cálcico⁸⁰.
18. Expresa el resultado en oxígeno disponible.
19. Propón un método para saber si existe o no existe clorito en la lejía, y determinar su concentración expresada como % en clorito sódico, especificando como realizar los cálculos.

⁷⁷ Siempre debe utilizarse agua destilada y recién hervida reiteradamente para que esté exenta de cloro.

⁷⁸ Justifica la masa utilizada de yoduro de potasio.

⁷⁹ Es posible calcular el volumen medio consumido al ser iguales los volúmenes de la muestra.

⁸⁰ La forma más frecuente de preparar las lejías comerciales de uso doméstico.



PRÁCTICA Nº 18

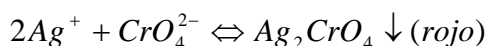
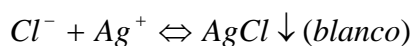
DETERMINACIÓN ARGENTIMÉTRICA DE CLORURO EN AGUAS

Objetivo

Hacer prácticos los conocimientos adquiridos sobre el análisis argentimétrico utilizando los métodos directos con catión plata mediante la determinación del contenido del cloruro de una muestra de agua de consumo utilizando como indicador del punto final un indicador colorimétrico como el cromato de potasio.

Fundamento

El ion cloruro puede determinarse por argentimetría a pH controlado y utilizando como indicador el dicromato de potasio:



En este método es crítico, tanto el valor del pH, como la cantidad de cromato potásico a utilizar para que los resultados sean satisfactorios.

También debe tenerse en cuenta que la acción indicadora es más nítida empleando luz amarilla (puesto que éste es el color de la mezcla de reacción) y que es necesario evitar en todo momento la luz directa intensa (por la fotosensibilidad de las sales de plata).

Material

- Granatario.
- Balanza analítica.
- Pesasustancias.
- Horno de Mufla.
- Desecador.
- Vasos de precipitados.
- Vidrio de reloj.
- Matraces Erlenmeyer.
- Pipetas aforadas de doble enrase.
- Bureta dosificadora.

Reactivos

- Cloruro sódico (o cloruro potásico) p.p.
- AgNO_3 .
- Cromato de potasio (5 %).

Procedimientos

Preparación de la disolución patrón 0,01 N de cloruro de sodio (o de potasio) p.p.

1. Efectúa los cálculos oportunos para la preparación de un litro de solución de cloruro de sodio 0,01 N.
2. Pesa en una cápsula de porcelana en el granatario la cantidad calculada más un 10 % de exceso.
3. Seca en horno de mufla a 270 °C al menos durante 1 hora.
4. Pesa la cantidad anteriormente calculada (o lo más próxima posible) con la máxima exactitud en la balanza analítica.
5. Disuelve en agua destilada de la forma habitual.
6. Transvasa a un matraz aforado de 1 litro y enjuaga de la forma habitual.
7. Afora el matraz de la forma habitual.
8. Transvasa a un frasco de reactivos limpio y seco⁸¹.
9. Calcula la normalidad exacta de la disolución en función del peso utilizado.
10. Etiqueta de forma conveniente.

Preparación de la disolución indicadora de cromato de potasio al 5 %

1. Pesa en granatario 5 g de cromato de potasio.
2. Disuelve en 50 ml de agua destilada.
3. Añade gota a gota disolución de nitrato de plata 0,1 N hasta que se forme un precipitado rojo claro persistente.
4. Filtra y lava con 50 ml de agua.
5. Transvasa a un frasco bien limpio incluyendo las aguas de lavado y etiqueta de forma conveniente.

Preparación de la disolución de nitrato de plata ~ 0,005 N.

1. Efectúa los cálculos oportunos para determinar la cantidad de nitrato de plata a

⁸¹ Si no se dispone de un frasco seco, como siempre con los patrones y disoluciones de concentración exacta, enjuaga al menos tres veces con pequeñas porciones de la disolución a transvasar.

utilizar, para la preparación de 1 litro de disolución⁸².

2. Pesa la cantidad calculada en granatario.
3. Disuelve en agua destilada en un vaso.
4. Transvasa a un frasco color topacio limpio de 1 litro.
5. Con las aguas de enjuagar termina por llenar el frasco etiquetando de forma conveniente.

Normalización de la disolución de nitrato de plata ~ 0,005 N⁸³.

1. Pesa en granatario y en un matraz 0,25 g de carbonato cálcico⁸⁴ exento de cloruros.
2. Añade 50 ml de agua destilada y suspende en ella el carbonato cálcico.
3. Añade 1ml de cromato potásico al 5 %.
4. De la forma habitual llena la bureta con nitrato de plata patrón.
5. Añade lentamente y gota a gota solución de plata patrón hasta que se forme un color rojo anaranjado persistente y diferente del color amarillo⁸⁵ que toma el valorado con el cromato⁸⁶. Anota el volumen. Conserva la muestra como patrón de viraje.
6. Toma una alícuota de 10 ml de solución patrón primario de cloruro de sodio.
7. Añade hasta 50 ml de agua y 1ml de cromato de potasio.
8. Valora con solución de plata rápidamente y con agitación enérgica hasta el 90 % de la valoración⁸⁷.
9. Valora ahora lentamente hasta viraje rojo-naranja, comparando con el matraz Erlenmeyer del blanco tras agitarlo vigorosamente. Anota el volumen. Desecha el contenido del matraz de

⁸² En nuestro caso 0,85 g. También puede prepararse por dilución de nitrato de plata 0,1 N_{SV}, con lo que ya no se necesita normalizar, o a partir de cualquier disolución más concentrada de nitrato de plata, con lo que deberemos normalizarla.

⁸³ No es necesario si se ha partido de una disolución 0,1 N_{SV}.

⁸⁴ Esta suspensión inerte simulará el precipitado blanco de cloruro de plata obtenido en la valoración.

⁸⁵ La observación es más nítida bajo luz amarilla.

⁸⁶ Deben bastar unas gotas y este volumen constituirá el volumen consumido por el blanco.

⁸⁷ Calculada en función de la alícuota y de las normalidades exactas del cloruro de sodio y aproximada del nitrato de plata.

Erlenmeyer del blanco y conserva el de la alícuota 1.

10. Toma otra alícuota igual y valora de la misma forma hasta viraje por comparación con la alícuota 1. Anota el volumen. Reserva la alícuota 2.
11. Añade 1 cristal⁸⁸ de cloruro de sodio a la mezcla de reacción de la alícuota 1 y una gota de nitrato de plata patrón a la mezcla de reacción 2 para obtener, tras agitación, los tonos que quedan inmediatamente antes y después del punto final.
12. Valora por el mismo procedimiento una tercera alícuota, añadiendo las últimas gotas lentamente hasta obtener el tono intermedio obtenido por la agitación de los matraces Erlenmeyer de las alícuotas 1 y 2. Anota el volumen.
13. Calcula el volumen medio consumido en las valoraciones.
14. Sustrae el volumen del blanco.
15. Calcula la normalidad exacta de la disolución de nitrato de plata.

Evaluación de la muestra de agua.

1. Efectúa los cálculos oportunos para determinar el volumen óptimo de muestra, en función de la normalidad obtenida para el nitrato de plata patrón y del valor referenciado de cloruros en el agua⁸⁹.
2. En consonancia con lo anteriormente expuesto, toma una alícuota mínima de la muestra y mensurable en cuanto al volumen a gastar de nitrato de plata⁹⁰.
3. Añade agua destilada hasta 25 ml y 1 ml de solución indicadora de cromato de potasio.
4. Valora gota a gota hasta viraje del indicador.
5. Con el volumen consumido en la alícuota de prueba, calcula el volumen de alícuota a emplear en la valoración, para que no se gaste más de una bureta y se consuma el máximo de la misma.

⁸⁸ Un solo cristal debe ser suficiente.

⁸⁹ Según la legislación, el contenido máximo admisible de cloruros en aguas destinadas para el consumo humano es de 250 mg/l. En Alcalá de Henares 14-26 mg/L.

⁹⁰ Para ello puede tomarse como hipótesis que el contenido sea medio del valor referenciado.

Valoración de la muestra de agua⁹¹.

1. Según los cálculos anteriores toma la alícuota a valorar⁹².
2. Añade 25 ml de agua con agua destilada exenta de cloruros⁹³.
3. Añade 1 ml de cromato de potasio⁹⁴.
4. Valora agitando continuamente y gota a gota disolución de nitrato de plata⁹⁵ con ayuda de la bureta dosificadora⁹⁶ hasta que aparezca el primer color rojo (pardo rojizo) permanente.
5. Anota el volumen consumido.
6. Describe la composición del blanco a utilizar.
7. Efectúa un ensayo en blanco⁹⁷.
8. Corrige el volumen de valoración de la muestra según el volumen consumido en el blanco.
9. Calcula el resultado en mg/l de cloruro.
10. Calcula el resultado en meq/l⁹⁸.

Referencias:

Chapman, H. D., y Pratt, P. F.:
Methods of analysis for Soils, Plants and Water, pp. 98-100 (1961).

Reitmeier, R. F.:
Semimicroanalysis of Saline oil solutions.
Inds. And Engin. Chem. Analyt. Ed. 15,
pp. 393-402 (1943).

⁹¹ La muestra será única para evaluar la exactitud del alumno con lo que debe procurarse no cometer error alguno.

⁹² El método oficial describe que la muestra a valorar y previamente para ajustar el valor del pH, debe acidularse con ácido sulfúrico concentrado hasta viraje de anaranjado de metilo.

⁹³ El método oficial no describe la dilución.

⁹⁴ El método oficial dictamina el uso de sólo 4 gotas.

⁹⁵ El método oficial utiliza nitrato de plata 0,005 N

SY.

⁹⁶ El método oficial preconiza el uso de microburetas de 10 ml.

⁹⁷ Las correcciones del ensayo en blanco varían en función no sólo de la cantidad utilizada del dicromato, sino que también varían en función del volumen de la muestra en el punto final de la valoración, y generalmente aumenta regularmente de 0,03 ml a 0,20 ml cuando aumenta el volumen de 2 a 12 ml.

⁹⁸ Esta es la forma de expresión usual en muchos etiquetados de aguas minerales y mineromedicinales envasadas para el consumo humano.

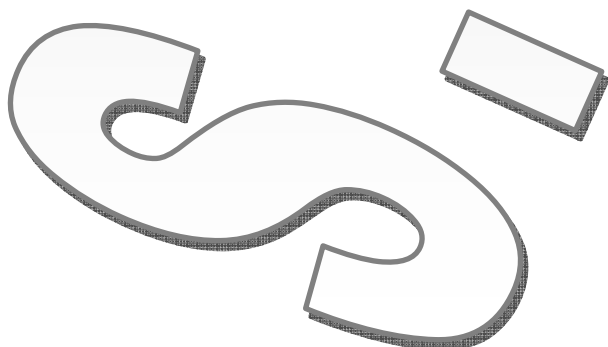
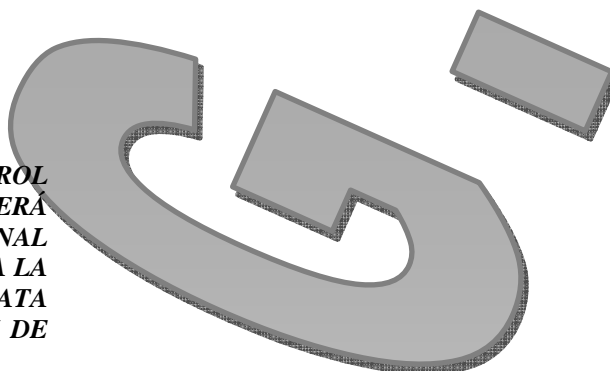
Stout, P. R., y Johnson, C. M.:
Methods of Soil Analysis. Part 2, pp. 1125-1126. American Society of Agronomy.

Métodos Oficiales de Análisis de Aguas, núm. 6.

Todos en *Métodos Analíticos en Alimentaria. AGUAS*, de PANREAC (1985).

NOTA

DADO EL CARÁCTER DE CONTROL PRÁCTICO, EL ALUMNO DEBERÁ ENTREGAR EN HOJA APARTE AL FINAL DE LA SESIÓN TODO LO REFERENTE A LA NORMALIZACIÓN DEL PATRÓN DE PLATA Y A LA EVALUACIÓN Y VALORACIÓN DE LA MUESTRA DE AGUA.



PRÁCTICA Nº 19

DETERMINACIÓN COMPLEXOMÉTRICA DE LA DUREZA DE UN AGUA

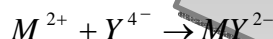
Objetivo

Hacer prácticos los conocimientos adquiridos sobre el análisis utilizando los métodos directos con EDTA (quelatometrías), mediante la determinación de la dureza de un agua utilizando como indicador del punto final un indicador colorimétrico como el negro de eriocromo T (NET).

Fundamento

Los elementos alcalinotérreos presentes en el agua (que al fluir por los estratos minerales disuelven en su recorrido una apreciable cantidad de estas sales), particularmente el calcio y el magnesio que determinan la dureza de un agua, forman un complejo de tipo quelato con la sal disódica del ácido etilendiaminotetraacético. La desaparición de las últimas trazas de estos elementos libres a medir se aprecia a pH controlado por el viraje de un indicador específico, el NET, que mide con gran precisión la suma de iones calcio y magnesio presentes en la muestra.

La indicación se debe al magnesio presente en la muestra por lo que si este no existe, o está en muy escasa proporción, debe añadirse a la muestra en forma de complexón-magnesio



Si se efectúa el análisis complexométrico del calcio a pH controlado y mediante un indicador específico como la calceína obtendremos la dureza cálcica, con lo que la dureza magnésica queda determinada como la sustracción entre la dureza total y la dureza cálcica.

Material

- Granatario.
- Balanza analítica.
- Estufa de secado.
- Desecador.
- Vasos de precipitados.
- Matraces Erlenmeyer.
- Pipetas aforadas de doble enrase.
- Bureta dosificadora.

Reactivos

- Etilendiaminotetraacetato sódico.
- Hidróxido amónico.
- Cloruro amónico.
- Complexón-magnesio 0,1 M sv.
- Negro de Eriocromo T.
- Hidróxido sódico 1 N.
- Calceína (o indicador mixto calceína + timolftaleína).

Procedimientos

Preparación de la disolución 0,01 M de EDTA.

1. Efectúa los cálculos oportunos para la preparación de 1 litro de disolución de EDTA 0,01 M.
2. Pesa, en un granatario, alrededor de un 110 % del peso obtenido, en una cápsula de porcelana.
3. Seca a 110 °C durante al menos una hora⁹⁹.
4. Enfría en desecador.
5. Pesa en balanza analítica la cantidad más próxima a la calculada y con la mayor exactitud posible.
6. Disuelve en unos 200 ml de agua destilada y transvasa a un matraz aforado de 1 litro.
7. Enjuaga reiteradas veces con agua destilada.
8. Afora a un litro según la técnica habitual.
9. Transvasa a un frasco de reactivos limpio y seco.
10. Etiqueta de forma conveniente.

Preparación de la disolución tampón de pH 10.

1. Pesa en granatario 54 g de cloruro de amonio.
2. Disuelve en unos 200 ml de agua.
3. Transvasa a un frasco de 1 litro bien limpio.
4. Añade 350 ml de amoniaco al 25 %.
5. Completa hasta llegar a 1 litro.
6. Etiqueta de forma conveniente.

Evaluación de la muestra.

1. Mide con la mayor precisión posible 10 ml de agua de la muestra¹⁰⁰ y lléalos a un matraz.
2. Añade 2 gotas de NET¹⁰¹ (disolución al 1%)¹⁰².

⁹⁹ Mejor si son dos horas y a más baja temperatura.

¹⁰⁰ Si las aguas son turbias deben acondicionarse hasta quedar transparente por tratamiento y filtrado con talco lavado o carbón activo.

3. Añade 2 ml de solución tampón de pH 10.
4. Añade 1ml de complexón magnesio.
5. Llena la bureta con EDTA 0,01 M.
6. Valora gota a gota y lentamente en la primera muestra agitando de forma continua hasta que el color de vino tinto, vire a un color azul puro.
7. Anota el volumen consumido.

Determinación de la dureza total de un agua.

1. Mide con la mayor precisión posible y en función del valor obtenido en la evaluación la muestra de agua de la muestra y lléalos a un matraz.
2. Añade 2 gotas de NET (disolución al 1%).
3. Añade 2 ml de solución tampón de pH 10.
4. Añade 1ml de complexón magnesio.
5. Llena la bureta con EDTA 0,01 M.
6. Valora gota a gota y lentamente en la primera muestra agitando de forma continua hasta que el color de vino tinto, vire a un color azul puro.
7. Anota el volumen consumido.
8. Repite el proceso al menos para dos muestras más¹⁰³.
9. Calcula el volumen medio.
10. Calcula la dureza total, expresada como:
11. Grados hidrotrímétricos franceses.
12. meq de carbonato de calcio.
13. ppm de calcio.
14. g/l de calcio.

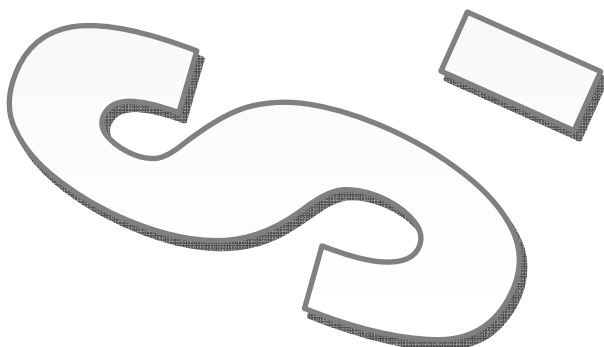
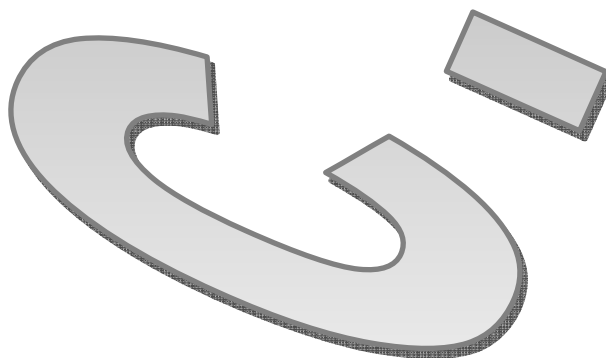
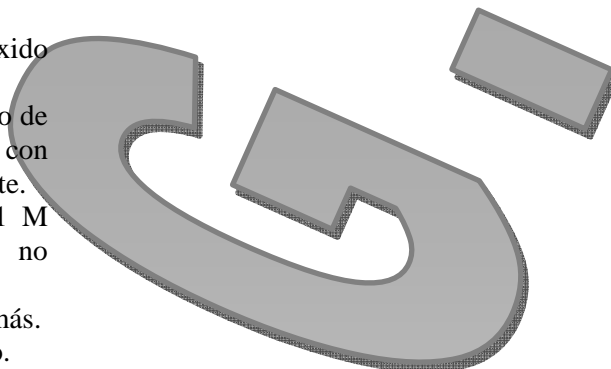
¹⁰¹ A veces suele ser recomendable el uso de los indicadores complexométrico en forma de sólido molturado con nitrato potásico, ya que son muy inestables las disoluciones lo que dificulta su conservación.

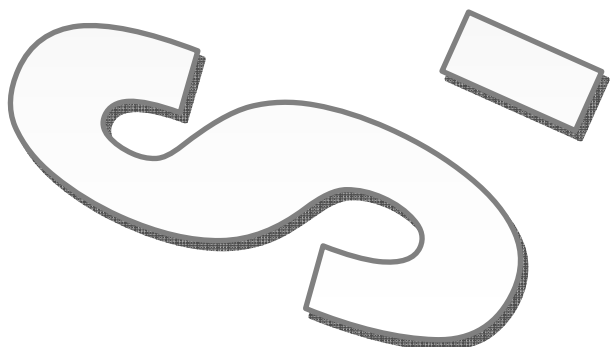
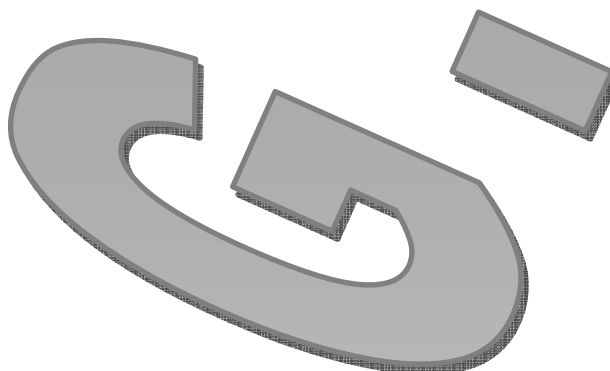
¹⁰² Si se presume de elevada la concentración de bicarbonatos en el agua debe eliminarse como sigue: A los 100 ml de agua se le añade 1 ml de ácido clorhídrico c.c. y se hierve durante 1 minuto con lo que eliminamos el dióxido de carbono. Enfriamos y agregamos dos gotas de NET. El líquido suele tomar un tono rosado. Neutraliza con hidróxido sódico 1 N hasta que vire al color del vino tinto. Sigue la técnica habitual a partir de aquí.

¹⁰³ Bastaría otra si los volúmenes consumidos no difieren en más de 0,1 ml.

Determinación de la dureza cálcica de un agua.

1. Toma una muestra exactamente idéntica a la usada para la determinación de la dureza total.
2. Añade 2 ml de solución de hidróxido sódico 1 N.
3. Añade unos 20 mg de indicador mixto de calceína. La disolución debe quedar con un color verde amarillento fluorescente.
4. Valora con solución de EDTA 0,01 M hasta viraje de color violeta no fluorescente.
5. Repite el proceso para dos muestras más.
6. Calcula el volumen medio consumido.
7. Calcula la dureza cálcica expresada como en el caso anterior.
8. Calcula la dureza magnésica expresada como en los dos casos anteriores.





PRÁCTICA Nº 20

ANÁLISIS ORGÁNICO ELEMENTAL

Objetivo

Hacer prácticos los conocimientos adquiridos sobre el Análisis elemental cualitativo orgánico mediante la determinación de los elementos azufre, nitrógeno y los diferentes halógenos, presentes en una muestra orgánica y previa fusión alcalina.

Fundamento

El análisis elemental orgánico debe ser previo al análisis funcional, puesto que la ausencia de diferentes elementos, excluyen el que exista determinados grupos funcionales, así, por ejemplo, la ausencia de nitrógeno excluye la presencia en la muestra de aminas, amidas, nitrilos, nitro y nitrosoderivados, azidas, hidracinas, hidracinas, etc.

Las reacciones que se utilizan para la determinación de la presencia de los elementos comunes en la química orgánica son reacciones inorgánicas (puesto que los enlaces covalentes son más difíciles de investigar), lo que hace necesario la previa mineralización de la muestra. Esto se consigue fácilmente mediante el empleo de la fusión alcalina, que pasa los compuestos azufrados, nitrogenados y halogenados (los más comunes), a los iones sulfuro, cianuro y halogenuro respectivamente.

El sulfuro se identifica como precipitado de un sulfuro metálico.

El cianuro se identifica como precipitado de ferrocianuro férrico.

Los haluros se identifican como precipitados de haluros de plata.

Material

- Mortero.
- Varilla de vidrio hueca.
- Vaso de precipitados.
- Probeta.
- Tubos de ensayo y de centrífuga.
- Centrifugadora.

Reactivos

- Clorhidrato de hidroxilamina y tiourea (problema).
- Sodio metálico.
- Ácido acético.
- Acetato de plomo al 5 %.
- Nitroprusiato sódico (alternativo).
- Sulfato ferroso.
- Ácido sulfúrico diluido.
- Ácido clorhídrico.
- Ácido nítrico diluido.
- Nitrato de plata.
- Amoniaco.

Procedimientos

Preparación de la muestra.

1. Homogeneiza y pulveriza la muestra si es de sustancias sólidas con la ayuda de un mortero de porcelana¹⁰⁴.
2. Pesa aproximadamente 0,1 g de la misma¹⁰⁵.

Ensayo de halógeno por vía seca.

1. Pon un trozo de alambre de cobre limpio y pulido y pincha en su extremo un tapón de corcho.
2. Introduce su extremo libre en ácido clorhídrico.
3. Ponlo al rojo en la llama del mechero hasta que no de coloración verde a la llama.
4. Toca la muestra con el extremo limpio.
5. Vuelve a llevarla a la llama. Si aparece una coloración verde, más o menos fugaz, puede existir halógeno¹⁰⁶.

Fusión alcalina.

1. Corta una varilla de vidrio hueca de 25-30 cm, que tenga los cortes fundidos y haz un estirón en el centro¹⁰⁷.
2. Rompe uno de los cuentagotas hasta donde lo permita la fragilidad del vidrio.
3. Cierra su extremo fino a la llama y haz una pompa de aproximadamente un cm de diámetro.
4. Introduce la muestra y a continuación un trocito de sodio metálico limpio y recientemente cortado¹⁰⁸ del tamaño de un grano de arroz.

¹⁰⁴ Las muestras líquidas no necesitan preparación previa.

¹⁰⁵ En el caso de los líquidos basta con 3-5 gotas.

¹⁰⁶ Este procedimiento tiene más valor como ensayo negativo que como positivo, puesto que otras sustancias no halogenadas dan también el ensayo positivo, como derivados de la piridina y quinoleína, los ácidos orgánicos, la urea, etc.

¹⁰⁷ Como para hacer dos cuentagotas.

¹⁰⁸ Las sobras y raspaduras bajo ningún concepto deben tocar el agua, y deben devolverse al frasco del sodio que contiene tolueno como protector. El sodio no debe tocarse con las manos por lo que para

5. Calienta la pompa en el mechero, primero muy suavemente hasta conseguir que reaccione sin perder material¹⁰⁹, para después poner el vidrio al rojo, tanto en la pompa como en las paredes manchadas a fin de calcinar todo el producto y que no nos contamine la disolución.
6. Finalmente la parte de la pompa al rojo, se introduce en un vaso con unos 15 ml de agua^{110,111}.
7. Agita vigorosamente el vaso con el tubo roto.
8. Filtra con filtro de pliegues a un tubo de ensayo, y rotula como fusión alcalina¹¹².

Ensayo del azufre.

1. Toma en un tubo de ensayo 2 ml de la fusión alcalina.
2. Acidula con ácido acético¹¹³.
3. Añade unas gotas de acetato de plomo. Si aparece un precipitado negro, de sulfuro de plomo, implica la existencia de ión sulfuro en el medio y por tanto de azufre en la muestra. De forma alternativa se puede seguir el siguiente procedimiento.
4. Toma en un tubo de ensayos 1 ml de la muestra alcalina.
5. En otro tubo de ensayo disuelve un pequeño cristal de nitroprusiato sódico en 5 ml de agua destilada.
6. Añade 1 ml de esta solución al tubo de ensayo con 1 ml de la fusión alcalina. La aparición de un color violeta que evoluciona con el tiempo indica la presencia de azufre.

cortarlo y limpiarlo se utilizará pinzas y cuchillo o utensilio similar.

¹⁰⁹ Lo que ocurre con las muestras líquidas, si no se opera con cuidado, que se pueden evaporar antes de reaccionar.

¹¹⁰ Debe trabajarse con gafas protectoras y evitar las proyecciones que pueden producirse si no se ha consumido todo el sodio.

¹¹¹ El agua debe ser destilada y exenta de cloruros para que no de este elemento falsos positivos.

¹¹² Para ser válida, la disolución resultante debe ser incolora, transparente y alcalina, lo que se comprueba con papel pH.

¹¹³ Comprueba con papel pH.

Ensayo del nitrógeno.

1. Toma en un tubo de ensayo 2 ml de la fusión alcalina.
2. Añade un cristal limpio de sulfato ferroso pudiendo aparecer un precipitado verde oscuro de hidróxido ferroso o negro de sulfuro ferroso (si había azufre en la muestra problema).
3. Hierve la disolución durante al menos dos minutos¹¹⁴.
4. Acidula con ácido sulfúrico diluido. Si aparece un precipitado de color *azul prusia* el ensayo es positivo debido a la formación de ferrocianuro férrico¹¹⁵.
5. Si queremos observar perfectamente el precipitado, debemos dejar reposar algún tiempo, o mejor centrifugar.

9. En función de los resultados obtenidos identifica el halógeno según:

- El precipitado de cloruro de plata es blanco, se oscurece con la luz y se redisuelve en amoníaco con rapidez.
- El precipitado de bromuro de plata es ligeramente amarillento, se oscurece con la luz y se disuelve en amoníaco pero lentamente.
- El precipitado de yoduro de plata es amarillo, oscurece con la luz y es insoluble en amoníaco.
- No aparece precipitado, lo que implica que no existen los halógenos en la muestra problema.

Ensayo de halógenos por vía húmeda.

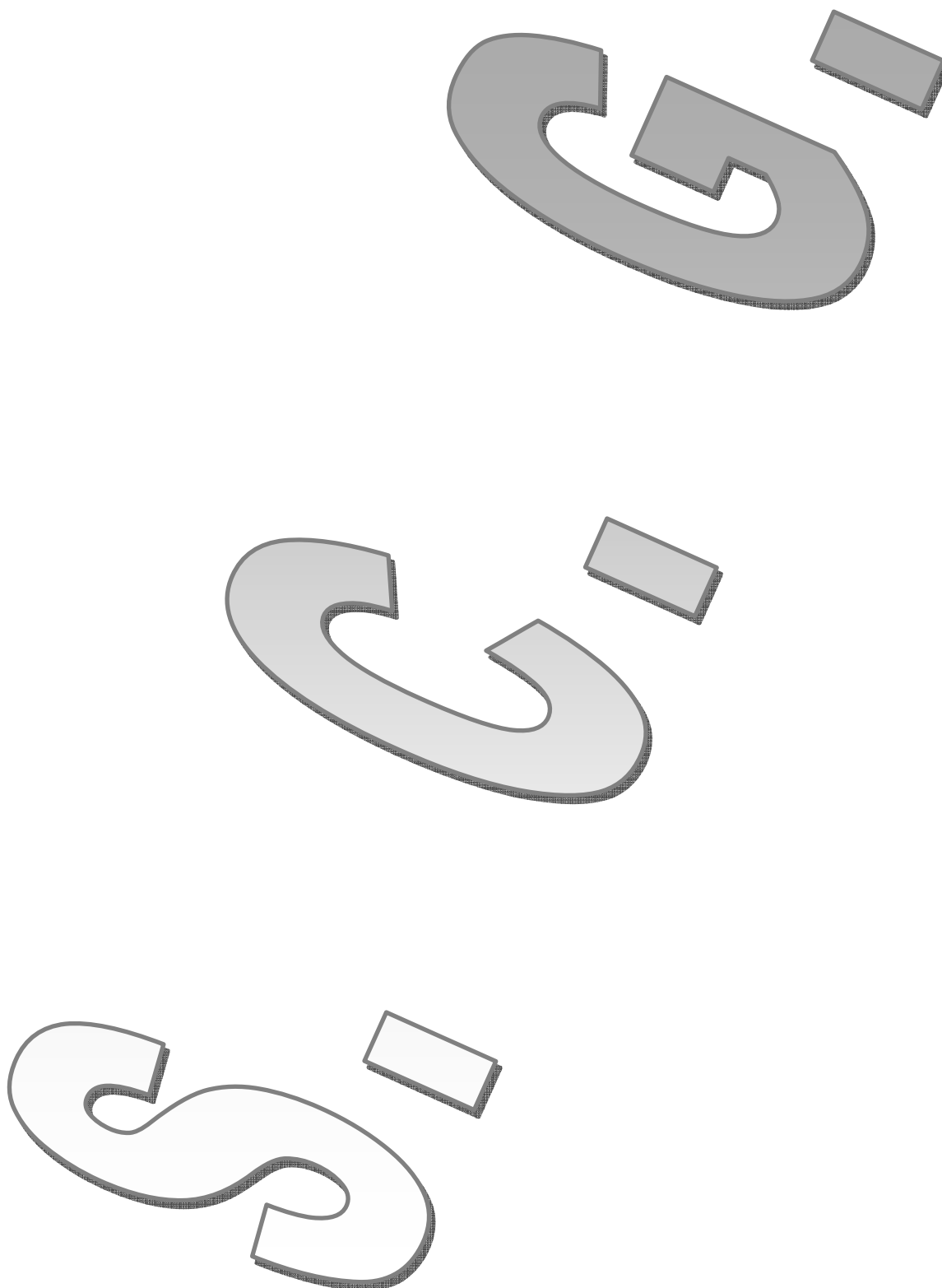
1. Toma en un tubo de ensayo 2 ml de fusión alcalina.
2. Acidula con ácido nítrico diluido.
3. Si en los ensayos posteriores hubiera resultado positivo el ensayo de azufre y/o el ensayo del nitrógeno, se debe hervir al menos durante 1 minuto para expulsar los ácidos sulfúrico y cianhídrico originados por la acción del ácido nítrico, que pueden interferir por la formación de sus correspondientes sales de plata y provocar falsos positivos.
4. Enfría la disolución.
5. Añade gotas de solución de nitrato de plata hasta precipitación completa y anota el color del precipitado y su evolución con la presencia de luz.
6. Centrifuga.
7. Añade al precipitado 1-2 ml de hidróxido amónico concentrado.
8. Anota si se redisuelve o no el precipitado¹¹⁶.

¹¹⁴ Con lo que parte de los iones ferrosos se oxidan a férricos.

¹¹⁵ A veces aparece solo coloración.

¹¹⁶ Esta prueba no es definitiva nada más que para distinguir entre cloro o bromo y yodo, al ser relativo el término solubilización rápida. La distinción más precisa entre el bromo y el cloro puede efectuarse tomando 2 ml de fusión alcalina en un tubo de ensayo, añadir 1 ml de tetracloruro de carbono y 2-3 ml de ácido nítrico concentrado para posteriormente agitar con calefacción moderada y durante poco tiempo. Si existe bromo, la fase de

tetracloruro de carbono quedará de color pardo anaranjado. Este ensayo no puede efectuarse en presencia de yodo cuyo color violeta es interferente.



PRÁCTICA Nº 21

ANÁLISIS ORGÁNICO FUNCIONAL

Objetivo

Hacer prácticos los conocimientos adquiridos sobre el Análisis orgánico funcional por vía clásica, es decir, a través del estudio de su reactividad, mediante la determinación de alcoholes, compuestos carbonílicos (aldehídos y cetonas) y aminas, como ejemplo de compuestos comunes dentro de la química del carbono.

Fundamento

Una vez efectuado el análisis elemental orgánico, se debe acometer el análisis funcional. Aunque el análisis funcional orgánico por vía clásica está en desuso debido a que la funcionalidad de los compuestos orgánicos se estudia actualmente a través del estudio de los espectros de absorción de Ultravioleta-Visible e Infrarrojo, de Resonancia Magnética Nuclear Protónica y de Masas de los compuestos, no obstante, parece necesario hacer comprender al alumno que a veces pequeñas reacciones que no suelen durar más de 10 minutos en su realización son más que suficientes para discernir entre compuestos orgánicos cuya función es diferente.

Material

- Gradillas.
- Tubos de ensayo.
- Cuentagotas.
- Baño de agua.
- Granatario.
- Probeta.

Reactivos

- Cloruro de cinc.
- Ácido clorhídrico.
- Cloruro férrico.
- Hidrógenosulfito sódico.
- Nitrato de plata.
- Hidróxido sódico.
- Hidroxido amónico.
- Sulfato de cobre.
- Tartrato sódico potásico.
- Yodo.
- Nitrito sódico.
- Etanol.
- Éter etílico.
- α -naftol.

Procedimientos

Todos los ensayos deben realizarse para todas las muestras de una misma función.

A) ALCOHOL

Ensayo de Lucas¹¹⁷.

1. Pesa 1 g de cinc y disuelve en 10 ml de ácido clorhídrico cc.
2. Toma 1 ml del problema¹¹⁸ y añade la disolución clorhídrica de cloruro de cinc a 26 o 27 °C.
3. Tapa el tubo, agita y deja reposar.
4. Mide el tiempo que tarda en formarse el derivado halogenado que se separa bajo forma de emulsión o de capa aceitosa. En los alcoholes terciarios, la formación es casi instantánea, los secundarios tardan unos 5 minutos y los primarios reaccionan peor.

Ensayo del cloruro férrico.

1. A dos o tres gotas del problema líquido, o unos 5 mg de problema sólido disueltos en unas gotas de etanol en un tubo de ensayo, añade 1 ml de solución diluida de cloruro férrico al 1 %.
2. Agita la mezcla. Si el alcohol es un fenol dará una disolución coloreada; si persiste el color amarillo de la solución férrica, se considera el ensayo negativo¹¹⁹.

B) COMPUESTOS CARBONÍLICOS

Reacción de combinación bisulfítica.

1. Toma unas gotas del problema en un tubo de ensayo y disuelve en éter.
2. Añade 1 ml de solución saturada de hidrógenosulfito sódico y agita persistentemente.

¹¹⁷ Este ensayo solo es aplicable a los alcoholes que son solubles en el reactivo, es decir los seis primeros términos de la serie homóloga.

¹¹⁸ Si el problema fuera sólido, toma 1 g y fúndelo antes de adicionar el reactivo.

¹¹⁹ La hidroquinona no da reacción de coloración al estar en forma quinónica. También dan reacción positiva los ácidos fenólicos.

3. Deja en reposo. Si aparece un precipitado blanco de la combinación bisulfítica es que el problema es un aldehído o una cetona¹²⁰.

Ensayo de Tollens.

1. Toma en un tubo de ensayo 2 ml de nitrato de plata al 5 % con unas gotas de sosa, hasta formar un precipitado pardo oscuro de óxido de plata.
2. Añade solución de hidróxido amónico al 2 % con agitación hasta redisolución del precipitado.
3. Añade dos o tres gotas de problema y agita.
4. Calienta al baño María a 50-60 °C, durante unos minutos.
5. Observa el tubo de ensayo. Si aparece un espejo por precipitación de la plata metálica, el compuesto carbonílico es un aldehído¹²¹.

Ensayo de Fehling.

1. En un tubo de ensayo introduce 2 ml de la solución de Fehling A (solución de sulfato de cobre) y 2 ml de Fehlig B (solución alcalina de tartrato de sodio y potasio).
2. Añade unas gotas del problema.
3. Si aparece un precipitado rojo de óxido cuproso, el cobre (II) ha sido reducido a cobre (I), lo que evidencia la presencia de reductores análogos a los del ensayo Tollens positivo.

Reacción del yodoformo.

1. Tritura un cristal grande de yodo y disuelve en hidróxido sódico diluido en una cápsula pequeña o mortero de porcelana.
2. Transvasa a un tubo de ensayo.
3. Añade 2 o tres gotas de problema.
4. Pon al baño María durante varios minutos.

¹²⁰ Esta reacción no la dan las cetonas muy impedidas estéricamente.

¹²¹ Salvo las α -hidroxicetonas y las 1,2-dicetonas que son reductoras, las cetonas no dan esta reacción. Algunos compuestos como hidrazinas, hidroxilaminas y aminofenoles dan esta reducción.

5. Si se separan cristales de color amarillo pálido de yodoformo con desprendimiento de olor característico, indica la presencia de una metil cetona¹²².

C) AMINAS

Ensayo con ácido nitroso.

1. En un tubo de ensayo, toma 2 o tres gotas de problema y disuelve en unos 3 ml de ácido clorhídrico diluido.
2. Enfría la disolución exteriormente en baño de hielo.
3. Añade a la mezcla enfriada 20 o 30 mg de nitrito de sodio¹²³.
4. Si hay un desprendimiento vigoroso de gas (nitrógeno) indica que el problema era una amina alifática primaria.
5. Si aparece un aceite amarillo pálido o incluso un sólido (N-nitrosamina), indica que el problema era una amina secundaria.
6. Si no hay reacción aparente, añade unas gotas de 2-naftol en sosa al 5 %, si se forma un precipitado rojo¹²⁴ del colorante azóico formado, indica que la amina era aromática. Si no aparece el precipitado coloreado, deberemos entender que el problema era una amina terciaria. De forma alternativa se puede verificar el ensayo de Hinsberg como sigue.
7. Se suspenden dos gotas de problema en 2 ml de hidróxido sódico al 20 %.
8. Añade 2 gotas de cloruro de benceno sulfonilo (o unos 100 mg de cloruro de *p*-toluensulfonilo¹²⁵).
9. Tapa el tubo y sacude vigorosamente durante 5-10 minutos.
10. Observa el tubo de ensayo:
 - Si la amina no reacciona, permanece sin disolver y se disuelve al acidular, indica que la amina era terciaria¹²⁶.

- Si se forma un precipitado blanco, se ha formado una sulfonamida de amina secundaria que ha precipitado en medio básico y cuyo sólido separado es insoluble en agua, en ácidos y lógicamente en álcalis.
- Si se ha formado una sulfonamida soluble en solución alcalina, pero que precipita al acidular, implica que la amina era primaria.

¹²² Esta reacción también la da el acetaldehído y aquellos alcoholes que por oxidación pueden formar metil cetonas.

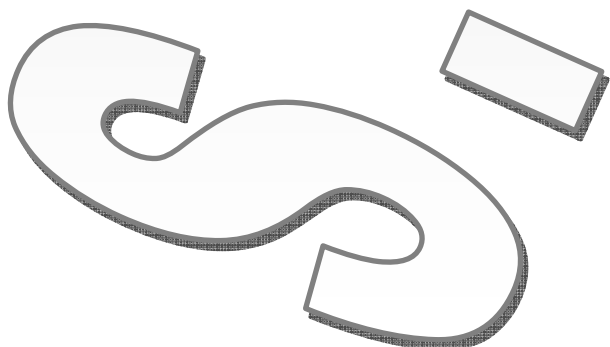
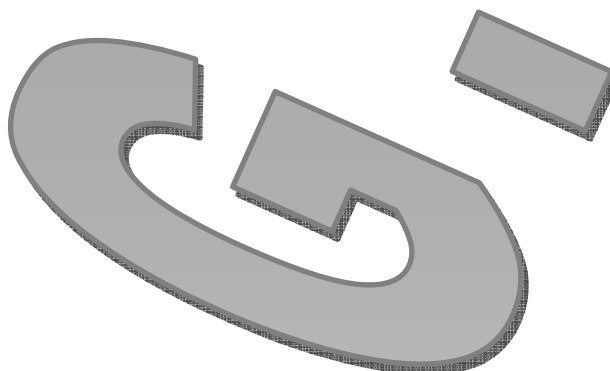
¹²³ Alternativamente se pueden usar 2 ó 3 ml de solución de nitrito de sodio al 1 %.

¹²⁴ A veces anaranjado.

¹²⁵ También denominado cloruro de tosilo.

¹²⁶ Solo las aminas aromáticas terciarias cuya posición 4 está libre forman el hidrocloreuro del nitrosocompuesto correspondiente, que es de color

anaranjado en medio ácido, pero que al alcalinizar con sosa, se libera el nitrosoderivado que suele presentar color verde.



PRÁCTICA Nº 22

DETERMINACIÓN DE CARBOHIDRATOS REDUCTORES EN VINOS

Objetivo

Hacer prácticos los conocimientos adquiridos sobre el Análisis Cuantitativo por vía clásica, de los principales componentes bioquímicos, en este caso, de los carbohidratos, mediante la determinación de los azúcares reductores en un vino blanco seco.

Fundamento

Para analizar los azúcares, previamente se deben eliminar de la muestra el resto de materias reductoras presentes en la muestra, lo que se consigue mediante una defecación plúmbica o mercúrica (precipitación) y su posterior filtrado.

Una vez eliminadas el resto de las sustancias reductoras, el problema se resuelve mediante una simple valoración de una disolución de Cu (II) por yodimetría a la que previamente se ha hecho reaccionar con la muestra en medio básico.

El resultado se suele expresar como la cantidad de azúcar, expresada en mg de azúcar invertido contenido en la muestra, mediante la utilización de una tabla que correlaciona el volumen corregido consumido de tiosulfato 0,1 N_{SV} con el contenido de azúcares de la muestra.

Material

- Equipo de digestión a reflujo.
- Baño de agua.
- Crisol filtrante.
- Kitasato y trompa de agua.
- Matraces aforados.
- Pipetas.
- Bureta dosificadora.

Reactivos

- Acetato de plomo trihidratado s.s..
- Hidróxido sódico 1 N.
- Carbonato cálcico.
- Sulfato de cobre (II) pentahidratado.
- Ácido cítrico anhidro.
- Carbonato sódico decahidratado.
- Yoduro potásico.
- Ácido sulfúrico.
- Almidón.
- Cloruro sódico.
- Tiosulfato sódico 0,1 N_{SV}.

Procedimientos

Preparación de la solución de acetato de plomo.

1. Pesa 100 g de acetato de plomo (II) trihidratado en un vaso de 250 ml.
2. Añade 100 ml de agua destilada y caliente.
3. Agita hasta disolución completa.
4. Envasa y etiqueta de forma conveniente.

Preparación de la solución cupro-alcalina.

1. Prepara una disolución de 25 g sulfato de cobre (II) pentahidratado en 100 ml de agua destilada.
2. Prepara una disolución de 50 g de ácido cítrico anhidro en 300 ml de agua destilada.
3. Prepara una disolución de 388 g de carbonato sódico decahidratado en 400 ml de agua destilada.
4. Mezcla las disoluciones de ácido cítrico y de carbonato sódico.
5. Añade a continuación la disolución cúprica y completa hasta 1 litro con agua destilada.

Preparación de la solución de almidón.

Debe contener 5 g/l de almidón y contener como conservante 200 g/l de cloruro de sodio. En el momento de la preparación debe mantenerse a ebullición al menos durante 10 minutos.

Preparación de la solución de tiosulfato 0,1 N.

1. Prepara 1 l de solución de tiosulfato sódico.
2. Normaliza frente a dicromato potásico patrón por yodimetría.

Preparación de la solución de yoduro potásico.

1. Pesa 30 g. de yoduro potásico.
2. Disuelve en 100 ml de agua destilada.
3. Transvasa a frasco topacio y etiqueta de forma conveniente.

Defecación.

1. Lleva 200 ml de vino a un vaso de 250 ml¹²⁷.
2. Añade gota a gota solución de hidróxido sódico 1 N hasta un valor de pH neutro¹²⁸.
3. Transvasa por el procedimiento habitual a un matraz aforado de 250 ml¹²⁹.
4. Añade con agitación 5 ml de solución saturada de acetato de plomo.
5. Añade 1 g de carbonato cálcico.
6. Agita de forma energética y deja sedimentar por lo menos durante 15 minutos.
7. Enrasa con agua destilada.
8. Añade 1 ml de agua más¹³⁰.
9. Filtra a presión reducida¹³¹.

Digestión.

1. En un matraz introduce 25 ml de vino defecado, 25 ml de solución cupro-alcalina y unos trozos de porcelana porosa.
2. Pon a ebullición con rapidez y con la máxima fuerza del mechero¹³².
3. Conecta el refrigerante de reflujo y mantén la ebullición durante diez minutos.
4. Enfría inmediatamente bajo corriente de agua.

Valoración.

1. A la solución fría, añade 10 ml de la solución de yoduro de potasio, 25 ml de ácido sulfúrico al 25 % v/v y 2 ml de la solución indicadora de almidón.
2. Valora con tiosulfato 0,1 N. Anota el volumen gastado V.

¹²⁷ En el método oficial se utilizan 100 ml de vino y matraz de aforado de 125 ml.

¹²⁸ En el método oficial se describe el añadir (V-0,5) ml de hidróxido sódico 1 N_{SV}, siendo V el volumen de hidróxido sódico 0,1 N_{SV} para la valoración de la acidez total de 10 ml de vino.

¹²⁹ Enjuagando varias veces con pequeñas porciones de agua destilada.

¹³⁰ En el método oficial y para matraces de 125 ml se especifica 0,6 ml.

¹³¹ Preferentemente con crisol de vidrio N° 3 lavado con agua caliente y en kitasato limpio y seco.

¹³² Debe empezar a ebullición antes de dos minutos.

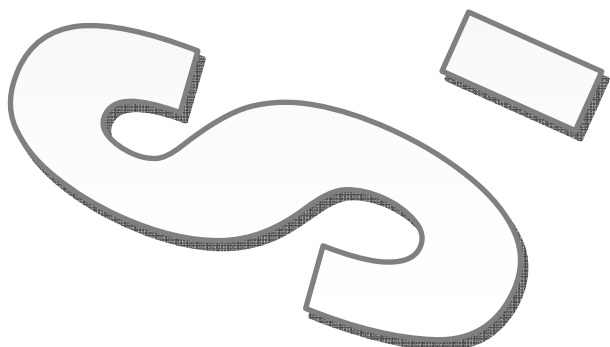
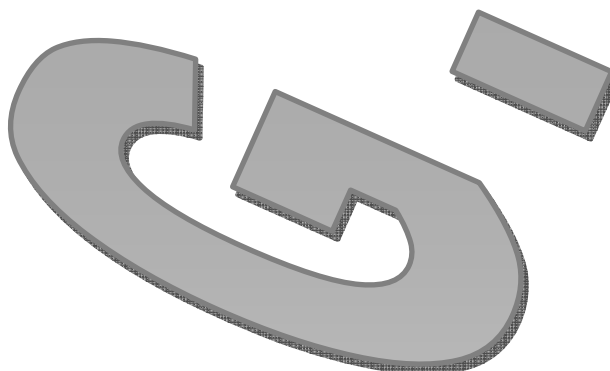
3. Efectúa una prueba en blanco sustituyendo los 25 ml de vino defecado con 25 ml de agua destilada. Anota el volumen gastado V_0 .
4. Corrige el volumen consumido en la muestra.
5. Con la ayuda de la tabla calcula el contenido de azúcares reductores en la muestra.
6. Calcula los gramos/l de azúcares reductores presentes en la muestra.

Métodos Analíticos en Alimentaria.
PANREAC. *Métodos Oficiales de Análisis.*
Productos derivados de la uva y similares.

Referencias:

Recueil del Méthods Internationales
d'Analyse de Vins. O.I.V.A. 4e 29-31. En

Azúcares reductores, expresados en mg/L de glucosa										
ml $S_2O_3^{2-}$ 0,1 N	Primera cifra decimal									
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0	0,0	0,3	0,6	1,0	1,3	1,6	1,9	2,2	2,6	2,9
1	3,2	3,5	3,8	4,2	4,5	4,8	5,1	5,4	5,7	6,1
2	6,4	6,7	7,1	7,4	7,7	8,1	8,4	8,7	9,0	9,4
3	9,7	10,0	10,4	10,7	11,0	11,4	11,7	12,0	12,3	12,7
4	13,0	13,3	13,7	14,0	14,4	14,7	15,0	15,4	15,7	16,1
5	16,4	16,7	17,1	17,4	17,8	18,1	18,4	18,8	19,1	19,5
6	19,8	20,1	20,5	20,8	21,2	21,5	21,8	22,2	22,5	22,9
7	23,2	23,5	23,9	24,2	24,6	24,9	25,2	25,6	25,9	26,3
8	26,6	26,9	27,3	27,6	28,0	28,3	28,6	29,0	29,3	29,7
9	30,0	30,3	30,7	31,0	31,3	31,7	32,0	32,4	32,7	33,0
10	33,4	33,7	34,1	34,4	34,8	35,1	35,4	35,8	36,1	36,5
11	36,8	37,2	37,5	37,9	38,2	38,6	38,9	39,3	39,6	40,0
12	40,3	40,7	41,0	41,4	41,7	42,1	42,4	42,8	43,1	43,5
13	43,8	44,2	44,5	44,9	45,2	45,6	45,9	46,3	46,6	47,0
14	47,3	47,7	48,0	48,4	48,7	49,1	49,4	49,8	50,1	50,5
15	50,8	51,2	51,5	51,9	52,2	52,6	52,9	53,3	53,6	54,0
16	54,3	54,7	55,0	55,4	55,8	56,2	56,5	56,9	57,3	57,6
17	58,0	58,4	58,8	59,1	59,5	59,9	60,3	60,7	61,0	61,4
18	61,8	62,2	62,5	62,9	63,3	63,7	64,0	64,4	64,8	65,1
19	65,5	65,9	66,3	66,7	67,1	67,5	67,8	68,2	68,6	69,0
20	69,4	69,8	70,2	70,6	71,0	71,4	71,7	72,1	72,5	72,9
21	73,3	73,7	74,1	74,5	74,9	75,3	75,6	76,0	76,4	76,8
22	77,2	77,6	78,0	78,4	78,8	79,2	79,6	80,0	80,4	80,8
23	81,2	81,6	82,0	82,4	82,8	83,2	83,6	84,0	84,4	84,8
24	85,2	85,6	86,0	86,4	86,8	87,2	87,6	88,0	88,4	88,8
25	89,2	89,6	90,0	90,4	90,8	91,2	91,6	92,0	92,4	92,8



PRÁCTICA Nº 23

DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE YODO EN GRASAS

Objetivo

Hacer prácticos los conocimientos adquiridos sobre el Análisis Cuantitativo por vía clásica, de los principales componentes bioquímicos, en este caso, de los lípidos, mediante la determinación del índice de yodo en un aceite comercial.

Fundamento

El índice yodo de un cuerpo graso es función de su grado de insaturación. Se determina fácilmente añadiendo a la muestra un exceso de reactivo halogenado, y valorando el reactivo que no reacciona.

El derivado halogenado se determina yodimétricamente, mediante la adición de yoduro de potasio y su posterior valoración con tiosulfato 0,1 N. Esto obliga a que el reactivo a utilizar esté libre de oxidantes.

Como reactivos se pueden utilizar, el reactivo de Wijs basado en el tricloruro de yodo o en el monoclóruo de yodo, o el reactivo de Hanus en base a monobromuro de yodo. Ambos se utilizan en concentración 0,2 N. Estos reactivos bastante insoluble en agua se preparan en solución de ácido acético glacial.

La muestra al ser también insoluble en agua se disuelve en tetracloruro de carbono.

El índice de yodo se expresa convencionalmente por el peso de yodo absorbido en 100 partes de peso de la materia grasa.

Material

- Balanza de precisión.
- Matraz de Erlenmeyer.
- Matraces aforados.
- Pipetas.
- Bureta dosificadora.

Reactivos

- Monobromuro de yodo (monoclóruo de yodo o tricloruro de yodo).
- Yoduro de potasio.
- Almidón soluble.
- Tiosulfato sódico.
- Ácido acético glacial.
- Tetracloruro de carbono (exento de materias oxidantes).

Procedimientos

Preparación de la solución de Hanus.

1. Pesa 10 g de monobromuro¹³³ de yodo.
2. Disuelve en matraz¹³⁴ de Erlenmeyer con 500 ml de ácido acético glacial exento de etanol.
3. Transvasa a un frasco de color topacio y tapón esmerilado y etiqueta convenientemente.

Valoración¹³⁵.

1. En un matraz de Erlenmeyer limpio y seco pesa de 0,25 a 0,30¹³⁶ g de aceite¹³⁷.

¹³³ En el caso del reactivo de Wijs, se deben pesar 9 g de triclورو de yodo y disolverlos en una mezcla de 700 ml de ácido acético glacial y 300 ml de tetracloruro de carbono. Se determina su contenido en halógeno tomando 5 ml de la disolución, añadiendo 5 ml de yoduro de potasio al 10 % y 30 ml de agua para valorar con tiosulfato sódico patrón en presencia de almidón como indicador. Una vez determinado, se añaden 10 g de yodo, y se vuelve a determinar el contenido en cloro que debe ser igual a vez y media que la primera determinación. Se añade otra vez a la mezcla algo de yodo con el fin de sobrepasar este límite, puesto que no puede quedar ni rastro de triclورو de yodo por ser interferente. Se deja decantar y se pone en un frasco de color topacio. En el caso de utilizar monoclورو de yodo, se utiliza el mismo sistema pero se emplea 19 g de reactivo, si bien a la hora de determinar su contenido en halógeno inicialmente se debe añadir unos mg de yodo. Posteriormente se debe diluir si es preciso de tal forma que 5 ml de reactivo correspondan aproximadamente a 10 ml de tiosulfato 0,1 N_{SV}.

¹³⁴ Preferiblemente de color topacio.

¹³⁵ En todo momento de debe utilizar luz difusa y material de color topacio preferentemente.

¹³⁶ Se debe utilizar una cantidad de grasa tal que, una vez finalizada la reacción, deberá quedar sin absorber una cantidad de yodo igual, por lo menos, al 70 % de la cantidad total del yodo añadida. Para ello se puede utilizar la siguiente tabla:

Índice de yodo previsto	Muestra (g)
< 5	3,00
5-20	1,00
21-50	0,60
51-100	0,30
101-150	0,20
151-200	0,15

¹³⁷ El aceite debe estar limpio y claro, sino debe ser filtrado previamente.

2. Disuelve en 10 ml de tetracloruro de carbono.
3. Añade exactamente 25 ml de reactivo de Hanus.
4. Tapa el frasco y mezcla con agitación suave.
5. Deja reposar al menos una hora en la oscuridad y a una temperatura de 15-25 °C.
6. Añade 20 ml de solución de yoduro de potasio al 10 %.
7. Añade 100 ml de agua destilada.
8. Homogeneiza la disolución.
9. Valora con tiosulfato de sodio patrón (0,1 N) utilizando como indicador disolución indicadora de almidón, añadida como siempre, poco antes del final de la valoración.
10. Realiza una prueba en blanco en idénticas condiciones.
11. Calcula el índice de yodo según la fórmula:

$$\text{Índice}_{\text{yodo}} = \frac{V - V_0}{m} \cdot 1,269$$

Donde, V y V₀ son los volúmenes consumidos por la muestra y el blanco de tiosulfato 0,1000 N¹³⁸ y m es la muestra en gramos.

Referencias:

Ztschr. Untersuch. Nahr. Und Genussm.
1901-4, 913, 20.
Consejo Oleícola Internacional, 1967.

Instituto de Racionalización del Trabajo.
U.N.E. 55.013.
Todos en Métodos Analíticos en Alimentaria.
Métodos Oficiales de Análisis. Aceites y Grasas. PANREAC.

¹³⁸ En función del tiosulfato utilizado se debe pasar a valores de tiosulfato 0,1000 N, o mejor aún modificar la fórmula introduciendo el factor de la disolución utilizada.

PRÁCTICA Nº 24

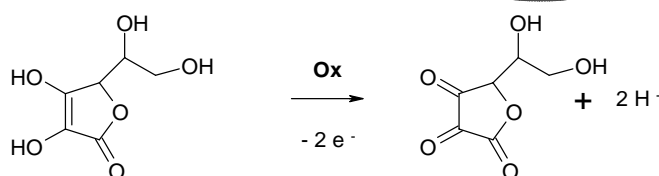
DETERMINACIÓN DE LA VITAMINA C EN FÁRMACOS

Objetivo

Hacer prácticos los conocimientos adquiridos sobre el Análisis Cuantitativo por vía clásica, de los principales componentes bioquímicos, en este caso, de las vitaminas, mediante la determinación de la vitamina C presente en un utilizando el criterio de título y no de el de normalidad del valorante.

Fundamento

La vitamina C recibe el nombre químico de ácido ascórbico puesto que a pesar de no poseer ningún grupo carboxilo, su comportamiento es el de un ácido.



El ácido ascórbico, como la mayoría de las vitaminas, no pueden ser sintetizadas en el organismo y deben ingerirse en la dieta (kiwi, cítricos, patatas, etc.) con una dosis diaria de 90 U.I. (1 U.I. es igual a 0,5 mg), para evitar la enfermedad conocida con el nombre de escorbuto cuya sintomatología produce entre otros efectos hemorragias.

La vitamina C, es una sustancia muy inestable, que se degrada tanto por procesos térmicos como lumínicos y sobre todo por oxidación, por lo que en el organismo actúa como un autentico antioxidante reduciéndose fácilmente a ácido dehidroascórbico.

Este carácter reductor es el que se utiliza para su determinación analítica (si bien el método oficial de análisis es HPLC). Por métodos clásicos se recurre a su valoración con un oxidante, el yodo patrón, bien directamente o bien por retroceso utilizando yodo y tiosulfato patrón, utilizando como indicador solución de almidón.

Otro método ampliamente difundido es la utilización como reactivo, de la disolución de la sal sódica dihidratada del 2,6-diclorofenol indofenol (DFI), de 80 mg/l y previamente titulada frente a una disolución patrón de 10 ml de ácido ascórbico de 100 ppm (que viene a gastar unos 23 ml).

Material

- Matracas de Erlenmeyer.
- Matracas aforados.
- Pipetas.
- Bureta dosificadora.

Reactivos

- Yodo.
- Ácido sulfúrico.
- Almidón.
- Ácido ascórbico.

Procedimientos

Preparación de la solución de Yodo ~ 0,01 N.

1. Con una probeta toma 100 mL de solución de yodo 0,1 N_{sv}.
2. Lleva a 1 L¹³⁹

Titulación de la solución de Yodo ~ 0,01 N.

1. Prepara de la forma más exacta posible 100 mL de una disolución que contenga 4.400 ppm de ácido ascórbico¹⁴⁰.
2. Toma con pipeta de doble aforo 20 mL de dicha disolución y lleva a un matraz aforado de 100 mL y enrasa.
3. Toma una alícuota exacta de 20 mL de la disolución diluida y llévala a un matraz Erlenmeyer de 250 mL.
4. Añade al matraz unos 100 mL de agua destilada, una gota de ácido sulfúrico¹⁴¹ y 1 mL de de disolución indicadora de almidón⁶.
5. Prepara la bureta con la solución de yodo de la forma habitual.
6. Valora hasta formación de color azul del complejo yodo-almidón, y anota el volumen consumido.
7. Repite el proceso para dos alícuotas más.
8. Calcula el volumen medio consumido.
9. Calcula el título de la disolución patrón de yodo utilizado¹⁴².

Preparación de la muestra.

1. Toma un comprimido del fármaco.

¹³⁹ De forma alternativa se pueden pesar 1,30 g de yodo resublimado y triturar en un mortero con 4 g de yoduro de potasio, para posteriormente disolver poco a poco en porciones de agua y llevar a 1 L.

¹⁴⁰ Esta disolución debe valer para 4 alumnos. El ácido ascórbico no puede desecarse en estufa debido a su gran inestabilidad térmica.

¹⁴¹ Esta cantidad debe bastar por ser ya la disolución del fármaco ácida.

¹⁴² El título aquí serían los mg de ácido ascórbico a los que equivale 1 mL de nuestra disolución valorante.

2. Disuelve perfectamente en agua destilada y afora a 1 L por el procedimiento habitual¹⁴³.

Valoración de la muestra.

1. Toma una alícuota de 20 mL de la disolución de la muestra.
2. Lleva a un matraz Erlenmeyer de 250 ml y añade unos 100 mL de agua destilada.
3. Añade una gota de ácido sulfúrico y 1 ml de la solución indicadora de almidón¹⁴⁴.
4. Valora con la solución de yodo titulada hasta el punto final anteriormente descrito.
5. Si el punto final no ha quedado demasiado nítido, añade 1 ml más, anotando el volumen total.
6. Valora ahora por retroceso con solución de tiosulfato patrón¹⁴⁵.
7. Repite el proceso de valoración hasta obtener al menos dos volúmenes consumidos coherentes.
8. Calcula el volumen medio consumido.
9. Repite el proceso de valoración para un blanco.
10. Corrige el volumen consumido si el volumen consumido por el blanco es mensurable.
11. Calcula la masa de ácido ascórbico en el comprimido.
12. Compara con lo reseñado por el fabricante.

¹⁴³ Esta será la disolución a valorar y debe servir para todos los alumnos que realicen la práctica el mismo día.

¹⁴⁴ Algunos autores prefieren añadir hasta el 90 % del valorante antes de la adición de la solución indicadora de almidón.

¹⁴⁵ Este mismo procedimiento puede realizarse también para la titulación del yodo patrón.

PRÁCTICA Nº 25

DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO GRASO EN ALIMENTOS

Objetivo

Poner en práctica todos los conocimientos adquiridos sobre la determinación gravimétrica por extracción mediante la determinación de la materia grasa tanto en alimentos sólidos como en alimentos líquidos.

Fundamento

El contenido en grasa bruta de un producto se define convencionalmente como la parte del mismo extraíble por éter etílico en condiciones determinadas. Incluye además de las grasas otras muchas sustancias solubles en éter etílico: ceras, pigmentos, vitaminas liposolubles, etc.

El método que vamos a aplicar a las sustancias sólidas, es aplicable a granos, harinas y otros productos derivados de los cereales.

Se entiende por contenido en materia grasa de las leches (natural, certificada, higienizada y estabilizada), el porcentaje determinado por extracción según el principio del método de Röse-Gottlieb y descrito en la norma FIL-1A: 1.969 (Federación Internacional de Lechería).

El éter etílico mediante un proceso de extracción continuo es capaz de extraer cuantitativamente las grasas y aceites de los alimentos sólidos y líquidos, bien directamente o por tratamiento de la sustancia a extraer con algunos reactivos para liberar ciertas sustancias lipóides. Si bien es cierto que el éter extrae otras sustancias, éstas están en tan pequeña cantidad que no afectan a la exactitud de la determinación.

Material

- Balanza analítica y granatario.
- Estufa de secado.
- Desecador / agente deshidratante.
- Pesasustancias y pipeta graduada.
- Cápsula de porcelana.
- Cartuchos de extracción y algodón.
- Equipo extractor continuo tipo Soxhlet.
- Batería de extractores continuos para sólidos fex IKA 200 control.
- Equipo extractor continuo líquido-líquido para líquido menos denso.
- Rotavapor.
- Baño de agua / manta eléctrica.

Reactivos

- Eter etílico (exento de peróxidos).
- Etanol (96 °)
- NH_4OH al 25 %.

Procedimiento

Determinación en harinas

CON EQUIPO SOXLET

1. Pesa exactamente y según procedimiento habitual, 5 - 10 g de la muestra, así como una cápsula de porcelana (100 °C).
2. Pasa la harina al cartucho de celulosa y tapa con algodón.
3. Introduce el cartucho en el extractor y añade éter etílico en cantidad suficiente como para sifonar.
4. Procede a la extracción hasta que el éter sea incoloro (son suficientes 4 horas a una velocidad de destilación de 4-5 gotas /s).
5. Saca el cartucho del extractor y seco deséchalo.
6. Recupera por rotaevaporación la mayor cantidad de éter.
7. Trasvasa el extracto y el resto del disolvente a la cápsula tarada. Si es necesario arrastra el contenido varias veces con pequeñas porciones de éter.
8. Evapora al aire el éter (en campana) y casi seca llévala a la estufa a 100 °C, manteniéndola al menos durante ½ hora.
9. Repite el proceso hasta constancia de peso.
10. Calcula el resultado expresándolo como grasa bruta en % (materia húmeda).

CON EQUIPO fex IKA 200 control

1. Pesa exactamente y según procedimiento habitual, 5 - 10 g de la muestra, así como una cápsula de porcelana (100 °C).
2. Introduce la harina en el tubo de extracción
3. Añade 50 mL de éter y conecta el refrigerante.
4. En el recipiente base introduce 50 mL de éter y una varilla agitadora magnética.
5. Acopla el recipiente base al tubo de extractor.
6. Conecta el refrigerante del bloque calefactor.
7. Introduce las condiciones de ensayo en el pC.
 - Equipo.
 - Temperatura.
 - Tiempo.
 - Agitación.
8. Inicia el proceso.
9. Recupera por rotaevaporación la mayor cantidad de éter.
10. Trasvasa el extracto y el resto del disolvente a la cápsula tarada. Si es necesario arrastra el

contenido varias veces con pequeñas porciones de éter.

11. Evapora al aire el éter (en campana) y casi seca llévala a la estufa a 100 °C, manteniéndola al menos durante ½ hora.
12. Repite el proceso hasta constancia de peso.
13. Calcula el resultado expresándolo como grasa bruta en % (materia húmeda).

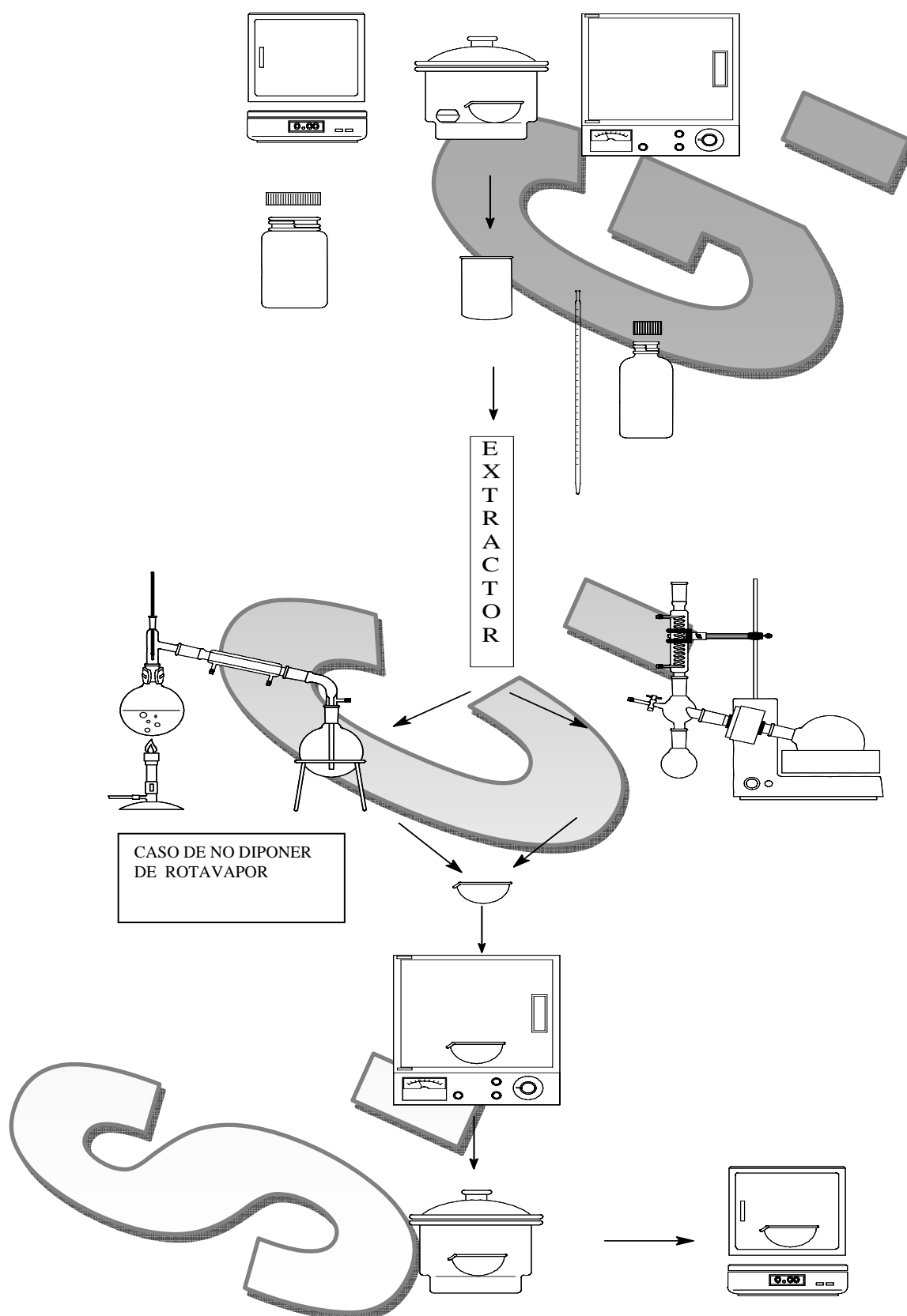
Determinación en leches

1. Por el procedimiento habitual tara una cápsula de porcelana (100 °C).
2. Toma exactamente 10 ml de leche y llévala al extractor.
3. Añade 1,5 ml de amoníaco al 25 % (o el equivalente de una solución más concentrada) y mezcla convenientemente.
4. Añade 10 ml de alcohol etílico del 96 ° y mezcla suavemente.
5. Añade el éter etílico en cantidad suficiente como para provocar el sifonado y extrae al menos durante 2 horas.
6. Recupera mediante el rotavapor todo el éter y elimina la mayor cantidad de etanol.
7. Repite según procedimiento anterior los puntos 7-9 con un secado inicial de al menos 1 hora.
8. Pesa hasta peso constante.
9. Calcula el resultado expresado como materia grasa extraída en % p/v.

Referencias:

American Association of Cereal Chemist. Cereal Laboratory Methods, 1967
Método 30-20. Métodos Oficiales de Análisis. Métodos Analíticos en Alimentaria. Cereales y derivados. Panreac.

Norma Internacional FIL-IDF 1A:1.969. Leches y productos lácteos.



PRÁCTICA Nº 1	1
PRÁCTICA Nº 2	3
PRÁCTICA Nº 3	5
PRÁCTICA Nº 4	9
PRÁCTICA Nº 5	13
PRÁCTICA Nº 6	17
PRÁCTICA Nº 7	19
PRÁCTICA Nº 8	21
PRÁCTICA Nº 9	23
PRÁCTICA Nº 10	27
PRÁCTICA Nº 11	31
PRÁCTICA Nº 12	33
PRÁCTICA Nº 13	35
PRÁCTICA Nº 14	37
PRÁCTICA Nº 15	39
PRÁCTICA Nº 16	43
PRÁCTICA Nº 17	47
PRÁCTICA Nº 18	51
PRÁCTICA Nº 19	55
PRÁCTICA Nº 20	59
PRÁCTICA Nº 21	63
PRÁCTICA Nº 22	67

PRÁCTICA Nº 23	71
PRÁCTICA Nº 24	73
PRÁCTICA Nº 25	75

