



## PRACTICAS DE LABORATORIO

QUÍMICA ANALÍTICA I- TECNÓLOGO QUÍMICO

EDICIÓN 2025

## Contenido

<i>Práctico Laboratorio 1 – Verificación de la Calibración de Material Volumétrico .....</i>	<i>4</i>
<i>Práctico Laboratorio 2 – Preparación y Valoración de HCl aprox. 0,250M.....</i>	<i>8</i>
<i>Práctico Laboratorio 3 –Valoración de NaOH aprox. 0,1M.....</i>	<i>12</i>
<i>Práctico Laboratorio 4 –Determinación de la pureza de una muestra de ácido cítrico.....</i>	<i>16</i>
<i>Práctico Laboratorio 5 –Determinación de alcalinidad de una muestra de sales básicas.....</i>	<i>19</i>
<i>Práctico Laboratorio 6 – Determinación complejométrica de la pureza de una sal de Ni<sup>2+</sup> .....</i>	<i>22</i>
<i>Práctico Laboratorio 7 –Valoración de una solución de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> con KMnO<sub>4</sub> previamente estandarizado .....</i>	<i>25</i>
<i>Práctico Laboratorio 8 –Valoración de una solución de I<sub>2</sub> de uso tópico.....</i>	<i>29</i>
<i>Práctico Laboratorio 9 –Valoración de una solución de bromuro - aprox. 0,15 M.....</i>	<i>31</i>
<i>Práctico Laboratorio 10 – Determinación del porcentaje de humedad de una muestra comercial de yerba mate.....</i>	<i>33</i>
<i>Práctico Laboratorio 11 –Valoración potenciométrica de H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> en gaseosa.....</i>	<i>37</i>
<i>Práctico de Ejercicios – Curvas de Calibración.....</i>	<i>41</i>
<i>Práctico Laboratorio 12– Dosificación espectrofotométrica de Paracetamol en jarabe.....</i>	<i>44</i>
<i>Práctico Laboratorio 13– Dosificación espectrofotométrica de Fe(II) por desarrollo de color..</i>	<i>50</i>
<i>TABLAS DE DATOS.....</i>	<i>55</i>

# PRÁCTICAS

## PRIMER SEMESTRE

---

- 1. Verificación de la calibración de material volumétrico.*
- 2. Preparación y valoración de ácido clorhídrico aproximadamente 0,125 M.*
- 3. Valoración de una disolución de hidróxido de sodio aproximadamente 0,1 M.*
- 4. Determinación de la pureza de una muestra de ácido cítrico.*
- 5. Determinación de la alcalinidad de una mezcla de dos sales básicas.*
- 6. Determinación de la pureza de una sal de níquel por complejometría.*
- 7. Valoración de  $\text{KMnO}_4$  0,02 M y posterior valoración de peróxido de hidrógeno aproximadamente 10 V.*

## Práctico Laboratorio 1 – Verificación de la Calibración de Material Volumétrico

### I. OBJETIVOS DEL PRÁCTICO

- Verificación de la calibración de una pipeta de 5,00 mL
- Verificación de la calibración del tramo 1-8 de una bureta de 10,00 mL

### II. CONOCIMIENTOS TEÓRICOS REQUERIDOS

- Clasificación del material volumétrico utilizados en el laboratorio de Química Analítica.
- Concepto de Tolerancia. Clases A, AS, B.
- Tiempos de vaciado y tiempos de espera en el material volumétrico.
- Cálculo del volumen de verificación. Expresión del cálculo del  $V_{20}$
- Importancia de la limpieza del material de vidrio. Agentes de limpieza.
- Tratamiento estadístico de datos.

### III. CONOCIMIENTOS PRÁCTICOS REQUERIDOS

- Correcto manejo de la balanza analítica
- Correcto manejo de la pipeta aforada
- Correcto manejo de la bureta

### IV. PARTE EXPERIMENTAL – LINEAMIENTOS GENERALES

El procedimiento que se da a continuación ha sido tomado del Curso de Química Analítica I – Material didáctico (revisión 2024) de autores Belluzzi, M. et al. Química Analítica, Depto Estrella Campos, Fac. de Química, Udelar. ISBN: ISBN 978-9974-0-1067-3

- Se deberá limpiar el material de vidrio previo a su utilización o verificar su limpieza.
- El agua (ISO grado 2) vertida por el material volumétrico se transferirá a un matraz Erlenmeyer, para determinar por diferencia la masa del volumen vertido por dicho material. El matraz debe estar limpio y completamente seco. Se intentará **no mojar** el cuello del mismo al verter el agua en su interior. El matraz se sujetará siempre con una banda de papel.

#### 1) Verificación de la pipeta de 5,00 mL

1. Pesar un matraz Erlenmeyer de 100 mL, limpio y seco por fuera y en el cuello, con su correspondiente tapón de goma ( $m_0$ ). Para ello tomarlo con una pinza o banda de papel.
2. Anotar la temperatura T del agua (ISO grado 2) con la que se va a trabajar.
3. Llenar la pipeta aforada con agua (ISO grado 2), enrasar correctamente.
4. Descargar la pipeta dentro del matraz Erlenmeyer. Asegúrese de que en los toques se dé un buen contacto entre el orificio de la pipeta y el fondo del matraz, de manera que el agua

fluya hacia este último. No soplar el pequeño volumen que queda en la punta de la pipeta.  
Retirar la pipeta.

5. Tapar el matraz Erlenmeyer y pesarlo ( $m_1$ ), con las mismas precauciones que la vez anterior.  
 $m_1 - m_0 = m_{\text{agua, aire, T}}$  (masa del agua que vierte la pipeta en el aire, a la temperatura T)
6. Repetir la operación vaciando nuevamente la pipeta en el mismo matraz, sin tirar el agua colocada anteriormente. Se obtendrá una nueva masa,  $m_2$ .  $m_2 - m_1 = m_{\text{agua, aire, T}}$
7. Promediar aquellos valores que alcancen un grado de concordancia de 0,0050 g (mínimo 3 valores concordantes).
8. A este promedio hacerle la corrección para obtener  $V_{20}$  (volumen vertido por la pipeta a 20 °C), multiplicándolo por los factores de corrección que corresponden a la temperatura de la experiencia.
9. Expresar el resultado del volumen vertido por la pipeta con dos cifras decimales.
10. Calcular la incertidumbre asociada a la medida con un nivel de confianza del 95%
11. Llenar la planilla adjunta. No omitir ningún valor de masa.

## 2) Verificación del tramo 0-8 mL de una bureta de 10,00 mL

1. Pesar un matraz Erlenmeyer de 100 mL, limpio y seco por fuera y en el cuello, con su correspondiente tapón de goma ( $m_0$ ). Para ello tomarlo con una pinza o banda de papel.
2. Anotar la temperatura T del agua (ISO grado 2) con la que se va a trabajar.
3. Llenar la bureta con agua (ISO grado 2), enrasar correctamente en 0,00 mL.
4. Abrir la pinza permitiendo que el agua caiga en el matraz pesado, cerrándola cuando se llega a unos 0,3 mL antes de la marca 8,00 mL, esperando unos segundos para que se haga mínima la película de líquido que queda adherida al interior de la bureta. Luego se descarga gota a gota hasta la marca de 8,00 mL, tocando la pared interior del matraz (por debajo de la zona en la que se coloca el tapón de goma), de modo que no quede ninguna gota pendiente.
5. Tapar el matraz Erlenmeyer y pesarlo ( $m_1$ ), con las mismas precauciones que la vez anterior.  
 $m_1 - m_0 = m_{\text{agua, aire, T}}$  (masa del agua que vierte la bureta en el tramo estudiado, en el aire, a la temperatura T)
6. Repetir la operación vaciando nuevamente la pipeta en el mismo matraz, sin tirar el agua colocada anteriormente. Se obtendrá una nueva masa,  $m_2$ .  $m_2 - m_1 = m_{\text{agua, aire, T}}$
7. Promediar aquellos valores que alcancen un grado de concordancia de 0,0100 g (mínimo 3 valores concordantes).
8. A este promedio hacerle la corrección para obtener  $V_{20}$  (volumen vertido por el tramo 0-8 mL de la bureta a 20 °C), multiplicándolo por los factores de corrección que corresponden a la temperatura de la experiencia.
9. Expresar el resultado del volumen vertido por la pipeta con dos cifras decimales.
10. Calcular la incertidumbre asociada a la medida con un nivel de confianza del 95%
11. Llenar la planilla adjunta. No omitir ningún valor de masa.

V. PREGUNTAS DE AUTOCONTROL

---

- a) Repasar las distintas clasificaciones de material volumétrico.
- b) Repasar el correcto uso de una pipeta aforada y de una bureta.
- c) ¿Qué entiende por tolerancia del material volumétrico? ¿Cómo se relaciona con la calidad del material de vidrio?
- d) ¿Cómo se calcula el volumen de verificación del material volumétrico? ¿Qué factores de corrección se deben tener en cuenta?
- e) ¿Qué es el tiempo de espera de una pipeta o una bureta?
- f) ¿Por qué toma el matraz Erlenmeyer con una banda de papel?
- g) ¿Cómo verifica la ausencia de suciedad en el interior del material de vidrio?
- h) ¿Por qué tapa el matraz Erlenmeyer con un tapón de goma?
- i) ¿Por qué no deben quedar gotas en el interior del cuello del matraz?
- j) Es adecuada una pipeta aforada para transferir una porción de una muestra muy viscosa (ej. un jarabe). ¿Por qué? En caso negativo ¿qué alternativas existen para realizar una toma de dicha muestra?

VI. TEXTOS DE CONSULTA:

---

- SKOOG, D.A., WEST D.M., HOLLER F.J, CROUCH, S.R.; "Fundamentos de Química Analítica", 8a Edición, Thomson, España, 2005. Cap.
- HARRIS, Daniel C. "Análisis Químico Cuantitativo" Grupo Editorial Iberoamérica, México D.F. 1992.
- Brand "Información sobre la medición de volumen" BRAND GMBH + CO KG.  
[www.brand.de](http://www.brand.de)
- ISO 4787 - Material volumétrico, uso y control de la capacidad .

**4.4.2.- Densidad del agua y del aire en función de la temperatura**

Temperatura (°C)	$\rho_{\text{agua}} (\text{g mL}^{-1})^*$	$\rho_{\text{aire}} (\text{g mL}^{-1})^*$
15	0,99913	0,0012256
16	0,99897	0,0012214
17	0,99880	0,0012171
18	0,99862	0,0012130
19	0,99843	0,0012088
20	0,99823	0,0012047
21	0,99802	0,0012006
22	0,99780	0,0011965
23	0,99756	0,0011925
24	0,99732	0,0011885
25	0,99707	0,0011845
26	0,99681	0,0011805
27	0,99654	0,0011766
28	0,99626	0,0011727
29	0,99597	0,0011688
30	0,99567	0,0011649
31	0,99537	0,0011611
32	0,99505	0,0011573
33	0,99473	0,0011535
34	0,99440	0,0011498
35	0,99406	0,0011460

Extraída de ISO 4787:2010 - Laboratory glassware -- Volumetric instruments -- Methods for testing of capacity and for use.

## Práctico Laboratorio 2 – Preparación y Valoración de HCl aprox. 0,250M

### I. OBJETIVOS DEL PRÁCTICO

Preparar una solución de HCl aprox. 0,250 M a partir de HCl concentrado (36-38%, 1,16-1,18 g/mL), y valorar la misma contra Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> patrón primario.

### II. CONOCIMIENTOS TEÓRICOS REQUERIDOS

- Teoría de la disociación electrolítica y definiciones de ácidos y bases.
- Valoraciones ácido-base
- Curvas de titulación en valoraciones ácido-base
- Indicadores ácido-base (monocromáticos, dicromáticos, rango de viraje)
- Cálculos de pH (ácidos fuertes, ácidos débiles, hidrólisis de sales)

### III. CONOCIMIENTOS PRÁCTICOS REQUERIDOS

- Preparación de soluciones de concentración exactamente conocida.
- Correcta utilización del material volumétrico (matraz aforado, pipeta aforada, bureta).
- Correcta utilización de la balanza analítica.
- Manejo seguro de la solución concentrada de HCl.
- Manejo del indicador heliantina (naranja de metilo).

### IV. PARTE EXPERIMENTAL – LINEAMIENTOS GENERALES

#### 1) Materiales y reactivos

##### MATERIALES

- Matraz aforado de 100,00 mL
- Erlenmeyer de 100 mL
- Embudo
- Navecilla para masar
- Pipeta Pasteur
- Bureta de 10,00 mL
- Espátula metálica
- Varilla de Vidrio

##### REACTIVOS

- HCl concentrado (ver datos en la etiqueta de la botella)
- Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> patrón primario (MM: 105,99 g/mol)
- Heliantina (naranja de metilo) 0,1% en agua.
- Agua destilada (equivalente a ISO grado 2)

## 2) Diagramación de la práctica

- La reacción de valoración es  $\text{Na}_2\text{CO}_3 + 2 \text{HCl} \rightarrow \text{H}_2\text{CO}_3 + 2 \text{NaCl}$
- Calcular qué toma de ácido (en masa) es necesaria para preparar 100 mL de solución de concentración aproximadamente 0,250 M (Realizará esta toma en balanza  $d=0.01$  g)
- CONSIDERE las precauciones de seguridad al preparar la solución de HCl a partir de la solución concentrada.
- Calcular qué masa de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  tomar, para obtener un Gasto de 8 mL (considere que colocará el ácido en la bureta). Determinar si debe hacer toma en masa (balanza analítica  $d = 0,0001$  g) o en volumen. Considere para este paso que la pureza del  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  es del 100%.
- Considere que realizará tantas determinaciones como sea necesario para obtener como mínimo 3 promediables según el criterio establecido más adelante (ver 4.4. Tratamiento estadístico de datos)

## 3) Procedimiento

1. Preparar la disolución de HCl a valorar, masando en balanza  $d=0.01$  g la masa de HCl concentrado calculada en la parte 4.2. Dicho procedimiento será llevado a cabo maximizando las precauciones para evitar que el HCl concentrado tenga contacto con la piel o los instrumentos utilizados.
2. Colocar la disolución problema de HCl en la bureta, previamente enjuagada con una porción del mismo.
3. Colocar en un matraz Erlenmeyer de 100 mL una masa exactamente conocida de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  de acuerdo a lo calculado en la diagramación. Dicha sustancia se encontrará en un desecador al momento de comenzar la práctica y no debe permanecer fuera del mismo por un período prolongado. Seguir las instrucciones dadas en el ANEXO para el masado de esta sustancia.
4. Agregar 20 mL de agua destilada en el matraz Erlenmeyer, tratando de disolver todo el sólido que eventualmente haya quedado en las paredes del mismo. Agitar hasta disolución completa.
5. Agregar dos gotas de solución de heliantina 0,1% (naranja de metilo).
6. Valorar hasta el viraje del indicador (amarillo  $\rightarrow$  salmón, ver figura 1). Anotar el gasto de bureta (realizar la corrección del mismo con el tramo correspondiente).

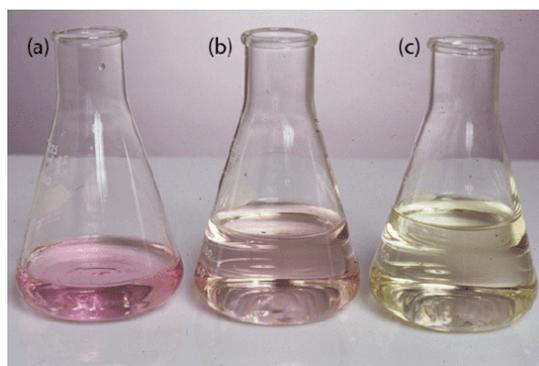


Figura 1. Soluciones de naranja de metilo a (a) después del punto final, (b) en el punto final, (c) antes del punto final.

7. Calcular la concentración de HCl según la ecuación:

$$C_{HCl} \left( \frac{mol}{L} \right) = \frac{2 \cdot m_{Na_2CO_3} (g) \cdot \left( \frac{P_{Na_2CO_3} (\%)}{100} \right)}{MM_{Na_2CO_3} \left( \frac{g}{mol} \right) \cdot G_b (L)}$$

8. Realizar tantas determinaciones como sean necesarias (utilizando la misma disolución de HCl pero partiendo de una nueva cantidad de  $Na_2CO_3$ ) para tener al menos 3 valores promediables según el criterio establecido en 4.4.

#### 4) Tratamiento estadístico de datos

Sabiendo que  $\sigma_r = 0.00030$  M, se calculará el intervalo de réplica ( $I_r = 1,96 \cdot \sqrt{2} \sigma_r \approx 2,8 \cdot \sigma_r$ ) y se promediarán aquellos valores de concentración de HCl cuya diferencia sea menor o igual al  $I_r$ . Se calculará  $u_{aleat}$  como  $1,96 \cdot \sigma_r / \sqrt{n}$ , siendo n el número de valores promediados. Se expresará la concentración de HCl como un intervalo de confianza (95%): [concentración promedio de HCl  $\pm u_{aleat}$ ] mol/L

## V. EVALUACIÓN

---

Se evaluará el desempeño global en el laboratorio, la manipulación correcta y segura de los materiales y los reactivos, la correcta disposición y gestión de residuos generados. Se tendrá en cuenta la precisión de los resultados obtenidos (número de valores promediables), y la correcta elaboración del informe.

## VI. PREGUNTAS DE AUTOCONTROL

---

a) Deducir la ecuación

$$C_{HCl} \left( \frac{mol}{L} \right) = \frac{2 \cdot m_{Na_2CO_3} (g) \cdot (P_{Na_2CO_3} (\%)/100)}{MM_{Na_2CO_3} \left( \frac{g}{mol} \right) \cdot G_b (L)}$$

b) Busque en la bibliografía recomendada la curva de valoración de la práctica. Identifique hasta qué punto equivalente se valora en la clase.

c) ¿Qué tipo de sustancia es un indicador ácido – base?

d) ¿Cómo se clasifican los indicadores ácido-base?

e) ¿Por qué el pH del matraz de valoración antes del agregado de ácido desde la bureta, es mayor a 7?

f) ¿Cómo gestionará los desechos de esta práctica?

g) En caso de no contar con  $Na_2CO_3$ , ¿con qué otros patrones primarios se podría realizar esta valoración?

VII. ANEXO: MASADO EXACTO DE UN SÓLIDO EN BALANZA ANALÍTICA

---

1. Colocar una navecilla sobre la balanza de precisión ( $d = 0,01$  g).
2. Llevar a "cero" la balanza utilizando la tecla correspondiente (tara).
3. Agregar la masa con una espátula limpia. Esta masa no puede tener una diferencia mayor a  $\pm 10\%$  de la masa calculada. Si la masa es muy grande, se corre el riesgo de que el gasto de la disolución valorante supere el volumen de la bureta. Si la masa es muy pequeña, puede superarse el valor admisible en el error relativo.
4. Transportar la navecilla con la masa a una balanza analítica ( $d = 0,0001$  g). Pesar el conjunto y anotar esa masa ( $m_T$  : masa de navecilla + sólido).
5. Transferir la masa cuantitativamente al matraz correspondiente (si se trata de un matraz aforado transferirla utilizando un embudo) sin sacudir la navecilla. No arrastrar con agua el sólido remanente en la navecilla.
6. Pesar la navecilla nuevamente junto con los residuos de masa que pudieran haber quedado adheridos a ésta en la a una balanza analítica ( $d = 0.0001$  g)  
*Nota: No se debe sacudir la navecilla al transferir el sólido, ya que es imprescindible saber qué cantidad de masa se transfirió realmente al matraz y si se sacude la navecilla, algo de esta masa puede caer fuera del mismo y no sería descontada en esta segunda pesada*
7. Anotar ese segundo valor de masa ( $m_R$  : masa de la navecilla más restos de sólido no transferido).
8. Determinar la masa como la diferencia entre  $m_T$  y  $m_R$

## Práctico Laboratorio 3 – Valoración de NaOH aprox. 0,1M

### I. OBJETIVOS DEL PRÁCTICO

Valorar una solución de NaOH previamente preparada de concentración aproximada 0,1 M contra  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  patrón primario.

### II. CONOCIMIENTOS TEÓRICOS REQUERIDOS

- Teoría de la disociación electrolítica y definiciones de ácidos y bases.
- Valoraciones ácido-base.
- Curvas de titulación en valoraciones ácidos débiles – base fuerte.
- Indicadores ácido-base (monocromáticos, dicromáticos, rango de viraje).
- Cálculos de pH (ácidos fuertes, ácidos débiles, hidrólisis de sales).

### III. CONOCIMIENTOS PRÁCTICOS REQUERIDOS

- Correcta utilización del material volumétrico (matraz aforado, pipeta aforada, bureta).
- Correcta utilización de la balanza analítica.
- Manejo seguro de la solución concentrada de NaOH.
- Manejo del indicador fenolftaleína.

### IV. PARTE EXPERIMENTAL – LINEAMIENTOS GENERALES

#### 1) Materiales y reactivos

##### MATERIALES

- Matraces aforados de 50,00 y 100,00 mL
- Pipetas aforadas de 5,00 y 10,00 mL
- Erlenmeyer de 100 mL
- Embudo
- Navecilla para masar
- Pipeta Pasteur
- Bureta de 10,00 mL
- Espátula metálica
- Varilla de Vidrio

##### REACTIVOS

- Solución de NaOH de concentración aproximada 0,1 M.
- $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  patrón primario (PF: 126,07 g/mol).
- Fenolftaleína (disolución al 1% en etanol).
- Agua destilada.

#### 2) Diagramación de la práctica

- La reacción de valoración es  $2 \text{NaOH} + \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \rightarrow \text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 + 2 \text{H}_2\text{O}$ .
- Determinar qué cantidad de  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  tomar, para obtener un gasto de NaOH de 8 mL (considere que colocará la solución de NaOH en la bureta). **Determinar si debe hacer toma**

en masa (balanza analítica  $d = 0,0001 \text{ g}$ ) o en volumen (matraz aforado/pipeta aforada). Para este paso, considere que la pureza del patrón es 100%.

- Considere que realizará tantas determinaciones como sea necesario para obtener como mínimo 3 promediables según el criterio establecido más adelante (ver 4.4. Tratamiento estadístico de datos)

### 3) Procedimiento

1. Solicite al docente la solución problema de NaOH (aprox. 0,1 M)
2. Colocar la disolución problema de NaOH en la bureta, previamente enjuagada con una porción de la misma.
3. Colocar en un matraz Erlenmeyer de 100 mL la cantidad calculada de patrón primario (toma en masa o en volumen). De utilizar la balanza analítica, siga el procedimiento indicado en la práctica No 2. (Anexo).
4. Agregar 10 mL de agua destilada en el matraz Erlenmeyer.
5. Agregar 1 gota de Fenolftaleína (solución al 0,1%)
6. Valorar hasta el viraje del indicador (incolore  $\rightarrow$  primer tinte magenta que dura más de 30 s, ver figura 1). Anotar el gasto de bureta (realizar la corrección del mismo con el tramo correspondiente).

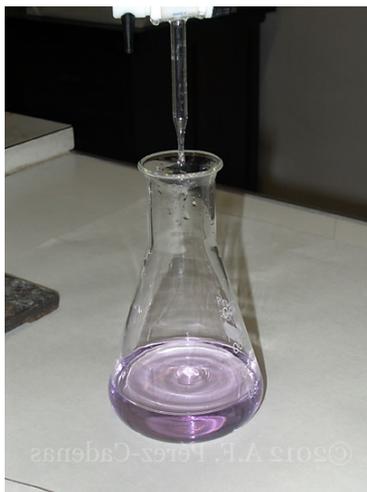


Figura 1. Solución de fenolftaleína con el primer tinte magenta permanente

7. Calcular la concentración de NaOH según la ecuación (PP:  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ):

$$C_{\text{NaOH}} \left( \frac{\text{mol}}{\text{L}} \right) = \frac{2 \cdot m_{\text{PP}} \cdot (g) \cdot \left( \frac{P(\%)}{100} \right)}{G_b(L) \cdot PF_{\text{PP}} \left( \frac{g}{\text{mol}} \right)} \cdot \frac{V_{\text{toma}} (mL)}{V_{\text{sol,PP}} (mL)}$$

8. Realizar tantas determinaciones como sean necesarias para tener al menos 3 valores promediables según el criterio establecido en 4.

**4) Tratamiento estadístico de datos**

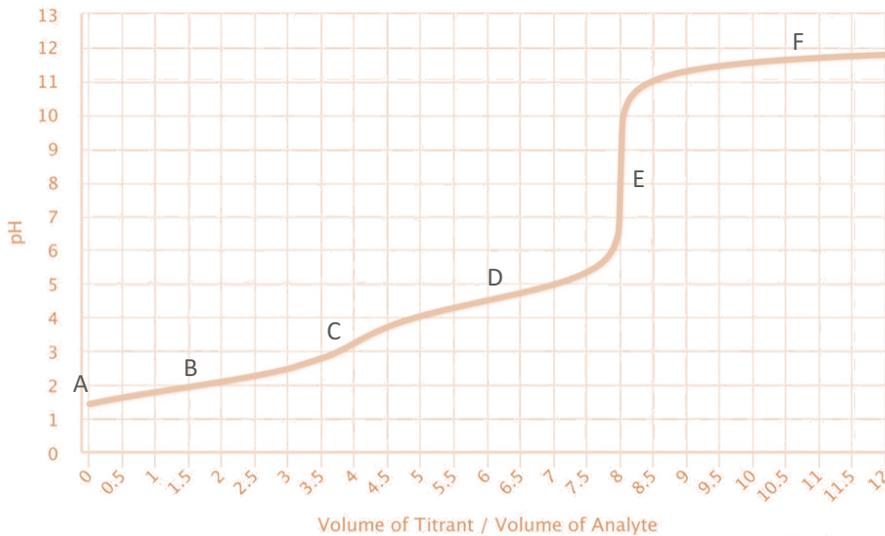
Sabiendo que  $\sigma_r = 0.00030 M$ , se calculará el intervalo de réplica ( $I_r = 2,8 \cdot \sigma_r$ ) y se promediarán aquellos valores de concentración de NaOH cuya diferencia sea menor o igual al  $I_r$ . Se calculará  $u_{leat}$  como  $1,96 \cdot \sigma_r / \sqrt{n}$ , siendo  $n$  el número de valores promediados. Se expresará la concentración de NaOH como un intervalo de confianza (95%): [concentración promedio de NaOH  $\pm u_{leat}$ ] mol/L

**V. EVALUACIÓN**

Se evaluará el desempeño global en el laboratorio, la manipulación correcta y segura de los materiales y los reactivos, la correcta disposición y gestión de residuos generados. Se tendrá en cuenta la veracidad y precisión de los resultados obtenidos (valor medio y número de valores promediables), y la correcta elaboración del informe.

**VI. PREGUNTAS DE AUTOCONTROL**

- a) La curva de titulación de la valoración de la práctica es la siguiente:



Correlacione los puntos A a F con los siguientes números (una misma letra puede corresponder a más de un número):

1. Exceso de NaOH	2. Primer punto equivalente	3. Solución Buffer $H_2C_2O_4 / HC_2O_4^-$	4. Solución de $NaHC_2O_4$
5. Solución de $H_2C_2O_4$	6. Solución Buffer $HC_2O_4^- / C_2O_4^{2-}$	7. Segundo Punto equivalente	8. Solución de $Na_2C_2O_4$

- b) ¿Por qué no valora hasta el primer punto equivalente?
- c) Calcule el pH en el segundo punto equivalente (considere la especie presente en dicho punto y qué reacción sufre).
- d) Deducir la ecuación:

$$C_{NaOH} \left( \frac{mol}{L} \right) = \frac{2 \cdot m_{PP} \cdot (g) \cdot \left( \frac{P(\%)}{100} \right) \cdot V_{toma} (mL)}{G_b (L) \cdot PF_{PP} \left( \frac{g}{mol} \right) \cdot V_{sol,PP} (mL)}$$

- e) ¿Por qué puede detectar el 2<sup>do</sup> punto equivalente con Fenolftaleína?
- f) ¿Qué precaución se debe tener con las soluciones patrón secundario de NaOH?
- g) ¿Por qué es importante agregar sólo una gota de Fenolftaleína y no una cantidad cualquiera?
- h) ¿Cómo gestionará los desechos de esta práctica?
- i) En caso de no contar con H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O, ¿con qué otros patrones primarios se podría realizar esta valoración?

## Práctico Laboratorio 4 – Determinación de la pureza de una muestra de ácido cítrico

### I. OBJETIVOS DEL PRÁCTICO

Determinar la pureza de una muestra de ácido cítrico mediante una hidrovolumetría ácido-base, utilizando la disolución de NaOH 0,1 M valorada la clase práctica anterior.

### II. CONOCIMIENTOS TEÓRICOS REQUERIDOS

- Teoría de la disociación electrolítica y definiciones de ácidos y bases.
- Valoraciones ácido-base.
- Curvas de titulación en valoraciones ácidos débiles – base fuerte.
- Indicadores ácido-base (monocromáticos, dicromáticos, rango de viraje).
- Cálculos de pH (ácidos fuertes, ácidos débiles, hidrólisis de sales).

### III. CONOCIMIENTOS PRÁCTICOS REQUERIDOS

- Correcta utilización del material volumétrico (matraz aforado, pipeta aforada, bureta).
- Correcta utilización de la balanza analítica.
- Manejo seguro de la solución concentrada de NaOH.

### IV. PARTE EXPERIMENTAL – LINEAMIENTOS GENERALES

#### 1) Materiales y reactivos

##### *MATERIALES*

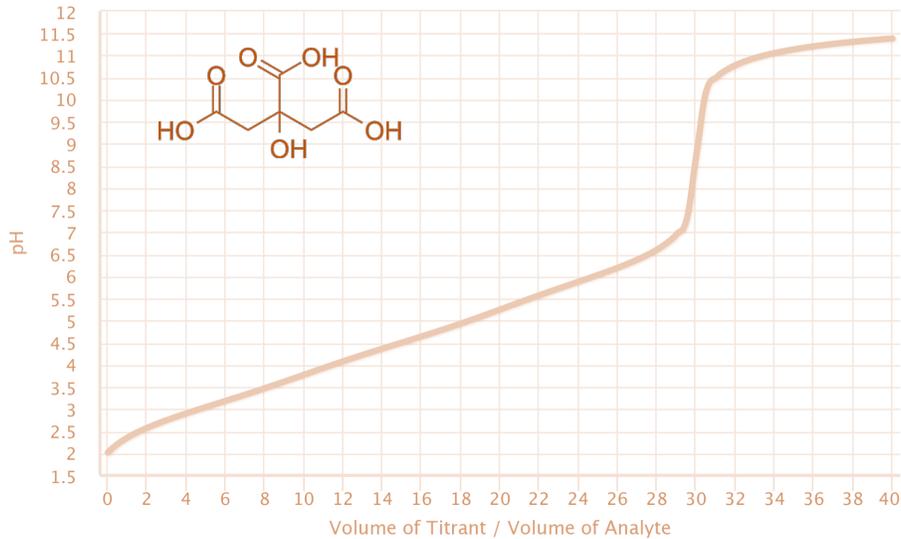
- Matraces aforados de 50,00 y 100,00 mL
- Pipetas aforadas de 5,00 y 10,00 mL
- Bureta de 10,00 mL
- Materiales accesorios utilizados en las prácticas anteriores.

##### *REACTIVOS*

- Disolución de NaOH 0,1M patrón secundario (valorado en la clase anterior).
- Ácido cítrico monohidrato ( $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$  PF: 210,14 g/mol) de pureza mayor a 95%.
- Indicadores ácido-base.

#### 2) Diagramación de la práctica

Sabiendo que la curva de valoración del ácido cítrico (ácido débil triprótico cuyos pK son 3,08, 4,74 y 5,40) con una base fuerte es la siguiente:



- Plantear la reacción de valoración del ácido cítrico con NaOH.
- Determinar la cantidad de muestra a tomar para obtener un gasto de 8 mL.
- Proponer un indicador ácido-base adecuado para la detección del punto final.
- Deducir la ecuación que relaciona la pureza del ácido cítrico monohidrato con los parámetros experimentales de la práctica.

### 3) Procedimiento

1. Busque su disolución patrón secundario de NaOH, valorada en la clase anterior.
2. Colocar la disolución patrón de NaOH en la bureta, previamente enjuagada con una porción de la misma.
3. Colocar en un matraz Erlenmeyer de 100 mL la cantidad calculada de muestra (toma en masa o en volumen).
4. Agregar 10 mL de agua destilada en el matraz Erlenmeyer.
5. Agregar el indicador escogido al matraz Erlenmeyer (la cantidad será indicada por el docente).
6. Valorar hasta el viraje del indicador. Anotar el gasto de bureta (realizar la corrección del mismo con el tramo correspondiente).
7. Calcular la pureza (%) de la muestra con la ecuación deducida en la diagramación.

### 4) Tratamiento estadístico de datos

Obtener al menos 6 valores para la pureza del ácido cítrico monohidrato. Estudiar la presencia de valores anómalos según el criterio estadístico de Dixon (test Q). Promediar los valores que correspondan, y calcular la desviación estándar muestral (s). Calcular  $u_{aleat}$  como  $t_{n-1} \cdot s / \sqrt{n}$ . Expresar la pureza de la muestra como un IC 95%. [pureza promedio de ácido cítrico monohidrato  $\pm u_{aleat}$ ].

**V. EVALUACIÓN**

---

Se evaluará el desempeño global en el laboratorio, la manipulación correcta y segura de los materiales y los reactivos, la correcta disposición y gestión de residuos generados. Se tendrá en cuenta la veracidad y precisión de los resultados obtenidos (valor medio y número de valores promediables), y la correcta elaboración del informe.

**VI. PREGUNTAS DE AUTOCONTROL**

---

- a) Explicar la forma de la curva de valoración del ácido cítrico con NaOH.
- b) ¿Hasta qué punto equivalente valora en esta práctica? ¿Por qué?
- c) Calcule el pH teórico de una solución de ácido cítrico preparada de la misma forma en que lo realizó en la práctica.
- d) Calcule el pH en el punto equivalente.
- e) Justifique la elección del reactivo indicador escogido en la diagramación.

## Práctico Laboratorio 5 – Determinación de alcalinidad de una muestra de sales básicas

### I. OBJETIVOS DEL PRÁCTICO

Determinar la concentración molar de  $\text{NaHCO}_3$  y  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  en una solución problema por medio de titulación con  $\text{HCl}$  0,125M.

### II. CONOCIMIENTOS TEÓRICOS REQUERIDOS

- Teoría de la disociación electrolítica y definiciones de ácidos y bases.
- Valoraciones ácido-base.
- Curvas de titulación en valoraciones base débil- ácido fuerte.
- Indicadores ácido-base (monocromáticos, dicromáticos, rango de viraje).
- Cálculos de pH (ácidos fuertes, ácidos débiles, hidrólisis de sales).

### III. CONOCIMIENTOS PRÁCTICOS REQUERIDOS

- Correcta utilización del material volumétrico (matraz aforado, pipeta aforada, bureta).
- Correcta utilización de la balanza analítica.
- Manejo seguro de soluciones de  $\text{HCl}$ .
- Manejo de los indicadores fenolftaleína y heliantina.

### IV. PARTE EXPERIMENTAL – LINEAMIENTOS GENERALES

#### 1) Materiales y reactivos

##### MATERIALES

- Pipetas aforadas de 1,00, 5,00 y 10,00 mL
- Erlenmeyer de 100 mL
- Embudo
- Pipeta Pasteur
- Bureta de 10,00 mL

##### REACTIVOS

- Solución de  $\text{HCl}$  previamente estandarizada de concentración aproximada 0,125 M
- Solución problema conteniendo  $\text{NaHCO}_3$  y  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .
- Fenolftaleína y Naranja de Metilo (disoluciones al 0.1% en etanol).
- Agua destilada.

#### 2) Diagramación de la práctica

- Las reacciones de valoración son:



- Determinar qué volumen de solución problema agregar al matraz de valoración, de tal manera de obtener un gasto de 3 mL hasta la fenolftaleína y un gasto de 8 hasta la heliantina, sabiendo además que la solución problema es aproximadamente 0,075 M en carbonato y 0,050 M en bicarbonato.

### 3) Procedimiento

1. Solicite al docente la solución problema de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  y  $\text{NaHCO}_3$  y la solución patrón de HCl 0,125M.
2. Colocar el HCl 0,125 M en la bureta de 10 mL.
3. Colocar en un matraz Erlenmeyer de 100 mL el volumen ( $V_T$ ) de solución problema calculado en la diagramación.
4. Agregar agua destilada en el matraz Erlenmeyer hasta completar 20 mL.
5. Agregar 1 gota de Fenolftaleína (solución al 0.1%)
6. Valorar hasta el viraje del indicador (magenta  $\rightarrow$  incoloro). Anotar el gasto de bureta ( $G_1$ ) (realizar la corrección del mismo con el tramo correspondiente).
7. Agregar una gota de Heliantina (solución al 0.1%)
8. Valorar hasta el viraje del indicador (amarillo  $\rightarrow$  salmón). Anotar el gasto de bureta ( $G_2$ ) (realizar la corrección del mismo con el tramo correspondiente).
9. Calcular la concentración de cada una de las sales según la siguiente ecuación:

$$C_{\text{Na}_2\text{CO}_3} \left( \frac{\text{mol}}{\text{L}} \right) = \frac{C_{\text{HCl}} \cdot G_1}{V_T}$$

$$C_{\text{NaHCO}_3} \left( \frac{\text{mol}}{\text{L}} \right) = \frac{C_{\text{HCl}} \cdot (G_2 - 2G_1)}{V_T}$$

10. Realizar al menos 6 valoraciones sucesivas. Realizar el tratamiento estadístico de datos.

### 4) Tratamiento estadístico de datos

Obtener al menos 6 valores de  $C_{\text{Na}_2\text{CO}_3}$  y  $C_{\text{NaHCO}_3}$ . Estudiar la presencia de valores anómalos según el criterio estadístico de Dixon (test Q). Promediar los valores que correspondan, y calcular la desviación estándar muestral (s). Calcular  $u_{\text{valent}}$  como  $t_{n-1} \cdot s / \sqrt{n}$ . Expresar las concentraciones de ambas sales como un IC 95%.

## V. EVALUACIÓN

---

Se evaluará el desempeño global en el laboratorio, la manipulación correcta y segura de los materiales y los reactivos, la correcta disposición y gestión de residuos generados. Se tendrá en cuenta la veracidad y precisión de los resultados obtenidos (valor medio y número de valores promediables), y la correcta elaboración del informe.

VI. PREGUNTAS DE AUTOCONTROL

---

- a) Utilizando la app <https://ph.lattelog.com/onetitrage> construya la curva de valoración de la práctica. Describa sus puntos característicos (especies predominantes en ellos). Busque la información necesaria en las tablas de datos.
- b) Estime los pH de los dos puntos equivalentes, en función de las especies que predominan en los mismos.
- c) Estime el pH de la solución problema con los datos dados en la diagramación de la práctica. (busque los  $K_a$  del sistema ácido carbónico en tablas de  $K_a$ )
- d) Deduzca las ecuaciones del punto 9 del apartado “4.3 Procedimiento”
- e) Busque reactivos indicadores alternativos para la detección de los puntos equivalentes.

## Práctico Laboratorio 6 – Determinación complejométrica de la pureza de una sal de Ni<sup>2+</sup>

### I. OBJETIVOS DEL PRÁCTICO

Determinación de la pureza de una sal de Ni<sup>2+</sup> por medio de una retrovaloración con EDTA / MgSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O

### II. CONOCIMIENTOS TEÓRICOS REQUERIDOS

- Conceptos generales sobre compuestos de coordinación Metal-EDTA. Efecto Quelato.
- Factores que afectan las valoraciones con EDTA.
- Concepto de retrovaloración.
- Complejometrías con EDTA. Estequiometría y relación molar en el PEq.
- Indicadores metalocrómicos (NET) y su utilización. Detección del punto equivalente.
- Tratamiento estadístico de datos (tal como fue visto en el Práctico del mismo tema)
- Utilizar la bibliografía recomendada en el Teórico de este tema.

### III. CONOCIMIENTOS PRÁCTICOS REQUERIDOS

- Preparación de soluciones de concentración exactamente conocida.
- Correcta utilización del material volumétrico (matraz aforado, pipeta aforada, bureta).
- Correcta utilización de la balanza analítica.
- Preparación de soluciones amortiguadoras.
- Manejo seguro de la solución concentrada de NH<sub>3</sub>
- Manejo del NET.

### IV. PARTE EXPERIMENTAL – LINEAMIENTOS GENERALES

#### 1) Materiales y reactivos

##### MATERIALES

- Matraz aforado de 100,00 mL
- Erlenmeyer de 250 mL
- Embudo
- Bureta de 10,00 mL
- Pipeta aforada de 10,00 mL
- Espátula
- Varilla de Vidrio

##### REACTIVOS

- EDTA disódico dihidratado (corroborar la disponibilidad)
- MgSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O (en higróstato)
- NET al 1% m/m en NaCl
- NH<sub>3</sub> concentrado
- NH<sub>4</sub>Cl para análisis
- Sal de Ni<sup>2+</sup> (NiSO<sub>4</sub>·6H<sub>2</sub>O) de pureza desconocida
- Agua destilada

#### 2) Diagramación de la práctica

Determinar la concentración de la solución de EDTA y de la solución de MgSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O requeridas, tal que:

- La toma de la sal de  $\text{Ni}^{2+}$  sea de aproximadamente 0,1000 g
- El gasto de bureta para el blanco sea 8,00 mL de la solución de  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
- El gasto de bureta para la retrovaloración sea 2,00 mL de la solución de  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
- El volumen de toma de EDTA para blanco y retrovaloración será 10,00 mL.

Determinar la masa de  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  a tomar para preparar un volumen adecuado de solución patrón de  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , considerando que se realizarán como mínimo 6 determinaciones independientes (6 blancos y 6 retrovaloraciones).

Con el mismo criterio, determinar la masa a tomar de EDTA (bajo la forma que esté disponible ese día) para preparar un volumen adecuado de solución de EDTA.

### 3) Procedimiento

1. Preparar una solución buffer de  $\text{pH} = 10$ , disolviendo 16,9 g de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  para análisis en una mínima cantidad de agua destilada contenida en un matraz de 250 mL. Agregar 143 mL de  $\text{NH}_3$  concentrado (¡CUIDADO, manejar en campana de extracción! ¡Evitar el contacto con la piel y vías respiratorias!). Llevar a volumen con agua destilada. Esta solución la prepara una sola persona para todo el grupo.
2. Preparar un volumen adecuado de solución de EDTA de la concentración calculada en la diagramación de la práctica.
3. Preparar un volumen adecuado de solución de  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  de la concentración calculada en la diagramación de la práctica. Registrar la masa tomada y el código del matraz aforado utilizado. Calcular la concentración molar de la solución patrón primario ( $\text{MM MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} = 246.47 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$ )

### RETROVALORACIÓN

4. Pesar en forma exacta una masa de la sal de  $\text{Ni}^{2+}$  aproximadamente 0.1 g. Masar dentro de un matraz Erlenmeyer de 250 mL. Registrar la masa en la tabla adjunta ( $m_0$ )
5. Agregar con pipeta aforada, 10,00 mL de la solución de EDTA al matraz anterior. Agitar hasta disolución. Registrar el código de la pipeta aforada.
6. Agregar 5,0 mL de la solución buffer  $\text{NH}_4^+/\text{NH}_3$ .
7. Agregar 35 mL de agua destilada y por último una punta de espátula de NET. Observar el color de la solución contenida en el matraz de valoración.
8. Valorar la solución resultante con  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  hasta la primera coloración rojiza. Registrar el gasto CORREGIDO de bureta ( $G_R$ )
9. Registrar el código de la bureta utilizada.

### BLANCO

10. Agregar con pipeta aforada (la misma que en punto 5) 10,00 mL de la solución de EDTA a un matraz de 250 mL.
11. Agregar 5,0 mL de la solución buffer  $\text{NH}_4^+/\text{NH}_3$ .
12. Agregar 35 mL de agua destilada y por último una punta de espátula de NET. Observar el color de la solución contenida en el matraz de valoración.
13. Valorar la solución resultante con  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  hasta la primera coloración rojiza. Registrar el gasto CORREGIDO de bureta ( $G_B$ )
14. Repetir la retrovaloración y el blanco (puntos 4 a 13) al menos 5 veces más.

15. Calcular la masa de  $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  en la toma según la ecuación (expresar G en litros):

$$m_{\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} = MM_{\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} \cdot C_{\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}} (G_B - G_R)$$

16. Calcular la pureza de la muestra de  $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  como:

$$\text{Pureza (\%)} = \frac{m_{\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} (g)}{m_o (g)} \cdot 100$$

#### 4) Tratamiento estadístico de datos

Para la práctica no se cuenta con información estadística histórica previa. Se aplicará el test de DIXON (Q) ( $\alpha=0,05$ ) para descartar posibles valores anómalos. Los valores que no sean anómalos se promediarán (pureza promedio), y se calculará su desviación estándar muestral (s). Calcular  $u_{\text{aleat}}$  como  $t_{n-1} \cdot s / \sqrt{n}$  y expresar la pureza de la sal de  $\text{Ni}^{2+}$  como un intervalo de confianza al 95%. Calcular el CV (%).

### V. EVALUACIÓN

---

Se evaluará la veracidad y la precisión obtenida en la realización de la práctica, así como la ausencia de valores anómalos. Se valorará especialmente que el valor de referencia de la pureza de la sal (dada por el fabricante,  $\%_{\text{REF}}$ ) se encuentre dentro del intervalo de confianza expresado (ausencia de sesgo), y que  $u_{\text{aleat}}$  sea lo más pequeño posible (valores con alto grado de concordancia).

### VI. PREGUNTAS DE AUTOCONTROL

---

- ¿Cuál es el patrón primario utilizado en la práctica? ¿Cómo se conserva y por qué?
- Deduzca la ecuación del punto 15 de la parte 4.3, a partir del esquema general de la retrovaloración de la práctica.
- Razone y diagrame la curva de titulación correspondiente a la titulación del EDTA con el  $\text{Mg}^{2+}$  (considere que coloca en la bureta al  $\text{Mg}^{2+}$  en lugar de al EDTA)
- ¿Por qué utiliza un buffer de pH = 10 en esta práctica?
- Mencione formas de lograr selectividad en la valoración de una mezcla de metales.
- Suponga que debe valorar un determinado catión metálico que precipita al pH de trabajo ¿Cómo solucionaría este problema? ¿Qué precauciones debe tener?
- ¿Cómo es la estequiometría de la reacción  $\text{Mg}^{2+} + \text{EDTA}$ ? ¿Y la del  $\text{Ni}^{2+} + \text{EDTA}$ ?
- Sin consultar tablas de  $K_f$  para los complejos Metal-EDTA, y en virtud de lo que hará en la práctica, razone y deduzca qué complejo es más estable al pH de trabajo:  $\text{MgY}^{2-}$  o  $\text{NiY}^{2-}$

## Práctico Laboratorio 7 – Valoración de una solución de $\text{H}_2\text{O}_2$ con $\text{KMnO}_4$ previamente estandarizado

### I. OBJETIVOS DEL PRÁCTICO

- Valorar una disolución de  $\text{KMnO}_4$  de concentración aproximada 0,02 M
- Utilizando la disolución previamente estandarizada, determinar la concentración de una solución problema de  $\text{H}_2\text{O}_2$  (peróxido de hidrógeno de uso tópico, aproximadamente 10 Vol)

### II. CONOCIMIENTOS TEÓRICOS REQUERIDOS

- Conceptos generales sobre reacciones redox.
- Teoría de las valoraciones redox.
- Uso de disoluciones de  $\text{KMnO}_4$  como patrón secundario.
- Definición de “volúmenes” para expresar la concentración de  $\text{H}_2\text{O}_2$ .

### III. CONOCIMIENTOS PRÁCTICOS REQUERIDOS

- Correcta utilización del material volumétrico (matraz aforado, pipeta aforada, bureta).
- Correcta utilización de la balanza analítica.
- Gestión de desechos.

### IV. PARTE EXPERIMENTAL – LINEAMIENTOS GENERALES

#### 1) Materiales y reactivos

##### MATERIALES

- Balanza analítica ( $d=0,0001\text{g}$ )
- Pipetas aforadas de 1,00, 5,00 y 10,00 mL
- Matraces aforados de 50,00 y de 100,00 mL
- Erlenmeyer de 100 mL
- Embudo
- Pipeta Pasteur
- Bureta de 10,00 mL
- Plancha calefactora

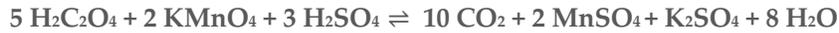
##### REACTIVOS

- $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  patrón primario
- Disolución de  $\text{KMnO}_4$  0,02 mol/L
- Disolución de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1:4)
- Solución problema de  $\text{H}_2\text{O}_2$  aprox. 10 Vol.

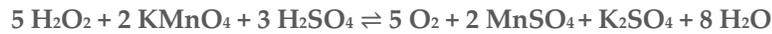
## 2) Diagramación de la práctica

Sabiendo que las reacciones involucradas son las siguientes:

*Valoración del  $KMnO_4$ :*



*Valoración de la muestra problema:*



- Calcular la toma de patrón primario que se requiere para obtener un gasto de bureta de 8 mL durante la estandarización del  $KMnO_4$ .
- Calcular la toma de solución problema de  $H_2O_2$  que se requiere para obtener un gasto de bureta de 8 mL durante la valoración con  $KMnO_4$ .

## 3) Procedimiento

### I) **Valoración del $KMnO_4$ :**

1. Llenar la bureta con la disolución de  $KMnO_4$  enrasando con la parte superior del menisco.
2. En el matraz de valoración transferir una toma de  $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$  para tener en el punto equivalente un gasto de 8 mL de disolución de  $KMnO_4$ . Agregar luego 5,0 mL de la disolución  $H_2SO_4$  en agua (1:4), y 10,0 mL de  $H_2O$ .
3. Descargar en frío aproximadamente 1 mL de la disolución de  $KMnO_4$  sobre el matraz de valoración. Calentar sobre plancha calefactora, hasta desaparición del color rosado de la disolución.
4. Continuar la valoración. El punto final queda determinado por la presencia del primer exceso de  $KMnO_4$ , aparición del tinte rosado más tenue posible que perdure por más de 30 segundos.
5. Repetir el ensayo hasta obtener 3 valores concordantes de la molaridad de  $KMnO_4$ .

La concentración molar de  $KMnO_4$  se calcula según la siguiente ecuación:

$$C_{KMnO_4} (M) = \frac{2}{5} \cdot \frac{1}{G_b} \cdot \frac{m_{H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O} \cdot (P(\%)/100)}{MM_{H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O}} \cdot \frac{V_{toma}}{V_{Matraz}}$$

### II) **Valoración de la muestra:**

1. Llenar la bureta con la disolución de  $KMnO_4$  enrasando con la parte superior del menisco.
2. En el matraz de valoración transferir una toma adecuada de la muestra original que contenga la cantidad de  $H_2O_2$  necesaria para obtener un gasto de 8 mL de disolución de  $KMnO_4$ . Agregar luego 5,0 mL de la disolución  $H_2SO_4$  en agua (1:4), y 10 mL de  $H_2O$ .
3. Valorar en frío con la disolución de  $KMnO_4$  hasta llegar a la aparición del tinte rosado más tenue posible que perdure por más de 30 segundos.

4. Repetir el ensayo hasta obtener 3 valores concordantes de concentración de la muestra original de  $H_2O_2$  expresada en volúmenes.

$$C_{H_2O_2} (vol) = \frac{5}{2} \cdot \frac{C_{KMnO_4} (M) \cdot G_b (mL)}{V_{toma} (mL)} \cdot 11,2 \left( \frac{vol}{M} \right)$$

#### 4) Tratamiento estadístico de datos

##### *Estandarización de la disolución patrón secundario:*

A partir de los gastos de  $KMnO_4$  (previa corrección por tramo de bureta), la masa de  $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$  patrón primario (PF = 126,07 g/mol) pesada en la balanza analítica, el volumen de disolución de patrón primario y el volumen de verificación de la pipeta aforada utilizada, se obtienen los valores de concentración molar de la disolución patrón secundario. Se promediarán aquellos valores concordantes, determinados sabiendo que  $\sigma_r = 5,1 \times 10^{-5}$  mol/L. La incertidumbre asociada al resultado final se calcula utilizando la misma desviación estándar.

##### *Contenido de peróxido de hidrógeno en la muestra:*

Para la muestra, el resultado final se expresará como volúmenes de  $H_2O_2$ . El intervalo de réplica y la incertidumbre se calcularán sabiendo que  $\sigma_r = 0,025$  vol.

#### 5) Cumplimiento con especificación farmacopeica

Según USP, una solución de uso tópico de peróxido de hidrógeno 3%(m-v), debe contener no menos de 2,5 g y no más de 3,5 g de peróxido de hidrógeno por cada 100 mL. Verificar el cumplimiento de la solución problema según la especificación de USP (USP 30 NF 25 pag. 2556)

## V. EVALUACIÓN

---

Se evaluará el desempeño global en el laboratorio, la manipulación correcta y segura de los materiales y los reactivos, la correcta disposición y gestión de residuos generados. Se tendrá en cuenta la veracidad y precisión de los resultados obtenidos (valor medio y número de valores promediables), y la correcta elaboración del informe.

## VI. PREGUNTAS DE AUTOCONTROL

---

- ¿Por qué calienta la solución luego de agregar 1 mL de  $KMnO_4$  sobre la solución de  $H_2C_2O_4$ ?
- ¿Por qué enrasa con la parte superior del menisco?
- ¿Cómo se define la unidad “volúmenes” para el  $H_2O_2$ ?
- ¿Por qué se requiere agregar  $H_2SO_4$  al medio de valoración cuando se utiliza  $KMnO_4$ ?
- ¿Cómo se identifica el punto final de esta valoración?
- Deducir las ecuaciones de la parte 4.3, con las cuales calcula las concentraciones de la disolución patrón secundario y la muestra problema.
- Calcular el  $\Delta E^0$  para la reacción entre el  $KMnO_4$  y el  $H_2O_2$ .
- Si el  $H_2O_2$  usualmente se utiliza como *oxidante*, ¿por qué en esta instancia actúa como *reductor*?

# PRÁCTICAS

## SEGUNDO SEMESTRE

---

- 8. Determinación del contenido de yodo en una disolución de uso tópico.*
- 9. Determinación de bromuro por el método de Volhard.*
- 10. Determinación del porcentaje de humedad de una muestra comercial de yerba mate*
- 11. Valoración potenciométrica de ácido fosfórico en una bebida cola.*
- 12. Dosificación espectrofotométrica de paracetamol en un jarabe.*
- 13. Dosificación espectrofotométrica de hierro (II) por desarrollo de color.*

## Práctico Laboratorio 8 – Valoración de una solución de I<sub>2</sub> de uso tópico

### I. OBJETIVOS DEL PRÁCTICO

- Preparación de una solución de Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> de concentración aproximada 0,05 M.
- Valoración de la solución anterior por yodometría, utilizando KIO<sub>3</sub> pp / KI.
- Valoración de una solución problema de I<sub>2</sub> con la solución valorada de Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

### II. CONOCIMIENTOS TEÓRICOS REQUERIDOS

Teórico Redox Parte II – Yodi y Yodometrías) y bibliografía asociada (Skoog, Harris, etc)

### III. PARTE EXPERIMENTAL

#### 1) Diagramación de la práctica

- Preparación de la solución de Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Calcular la masa de Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·5H<sub>2</sub>O (248,19 g/mol) necesaria para preparar 100.00 mL de solución 0,05M.

- Valoración de la solución de Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Se valorará la solución de Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> con KIO<sub>3</sub> / KI. Sabiendo que la relación molar entre KIO<sub>3</sub> y Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> es:

$$\frac{n_{\text{yodato}}}{1} = \frac{n_{\text{tiosulfato}}}{6}$$

Determinar la masa necesaria de KIO<sub>3</sub> (214,00 g/mol) para obtener un gasto de bureta de 8 mL.

(Tener en cuenta que para dicha práctica se utilizará un exceso de KI, y medio ácido dado por H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 4M. Además, se utilizará solución de almidón como indicador del punto final).

- Valoración de la solución problema de I<sub>2</sub> con la solución estandarizada de Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Calcular el volumen de toma de solución problema de I<sub>2</sub> (concentración aproximada 1%p-v de I<sub>2</sub>) para obtener un gasto de 8,0 mL.

### IV. TRATAMIENTO ESTADÍSTICO DE DATOS

Se promediarán al menos 3 valores cuyo coeficiente de variación sea menor a 1%. Calcular con dichos valores el  $s$ , el  $u_{\text{alcat}}$  y expresar el resultado como un IC<sub>95%</sub>

V. PREGUNTAS DE AUTOCONTROL

---

- a) ¿Qué es el anión triyoduro? ¿Es lo mismo que yoduro? ¿Cómo se forma?
- b) ¿Qué es una YODI-metría? ¿Qué es una YODO-metría?
- c) Mencione cómo se prepara y se conserva una solución de  $I_2$
- d) Escriba todas las reacciones químicas involucradas en la valoración del  $Na_2S_2O_3$  con  $KIO_3 / KI$  y deduzca la relación estequiométrica entre n (yodato) y n (tiosulfato).
- e) Exprese la C ( $Na_2S_2O_3$ ) en función del  $G_b$  y de la masa de  $KIO_3$  empleada.
- f) Imagine que el laboratorio no cuenta con  $KIO_3$ . ¿Hay alternativas químicas para realizar la presente práctica?
- g) Calcule cuál es la masa mínima de  $KI$  necesaria durante la valoración del  $Na_2S_2O_3$ .
- h) ¿Es la reacción entre  $I_2$  y  $Na_2S_2O_3$  adecuada para ser utilizada en una valoración? Justifique calculando su  $K_{eq}$ .
- i) Escriba la reacción química correspondiente a la valoración de la muestra problema (considere al  $I_2$  como analito, no a la yodopovidona).
- j) ¿Qué indicador usa en la práctica? ¿Por qué se usa dicho indicador? ¿En qué momento lo agrega?

## Práctico Laboratorio 9 – Valoración de una solución de bromuro - aprox. 0,15 M

### I. OBJETIVOS DEL PRÁCTICO

Aplicación del Método de Volhard para la determinación de bromuro en una solución problema.

### II. CONOCIMIENTOS TEÓRICOS REQUERIDOS

Teórico Argentometrías, Métodos de Volhard, Mohr y Fajans, y bibliografía asociada (Skoog, Harris, etc)

### III. PARTE EXPERIMENTAL

Sabiendo que la solución problema de Br<sup>-</sup> es aproximadamente 0,15 M, y que:

- Se cuenta con una solución de AgNO<sub>3</sub> 0,1 M
- Se cuenta con una solución valorada de KSCN 0,12500 M

Determinar:

- El volumen de solución de AgNO<sub>3</sub> a agregar en el blanco para obtener un gasto de solución valorada de KSCN de 8.00 mL.
- La toma de solución problema a agregar en la retrovaloración, para obtener un gasto de solución de KSCN de 2.00 mL.

*Nota:* se utilizarán 2 mL de HNO<sub>3</sub> 1:2 por cada valoración. Para la detección del PF se utilizará una solución recién preparada de Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> 0,5 M (0,5 mL)

### IV. TRATAMIENTO ESTADÍSTICO DE DATOS

Se analizará la presencia de valores anómalos por medio del test de DIXON, se promediarán aquellos que cumplan Ho para dicho test estadístico. Con el promedio y la desviación estándar muestral (s), se calculará  $u_{leat}$  y se expresará el resultado como un IC<sub>95%</sub>

### VI. PREGUNTAS DE AUTOCONTROL

- a) Defina Valoración de precipitación. Defina Argentometría.
- b) ¿Cómo se define Kps? ¿La Kps está relacionada con la solubilidad de un compuesto iónico?
- c) ¿Es posible aplicar la metodología de la clase de hoy para valorar una solución problema de NaCl de igual concentración? En caso contrario proponga alternativas.
- d) ¿En qué se basa la detección del punto final en la práctica de hoy?
- e) ¿Qué otras formas conoce para detectar el punto final en una Argentometría?
- f) ¿Cuál es la solubilidad de AgSCN a 25 °C? ¿Y la del AgBr?

- g) ¿Cómo prepararía una solución valorada de KSCN? ¿Y una solución valorada de AgNO<sub>3</sub>?
- h) Calcular la pAg en el punto equivalente del blanco de la clase de hoy.
- i) Proponga dos maneras de dosificar las siguientes especies: MgCl<sub>2</sub>, HBr, FeCl<sub>2</sub>, NH<sub>4</sub>SCN, Na<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, Na<sub>2</sub>S, K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>

## Práctico Laboratorio 10 – Determinación del porcentaje de humedad de una muestra comercial de yerba mate

### I. OBJETIVOS DEL PRÁCTICO

---

Determinar el porcentaje de humedad de una muestra comercial de yerba mate por gravimetría de volatilización indirecta (secado hasta masa constante a 105 °C), y comparar el resultado con lo especificado en el Reglamento Bromatológico Nacional (5ta Ed.).

### II. CONOCIMIENTOS TEÓRICOS REQUERIDOS

---

Se encuentran en el Teórico Número 13 (Determinaciones gravimétricas) y en la bibliografía asociada (Skoog, Harris, etc.), e incluyen los conceptos de:

- Generalidades sobre métodos gravimétricos
- Gravimetría de volatilización (directa e indirecta)
- Agua en muestras analíticas.
- Pureza en base seca y base húmeda. Cálculos asociados.

### III. PARTE EXPERIMENTAL

---

#### 1) Materiales y reactivos

- Balanza analítica ( $d=0,0001$  g)
- Cápsulas de porcelana (3 unidades)
- Estufa a 105 °C
- Desecador
- Muestra: yerba mate comercial

#### 2) Diagramación

De acuerdo al Reglamento Bromatológico Nacional (5ta Ed. Cap. 22, sección 3: “yerba mate”) el porcentaje de humedad máximo para la yerba mate es del **11%*m-m***. En base a esta reglamentación, calcular la masa total de yerba a masar de tal forma que la variación de masa por pérdida de agua sea de un mínimo de 0,01 g.

### 3) Procedimiento

1. Pesar una cápsula vacía, limpia y seca, que haya estado previamente en estufa por un periodo de al menos 2 h a 105 °C y estabilizada a temperatura ambiente en desecador.
2. Registrar la masa de cápsula vacía ( $m_{CV}$ ).
3. Sin retirar la cápsula, pesar exactamente cómo mínimo la masa de yerba calculada en 2. Procurar que la muestra quede lo más distribuida posible para facilitar el proceso de secado.
4. Registrar la masa de cápsula con sustancia húmeda ( $m_{CSH}$ ) y calcular la masa de sustancia húmeda  $m_{SH}$  por diferencia entre  $m_{CV}$  y  $m_{CSH}$ .
5. Colocar la cápsula con la sustancia en estufa a 105°C durante 1 hora.
6. Retirar la cápsula de la estufa y colocarla en un desecador hasta alcanzar temperatura ambiente.
7. Pesar la cápsula con la sustancia.
8. Registrar la masa de cápsula con sustancia seca 1 ( $m_{CSS1}$ ).
9. Calcular la masa de sustancia seca 1  $m_{SS1}$  por diferencia de  $m_{CSS1}$  y  $m_{CV}$ .
10. Repetir  $n$  veces los pasos 6 a 10, hasta lograr  $m_{SS}$  constante.
11. Al finalizar la práctica, se desechará la muestra en forma adecuada, se lavarán las cápsulas, y se llevarán a 105 °C nuevamente.

### 4) Registro de datos y cálculo

Se registrará los datos de masas de la siguiente forma (datos de ejemplo):

Tiempo de secado (h)	Instancia		Masa total (g)	Masa de sustancia (g) $m_{SH}, m_{SS}$
0	Capsula vacía (CV)	$m_{CV}$	35,2432	--
0	Cápsula + sustancia húmeda (SH)	$m_{CSH}$	38,5421	$m_{CSH} - m_{CV} = 3,2989 = m_{SH}$
1,0	Cápsula + sustancia seca 1 (SS1)	$m_{CSS1}$	38,2433	$m_{CSS1} - m_{CV} = 3,0001 = m_{SS1}$
1,5	Cápsula + sustancia seca 2 (SS1)	$m_{CSS2}$	38,2143	$m_{CSS2} - m_{CV} = 2,9711 = m_{SS2}$
2,0	Cápsula + sustancia seca 3 (SS1)	$m_{CSS3}$	38,0122	$m_{CSS2} - m_{CV} = 2,7690 = m_{SS3}$
2,5	Cápsula + sustancia seca 4 (SS1)	$m_{CSS4}$	38,0122	$m_{CSS4} - m_{CV} = 2,7690 = m_{SS4}$

Se calculará el porcentaje de humedad en la sal de mesa como:

$$\% \text{ Humedad} = \frac{m_{\text{agua}}}{m_{SH}} \cdot 100 = \frac{m_{SH} - m_{SSn}}{m_{SH}} \cdot 100$$

En el caso del ejemplo:

$$\% \text{ Humedad} = \frac{m_{SH} - m_{SS}}{m_{SH}} \cdot 100 = \frac{3,2989g - 2,7690g}{3,2989g} \cdot 100 = 16,1\%$$

#### IV. TRATAMIENTO ESTADÍSTICO

---

Se trabajará por triplicado. Se tomará como criterio de promediabilidad, un CV < 5%. Se expresará el % de humedad como un intervalo de confianza al 95%, calculando  $u_{aleat}$  como  $t_{n-1} \cdot s / \sqrt{n}$ .

#### V. PREGUNTAS Y EJERCICIOS DE AUTOEVALUACIÓN

---

- ¿Qué tipo de técnicas gravimétricas conoce?
- ¿En qué se diferencia una gravimetría de volatilización directa de una indirecta? Busque ejemplos.
- ¿Qué supuestos realizamos en una gravimetría de volatilización indirecta a la hora de determinar humedad?
- ¿Cómo se puede encontrar el agua una muestra analítica?
- ¿Cómo afecta la humedad en un material a la pureza de otros componentes?
- ¿Qué se entiende por % en BS y en BH?

#### Ejercicios (para resolver durante las etapas de secado)

- De acuerdo a la versión vigente del Reglamento Bromatológico Nacional, la avena laminada no podrá contener más de un 13% de humedad. Una muestra de avena laminada de 3,2214 g se colocó en estufa por el tiempo establecido en la técnica, y una vez fría, se masó obteniéndose una masa de 2,5621 g. Considerando que la diferencia de masa corresponde a la pérdida de H<sub>2</sub>O, determinar si la muestra de avena laminada cumple con las especificaciones.
- Una bolsa de urea posee un 46% de N en base seca a la salida de fábrica. Durante el almacenamiento, la bolsa absorbe humedad hasta un 5%. ¿Cuál es el % N en base húmeda?
- Un principio activo X debe poseer como mínimo un 95% de pureza en base seca. Ud. recibe una muestra de un proveedor de origen chino, sobre la cual llevará a cabo la dosificación de X. Realiza los siguientes ensayos:
  - Analiza primero una porción de 0,4233 g de la muestra y en la misma determina 0,3992 g de X.
  - Coloca 0,1043 g de la muestra en estufa 105 °C por 3 horas, constatando una pérdida de 23,1 mg, que asume como pérdida de humedad.

Con esta información, determine si el proveedor cumple con la especificación de pureza.

- j) ¿Cuál es la variación de masa (en porcentaje) de una muestra de  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , si la misma se convierte totalmente en su forma anhidra por secado en estufa?

#### VI. MODELO DE INFORME

---

Debe contener la siguiente información:

**Título, Integrantes del grupo, Grupo, Fecha**

**Muestra:** *información relevante de la misma (marca, lote, fecha de vencimiento)*

**Determinación:** % de humedad

**Método:** Gravimetría de volatilización indirecta (diferencia de masa). Secado a temperatura controlada (*temp*) por (*tiempo*).

**Resultado:**  $(0,33 \pm 0,01) \%$

**Observaciones:**

## Práctico Laboratorio 11 – Valoración potenciométrica de $H_3PO_4$ en gaseosa

### I. OBJETIVOS DEL PRÁCTICO

---

Cuantificar por medio de una valoración potenciométrica la concentración de  $H_3PO_4$  en una gaseosa tipo cola.

La muestra será proporcionada por los estudiantes, y podrá consistir en cualquier bebida de extracto de cola que posea como acidulante ácido fosfórico (constatar que en la etiqueta de ingredientes aparezca “Acidulante INS 338”)

### II. CONOCIMIENTOS TEÓRICOS REQUERIDOS

---

Teórico correspondiente a Valoraciones Potenciométricas y bibliografía recomendada.

### III. DIAGRAMACIÓN DE LA PRÁCTICA

---

A partir de una disolución madre de NaOH 0,1 M, preparar una disolución 0,01M, que será valorada contra  $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$  (PF 126,06 g/mol) patrón. Calcular la toma de ácido oxálico para obtener un gasto de bureta de 20,00 mL (se utilizará una bureta de 25,00 mL).

De acuerdo al Reglamento Bromatológico Nacional, la máxima concentración admisible de  $H_3PO_4$  en bebidas sin alcohol con extracto de cola es de 600 mg/kg (600 ppm). En base a este valor, calcular la toma (en masa) de bebida cola que contenga la cantidad de  $H_3PO_4$  (PF: 97,99 g/mol) necesaria para obtener un gasto de 13,00 mL de NaOH 0,01 M en el primer punto equivalente.

### IV. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

---

#### a. Calibración (ajuste) del pH-metro

Calibrar (ajustar) el pH-metro con las disoluciones buffer disponibles en el laboratorio (pH 4.0 y 7.0, eventualmente también 10.0). Seguir las instrucciones dadas por el docente. Registrar la función de calibración.

#### b. Valoración del NaOH 0,01M

1. A partir de una disolución de NaOH aproximadamente 0,1 M, diluir hasta 250 mL tal que la concentración final aproximada sea 0,01M.
2. Colocar la disolución en una bureta de 25,00 mL.
3. Valorar la disolución con  $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$  patrón primario hasta viraje de la fenolftaleína. Obtener tres valores concordantes cuyo CV sea menor o igual al 1%.
4. Calcular la incertidumbre de la concentración según  $t_{n-1} \cdot s/\sqrt{n}$

*c. Valoración potenciométrica de la bebida cola*

1. Tarar un matraz Erlenmeyer provisto de tapón de goma en balanza analítica, y colocar en él la toma de bebida cola, tal como fue calculada en la parte 3.
2. Registrar la masa exacta con el matraz Erlenmeyer tapado ( $m_0$ ).
3. Transferir el contenido del matraz Erlenmeyer a un vaso de Bohemia provisto de un agitador magnético. Masar nuevamente el matraz con el tapón una vez vaciado ( $m_1$ ).
4. Calcular la masa de muestra por diferencia entre  $m_0$  y  $m_1$ .
5. Colocar el vaso de Bohemia en una plancha calefactora provista de agitación. Calentar la disolución hasta ebullición para eliminar el  $\text{CO}_2$ . Dejar enfriar fuera de la plancha.
6. Colocar el vaso de bohemia con la solución descarbonatada debajo de la bureta conteniendo la disolución patrón secundario de  $\text{NaOH}$  0,01M.
7. Encender la agitación magnética y regularla para proporcionar una agitación suave.
8. Sumergir cuidadosamente en el vaso el electrodo del pH-metro calibrado (sostenerlo con una pinza) y registrar la lectura inicial de pH (una vez que la misma se estabiliza).
9. Comenzar agregando de a 1,0 mL de valorante, registrando la lectura de pH después de cada agregado (dejar estabilizar la lectura). Disminuir los incrementos de volumen de valorante a 0,2 mL, 4 mL antes y 4 mL después del gasto esperado.
10. EN NINGUN MOMENTO DEBE QUEDAR UNA GOTA PENDIENTE EN LA PUNTA DE LA BURETA. De lo contrario arrastras con la mínima cantidad de agua destilada.
11. Valorar hasta 1,0 mL antes de vaciar la bureta (24 mL).
12. En una planilla de Excel, graficar V (NaOH, mL) vs. pH, observar la gráfica.
13. Realizar la curva de valoración, su derivada primera y su derivada segunda, y con ellas hallar el gasto para el primer punto equivalente.

G bureta	pH	$\bar{G}$	$\Delta\text{pH}/\Delta G$	$\bar{\bar{G}}$	$\Delta(\Delta\text{pH})/\Delta\bar{G}$
$G_0$ (0)	$\text{pH}_0$	-	-	-	-
$G_1$	$\text{pH}_1$	$\bar{G}_1 = \frac{(G_1 - G_0)}{2}$	$d_1 = \frac{\text{pH}_1 - \text{pH}_0}{G_1 - G_0}$	-	-
$G_2$	$\text{pH}_2$	$\bar{G}_2 = \frac{G_2 + G_1}{2}$	$d_2 = \frac{\text{pH}_2 - \text{pH}_1}{G_2 - G_1}$	$\bar{\bar{G}}_1 = \frac{\bar{G}_2 + \bar{G}_1}{2}$	$D_1 = \frac{d_2 - d_1}{\bar{G}_2 - \bar{G}_1}$
$G_3$	$\text{pH}_3$	$\bar{G}_3 = \frac{G_3 + G_2}{2}$	$d_3 = \frac{\text{pH}_3 - \text{pH}_2}{G_3 - G_2}$	$\bar{\bar{G}}_2 = \frac{\bar{G}_3 + \bar{G}_2}{2}$	$D_2 = \frac{d_3 - d_2}{\bar{G}_3 - \bar{G}_2}$
...	...	...	...	...	...

14. Realizar el método gráfico (visto en el teórico) como forma alternativa para hallar el gasto.
15. Expresar la concentración de  $\text{H}_3\text{PO}_4$  de la siguiente forma:

$$c_{H_3PO_4} \left( \frac{mg}{kg} \right) = \frac{c_{NaOH} \left( \frac{mol}{L} \right) \cdot G_b(L) \cdot MM_{H_3PO_4} \left( \frac{g}{mol} \right)}{m_{muestra}(g)} \cdot 10^6 \left( \frac{mg}{kg} \right)$$

#### V. TRATAMIENTO ESTADÍSTICO DE DATOS

Se estimará la incertidumbre  $u$  de la concentración de  $H_3PO_4$  considerando las incertidumbres relativa de cada una de las variables con la cual se calcula la misma. Se utilizará la siguiente ecuación:

$$u_{c_{H_3PO_4}} = c_{H_3PO_4} \sqrt{\left( \frac{u_{c_{NaOH}}}{c_{NaOH}} \right)^2 + \left( \frac{u_{G_b}}{G_b} \right)^2 + \left( \frac{u_{MM}}{MM} \right)^2 + \left( \frac{u_{m_{muestra}}}{m_{muestra}} \right)^2}$$

Considerar las incertidumbres individuales de acuerdo a la siguiente tabla:

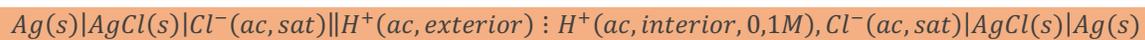
Variable	Descripción	Incertidumbre asociada $u$
c NaOH	Concentración de NaOH	La calculada en IV.b.4
G <sub>b</sub>	Gasto de bureta	±0,1 mL
MM H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	Masa molar del H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> (97,9956 g.mol <sup>-1</sup> )	±0,00042 g.mol <sup>-1</sup>
m <sub>muestra</sub>	Masa de muestra (diferencia)	±0,0002 g

Se expresará el resultado final de la práctica como  $(c_{H_3PO_4} \pm u_{H_3PO_4})$  ppm.

#### VI. PREGUNTAS DE AUTOCONTROL

- Mencione ventajas y desventajas de las técnicas electroanalíticas.
- Diagramar una celda potenciométrica indicando sus partes constituyentes.
- ¿Qué características generales tiene un electrodo de referencia? ¿Cuáles son los más comunes?
- ¿Qué características generales tiene un electrodo indicador? ¿Qué tipos existen?
- ¿En qué consiste un electrodo de membrana de vidrio? ¿Qué parte del mismo es sensible al pH?
- ¿Cómo está compuesta y cómo funciona una membrana de vidrio que separa dos soluciones de diferente  $[H^+]$ ?
- Explique la siguiente ecuación para un electrodo de membrana de vidrio:  
 $E_{ind} = E_b + E_{Ag/AgCl} + E_{asim}$
- Explique la siguiente ecuación para una celda potenciométrica para medida de pH:  $E_{medido} = E_{ind} - E_{ref} + E_j$

- i. Explique la siguiente ecuación:



- j. Escriba la ecuación general que vincula el  $E_{medido}$  con el pH.  
k. Describa los errores que aparecen en las medidas potenciométricas de pH y por qué se originan.  
l. Indique ventajas y desventajas de las valoraciones potenciométricas.  
m. ¿Cómo se hallan los puntos equivalentes en las valoraciones potenciométricas?

## Práctico de Ejercicios – Curvas de Calibración

- 1) Plantee un esquema de diluciones adecuado para realizar la práctica No. 12 – “Dosificación de paracetamol en jarabe pediátrico”. Considere que para realizar la misma, cuenta con matraces aforados de 25,00; 50,00 y 100,00 mL (estos dos últimos verificados), pipetas de 5,00 y 10,00 mL (verificadas) y de 1,00; 2,00; 3,00 mL, 25,00 y 50,00 mL (no verificadas), buretas de 10,00 mL (verificadas). Tenga en cuenta también las diluciones para la muestra, que declara una concentración de paracetamol de 240 mg/5 mL, y que es un jarabe de densidad 1,15 g/mL.
- 2) La curva de calibración de la práctica No. 13 se diseñará teniendo en cuenta:
  - La absorptividad teórica del complejo  $\text{Fe}(\text{fen})_3^{2+}$  ( $11.100 \text{ L}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$ )
  - Se supondrá válido en el rango de concentraciones de trabajo el cumplimiento de la Ley de Beer.
  - Se trabajará en el rango de absorbancias: 0,020 a 0,700.

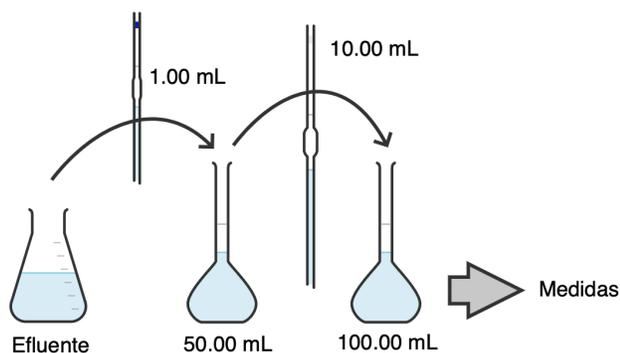
En función de lo anterior, calcular la  $c(\text{Fe})$  máx y  $c(\text{Fe})$  mín de la curva (en mol Fe/L y ppm de Fe) y proponer un esquema adecuado de diluciones, a partir de una (o más de una) disolución stock de Fe(II) preparada a partir de una masa adecuada de sal de Mohr ( $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (392,14 g/mol). Considere que dispone de los mismos materiales que el ejercicio 1.

- 3) Durante la obtención de la curva de calibración para la dosificación de Cr por espectrometría de absorción atómica, se obtienen los siguientes datos:

<b>C (ppm)</b>	<b>A1</b>	<b>A2</b>	<b>A3</b>
<b>0,0</b>	0,0243	0,0252	0,0249
<b>0,5</b>	0,0543	0,0552	0,0539
<b>1,0</b>	0,0984	0,0934	0,0942
<b>2,5</b>	0,2430	0,2540	0,2662
<b>5,0</b>	0,4960	0,4890	0,4800
<b>7,5</b>	0,7490	0,7560	0,7620
<b>10,0</b>	0,9730	0,9880	0,8000

A partir de estos datos, utilizando EXCEL, construir la curva de calibración y explorar diferentes modelos de mejor ajuste (lineal y cuadrático, con y sin ordenada en el origen). Elegir un modelo basándose en los criterios de inspección visual,  $R^2$  y residuales.

En base al modelo elegido, calcular la concentración (ppm) de Cr en una muestra de efluente, sabiendo que el esquema de dilución de la muestra fue el siguiente:



Las absorbancias para la dilución de la muestra fueron 0,5159; 0,5201 y 0,5099.

---

#### EJERCICIOS COMPLEMENTARIOS:

- 4) Se desea cuantificar Bi (208,9 g/mol) por espectrofotometría de desarrollo de color. Un complejo entre Bi(III) y tiourea posee una absorptividad molar de 9320 L/(cm.mol) a 470 nm. Se cuenta con patrón de  $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  (485,07 g/mol), espectrofotómetro de simple haz con celdas de cuarzo y plástico de 1 cm de camino óptico.
- Diagramar una curva de calibración de Bi(III) de 5 puntos de tal manera que cubran el rango 20% - 80% de transmitancia.
  - Una muestra contiene 500 ppm de Bi ¿Puede ser cuantificada por medio de la curva diagramada en la parte anterior? Si la respuesta es afirmativa, indique cómo procedería a realizarlo.

- 5) Se desea cuantificar Cr en los afluentes de una fábrica. Se cuenta con  $K_2Cr_2O_7$  patrón (294.2 g/mol, pureza 99,5%). El procedimiento analítico a seguir indica que se debe construir una curva de calibración de 5 puntos en el rango 0,1 – 1,0 ppm de Cr, midiendo a 350 nm.
- Indique cómo construir dicha curva.
  - Una muestra de afluente contiene una concentración de Cr aproximadamente 4000 mg/L. Proponga diluciones adecuadas para poder medir dicha muestra con la curva de calibración de la parte a.

## Práctico Laboratorio 12– Dosificación espectrofotométrica de Paracetamol en jarabe

### I. OBJETIVOS

- Realizar una curva de calibración partiendo de un patrón sólido de paracetamol.
- Evaluar la función de calibración.
- Determinar el contenido de paracetamol en un jarabe de uso pediátrico mediante espectrometría de absorción molecular en el ultravioleta.

### II. INTRODUCCIÓN

#### 1. Muestra a analizar

La muestra consiste en un analgésico de venta libre cuyo principio activo es el acetaminofeno (paracetamol). El mismo se presenta en forma de jarabe de uso pediátrico. La estructura química del acetaminofeno puede observarse en la Figura 1a. Su espectro UV se muestra en la figura 2b. En nuestro país el organismo rector (Ministerio de Salud Pública) utiliza distintas referencias, entre ellas, la Farmacopea Americana (USP de los Estados Unidos), **que establece como especificación que el contenido de acetaminofeno debe estar comprendido entre el 90% y el 110% del declarado por el fabricante.**

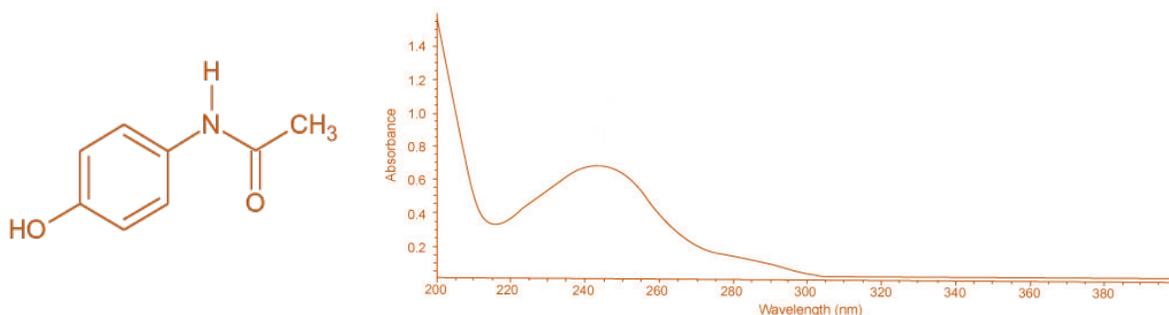


Figura 1. Estructura del paracetamol (acetaminofeno) y su espectro UV-Visible

#### 2. Fundamento teórico

La técnica de espectrometría de absorción se basa en la **disminución de la potencia de un haz de radiación electromagnética al interactuar con el analito.** Se define potencia como la energía del haz que llega por segundo a un área dada. La potencia de un haz colimado de radiación monocromática disminuye de  $P_0$  a  $P$  luego de atravesar una disolución de camino óptico  $b$  y concentración  $C$ . **Se define la transmitancia de una disolución como la fracción de radiación transmitida ( $T = P / P_0$ ) y la absorbancia como el logaritmo en base diez del inverso de la transmitancia ( $A = \log (P_0 / P)$ ).**

Experimentalmente se compara la energía del haz transmitido por la disolución del analito con la del haz que atraviesa la cubeta que contiene sólo el disolvente del analito, ya que hay pérdida de radiación por reflexión por su interacción con las paredes de las cubetas y por dispersión por su interacción con el

disolvente.

La absorbancia experimental se aproxima a la verdadera ( $A = \log (P_0/P) = \log(P_{\text{solvente}}/P_{\text{solución}})$ ), y se relaciona con la concentración según la siguiente expresión:

$$A = a \cdot b \cdot C$$

donde **b** es el camino óptico (ancho de la cubeta), **C** la concentración de la disolución y **a** la absorptividad cuyas unidades dependerán de las unidades de concentración y del camino óptico. Cuando **C** se expresa en mol.L<sup>-1</sup> y **b** en cm, **a** se suele notar **ε** y se conoce como **coeficiente de extinción molar** o **absortividad molar** (L.cm<sup>-1</sup>.mol<sup>-1</sup>)

Esta última expresión se conoce como **ley de Bouguer-Lambert-Beer** (que también se puede encontrar como ley de Beer, ley de Lambert-Beer, ley de Bouguer y Beer o ley de B.B.), aplicable bajo ciertas condiciones a disoluciones diluidas. Si se dan las condiciones para el cumplimiento de la Ley de BB **el modelo de calibración esperado será entonces una relación lineal (sin ordenada en el origen) entre la absorbancia y la concentración del analito**. Comúnmente hay desviaciones a la proporcionalidad directa entre la absorbancia y la concentración

El equipo para hacer las medidas espectrofotométricas está compuesto por una fuente estable de energía radiante, un dispositivo que aísla una región restringida del espectro (en este caso un monocromador), recipientes transparentes para contener la muestra, un detector de la radiación y un sistema de tratamiento y lectura de la señal (Figura 2).



Figura 2.- Esquema general de un espectrofotómetro

### 3. Curva de calibración

La curva de calibración es aquella que mejor representa la relación funcional existente entre las respuestas **instrumentales** ( $R_i$ ) de disoluciones de un analito y las **concentraciones** ( $C_i$ ) del mismo en dichas disoluciones. Para conocer la función se recurre a modelos matemáticos (lineal sin ordenada en el origen, lineal con ordenada en el origen, cuadrática sin ordenada en el origen y cuadrática con ordenada en el origen). Por lo tanto, es necesario seleccionar la curva de mejor ajuste, para lo cual existen diversos criterios:

- Inspección visual.**
- Estudio de los residuos.**
- Estudio de la varianza de regresión.
- Uso del coeficiente de determinación. ( $R^2$ )**
- Pruebas de hipótesis de base estadística.

La concentración de paracetamol en la muestra farmacéutica se determinará a partir de una **curva**

**de calibración** utilizando el método de calibración directa donde las  $R_i$  corresponden, en este caso, a las absorbancias producidas por las disoluciones de paracetamol patrón ( $A_i$ ). Se evaluarán cuatro modelos ajuste (lineal sin ordenada en el origen, lineal con ordenada en el origen, cuadrática sin ordenada en el origen y cuadrática con ordenada en el origen) para determinar la curva que mejor describe la relación entre las concentraciones de los patrones y sus correspondientes respuestas instrumentales. **En este caso los criterios que se utilizarán para seleccionar la función de mejor ajuste serán inspección visual y estudio de los residuos.**

### III. PARTE EXPERIMENTAL

---

#### 1. Reactivos y materiales

##### REACTIVOS

- Agua bi-destilada
- Paracetamol p.a. (pureza  $\geq 98$  %)
- Etanol absoluto p.a.
- HCl 0,1 mol/L.

##### MATERIALES

- Pipetas aforadas de 1, 2, 3, 4 y 5 mL.
- Matraces aforados de 25, 50 y 100 mL.
- Cubetas de cuarzo de 10 mm de sección cuadrada.

##### MUESTRA

- Muestra comercial: jarabe, que contiene 120 mg de paracetamol por cada 5 mL de jarabe.  
Densidad del jarabe 1,15 g/mL

#### 2. Instrumentos

- Espectrómetros UV/Vis de simple haz, con fuentes de radiación de deuterio y de tungsteno

#### 3. Procedimiento

##### CURVA DE CALIBRACIÓN

- a) Pesar de forma exacta aproximadamente 50 mg de paracetamol patrón. Agregar 1,5 mL de etanol, disolverlo en un matraz de 50,00 mL utilizando como disolvente HCl 0,1 mol/L (disolución *stock*).
- b) Preparar una disolución intermedia de 100 mg/L a partir de la disolución *stock* y a partir de

esta preparar las cinco disoluciones patrón utilizando como disolvente HCl 0,1 mol/L. **Realice los cálculos correspondientes para obtener una curva de calibración en el rango 0 a 10 mg/L con 6 niveles de concentración (incluyendo el blanco). En el caso del blanco, se medirá directamente HCl 0,1 mol/L (disolvente de las disoluciones patrón).**

#### MUESTRA

- Pesar de forma exacta **tres cantidades** de una toma adecuada de muestra en tres matraces de 50,00 mL. Agregar 1,5 mL de etanol y diluir utilizando como disolvente HCl 0,1 mol/L
- Hacer las diluciones correspondientes de la muestra utilizando como disolvente HCl 0,1 mol/L, para que la **concentración del analito tenga un valor cercano al punto medio de la curva de calibración.**

#### MEDIDAS

- Para realizar las medidas, llenar la cubeta de cuarzo hasta 1 cm por debajo del borde.
- Realizar los ajustes de cero de absorbancia utilizando la cubeta de cuarzo conteniendo agua bidestilada según el instructivo del instrumento. Discuta con el docente a qué longitud de onda realizará las medidas.
- Medir las disoluciones patrón de trabajo desde la más diluida (empezando por el blanco HCl 0,1 mol/L) a la más concentrada y posteriormente las muestras.
- Repetir el paso 2 hasta obtener 2 repeticiones de cada nivel de concentración de las disoluciones patrón de trabajo y de las muestras.
- Discuta con el docente si las lecturas de A obtenidas son promediables

#### IV. TRATAMIENTO DE DATOS Y CÁLCULOS

---

##### 1. Obtención de la curva de calibración

- Calcular la concentración de paracetamol de cada punto de la curva de calibración teniendo en cuenta las diluciones realizadas, la masa del patrón y su pureza.
- Promediar las lecturas de A para cada disolución patrón.
- Graficar los promedios de las lecturas de A y la concentración en mg/L de cada disolución patrón para obtener los gráficos y las ecuaciones de las curvas: lineal sin ordenada en el origen, lineal con ordenada en el origen, cuadrática sin ordenada en el origen y cuadrática con ordenada en el origen. En todos los casos restar la señal del blanco y considerar el punto: concentración=0; señal=0 como un punto más de la curva (al restar el blanco el valor 0,0 es un punto más a graficar).
- Realizar la inspección visual de las distintas funciones. Calcule los residuos y grafique los residuos obtenidos para cada modelo.
- En función de los resultados obtenidos en el punto 4, discuta la selección de la curva de mejor ajuste. Discuta si el modelo de mejor ajuste coincide con lo esperado desde el punto de vista del cumplimiento con la Ley de Bouguer y Beer.

## 2. *Obtención de la concentración de la disolución muestra medida*

- a) A partir de la curva de mejor ajuste obtenida anteriormente calcular el valor de las 3 concentraciones de paracetamol de las réplicas de la muestra. Tenga presente que a la señal de la muestra **se le debe restar la señal del blanco** que, en este caso, dada la forma en que se preparó, es el disolvente.
- b) Si el coeficiente de variación (CV) entre las concentraciones obtenidas en el apartado anterior es menor que 10%, las concentraciones serán promediables. Informará el promedio de las mismas en mg de paracetamol / 5 mL de jarabe, considerando que la densidad del jarabe es 1,15 g/mL. Informe el resultado con su correspondiente incertidumbre (aleatoria)..

## V. **INFORME**

---

El informe para la siguiente práctica deberá contener las siguientes secciones:

- i. Objetivo de la práctica
- ii. Información relevante sobre los materiales y reactivos utilizados
- iii. Diagramación (cálculos para preparar las disoluciones patrón y de la muestra)
- iv. Datos experimentales
- v. Cálculos y presentación del resultado de la concentración del analito en la muestra.
- vi. Discusión del resultado obtenido de acuerdo a las especificaciones del Organismo Regulador correspondiente.

## VI. **PREGUNTAS DE AUTOCONTROL**

---

- a) ¿Qué es una curva de calibración y por qué debe realizar una en una determinación espectrométrica?
- b) ¿Con qué criterios selecciona la ecuación de mejor ajuste los puntos experimentales de la curva de calibración?
- c) ¿Qué se entiende por rango lineal y rango dinámico de un método analítico?
- d) ¿Cómo calcula una concentración de analito a partir de la información proporcionada curva de calibración?
- e) ¿Cómo está compuesto un instrumento para medidas de absorción molecular de radiación electromagnética?
- f) ¿En qué se basa una medida espectrométrica de absorción molecular?
- g) ¿En qué rango de longitudes de onda / frecuencias se realiza la espectrometría de absorción UV-Visible?
- h) ¿Qué es un espectro de absorción? ¿Qué se grafica? ¿Qué información brinda?
- i) ¿Con qué criterio se selecciona la longitud de onda más adecuada para una medida espectrométrica de absorción molecular?

- j) ¿Qué establece la Ley de Beer?
- k) ¿Qué desviaciones presenta la Ley de Beer?

La diagramación de esta práctica fue tomada con modificaciones de: *Pistón, M.; Bühl, V.; Tissot, F.; Belluzzi, M.; Falchi, L.; Iaquina, F.; González, P.; Machado, I.; Martínez, M.; Medina, M.; Mollo, A.; Santander, J.; Sixto, A.* "Curso de Química Analítica II – 2021 - Material didáctico". Edición 2021. Área Química Analítica, DEC, Facultad de Química, Universidad de la República. ISBN 978-9974-0-0971-4.

## VII. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

---

- Skoog, D., West, D., Holler, J.F., Crouch, S.R.; "Fundamentos de Química Analítica", 8va Edición, Mc Graw - Hill, España 2005. Capítulo 24, págs. 719-738 y Capítulo 25, págs. 780-785.
- J.C. Miller & J.N. Miller "Estadística y Quimiometría para Química Analítica". Cuarta Edición Prentice Hall.

## Práctico Laboratorio 13– Dosificación espectrofotométrica de Fe(II) por desarrollo de color

### I. OBJETIVO

Cuantificar  $\text{Fe}^{2+}$  en un producto farmacéutico líquido para el tratamiento de la anemia, en concentración aproximada 125 mg/mL (como  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) por medio de espectrofotometría en el visible por desarrollo de color con 1,10-fenantrolina. Para ello, se construirá una curva de calibración a partir de un patrón de Fe(II) (Sal de Mohr), y se medirá por triplicado una dilución adecuada de la muestra.

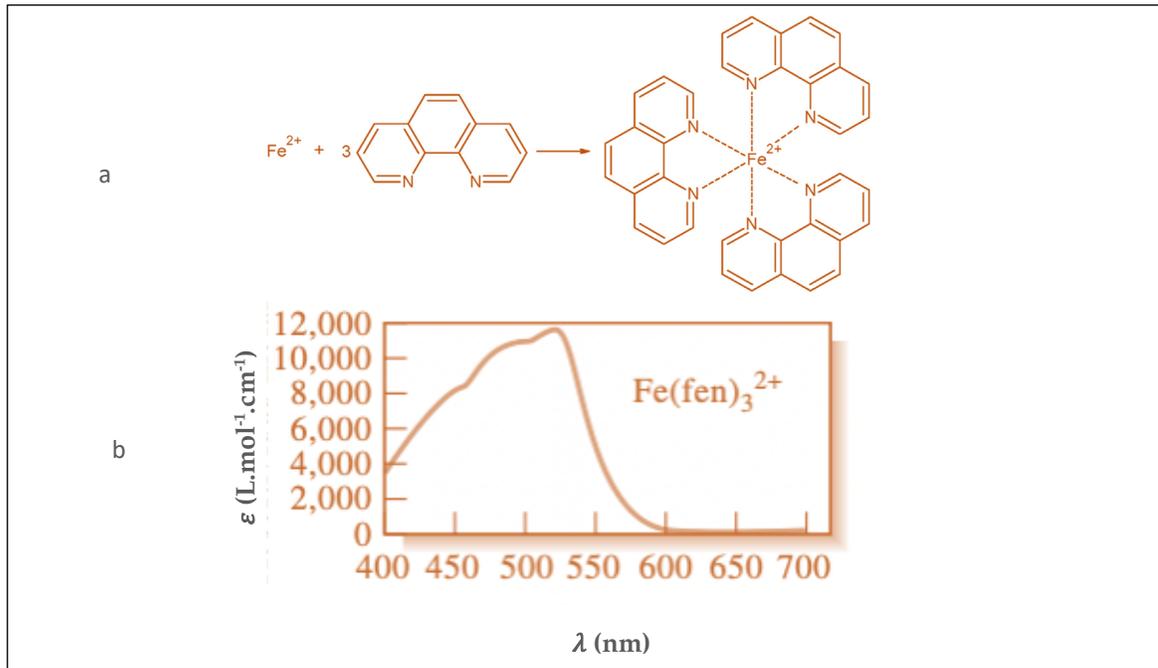
### II. INTRODUCCIÓN Y FUNDAMENTO TEÓRICO

La espectrofotometría por desarrollo de color se basa en la **formación de un complejo fuertemente coloreado del metal que se desea cuantificar y posterior medición espectrofotométrica de su concentración**. Estos complejos se denominan “de transferencia de carga”, dado que se dan entre ligandos con tendencia a donar electrones y metales con generalmente presenta tendencia a aceptar electrones, y se caracterizan por **poseer absortividades molares inusualmente elevadas ( $\epsilon > 10000 \text{ L}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$ )**. Por ello, a simple vista, estos complejos se muestran intensamente coloreados, siendo el color apreciable a concentraciones muy bajas, lo cual **incrementa la sensibilidad y disminuye los límites de cuantificación de los métodos que los utilizan**. Ejemplos de estos complejos son los formados por  $\text{Fe(III)-SCN}^-$ , I<sub>2</sub>-almidón, y  $\text{Fe(II)-1,10-fenantrolina}$ , que es el que se utilizará en esta práctica.

La 1,10-fenantrolina ( $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2$ , orto-fenantrolina, o “fen”) es un compuesto heterocíclico nitrogenado que reacciona con metales tales como Fe, Ni, Ru y Ag para formar complejos fuertemente coloreados. En el caso del Fe(II) la reacción da lugar a un complejo rojo-naranja, como se muestra en la Fig. 1.

El complejo  $\text{Fe(fen)}_3^{2+}$  posee una intensidad de color independiente del pH en el rango 2-9, que no cambia apreciablemente en largos períodos de tiempo. El complejo obedece la ley de Bouguer-Lambert-Beer en aproximadamente 1,5-2 órdenes de magnitud de concentración de Fe(II). En dichas condiciones se cumple que la absorbancia medida se puede expresar como:

$$A = \epsilon_{\text{Fe(fen)}_3^{2+}} \cdot b \cdot c_{\text{Fe(fen)}_3^{2+}}$$



**Figura 1.** a. Reacción entre Fe(II) y 1,10-fenantrolina, b. Espectro UV-Visible del complejo  $Fe(fen)_3^{2+}$ . El máximo de absorción se da a  $\lambda = 510$  nm y posee una absorptividad molar de  $11.100 \text{ L.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$ .

Pero dado que la relación estequiométrica entre el Fe(II) y  $Fe(fen)_3^{2+}$  es 1:1 y la reacción de formación del complejo es prácticamente cuantitativa, se cumplirá que:

$$C_{Fe(fen)_3^{2+}} = C_{Fe(II)}$$

Con lo cual:

$$A = \epsilon_{Fe(fen)_3^{2+}} \cdot b \cdot C_{Fe(II)}$$

Esta última ecuación nos permite relacionar la absorbancia de una solución de complejo  $Fe(fen)_3^{2+}$  directamente con la concentración original de Fe(II) en la muestra. Para maximizar la sensibilidad del método (la pendiente de la curva de calibración), las medidas de absorbancia se realizan a la longitud de onda de máxima absorptividad molar, esto es, a 510 nm.

Si bien la 1,10-fenantrolina forma un complejo fuertemente coloreado con Fe(II), no es así con Fe(III) (se forma complejo pero este no absorbe fuertemente en el visible). **Para cuantificar Fe total por este método, el Fe de la muestra debe estar completamente en el estado ferroso.** Otro inconveniente que puede presentarse es la rápida oxidación del Fe(II) a Fe(III) por parte del O<sub>2</sub> atmosférico. Por ello, para asegurarse que todo el Fe disuelto se encuentre como Fe(II), se utiliza un reductor suave

como el clorhidrato de hidroxilamina (NH<sub>2</sub>OH.HCl) a pH entre 6 y 9:



### III. PARTE EXPERIMENTAL

---

#### 1. *Reactivos y materiales*

##### REACTIVOS

- Agua bi-destilada
- Sal de Mohr (Fe(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O), calidad patrón primario.
- 1,10-fenantrolina monohidrato
- Ácido acético glacial
- NaOH p.a.
- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> conc.
- Hidroxilamina clorhidrato, >99%

##### MATERIALES

- Pipetas aforadas de 1, 2, 3, y 5 mL.
- Buretas de 10,00 mL
- Matraces aforados de 25, 50 y 100 mL.
- Cubetas de plástico de 10 mm de sección cuadrada.

##### MUESTRA

- Producto farmacéutico “Ferrosterol” concentración declarada: 125 mg/mL de FeSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O

#### 2. *Instrumentos*

- Espectrómetros UV/Vis de simple haz, con fuentes de radiación de deuterio y de tungsteno

#### 3. *Procedimiento*

##### DISOLUCIONES AUXILIARES REQUERIDAS:

-**Buffer acetato pH = 4, 1,2 M:** preparado a partir de ácido acético glacial (d=1,05 g/ml) y NaOH (40 g/mol) (V<sub>final</sub> = 1000 mL), ajustado a pH = 4,0 con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> conc. (ATENCIÓN: sustancias altamente corrosivas. Maximizar procedimientos de seguridad)

**-Disolución de hidroxilamina clorhidrato 100 g/L:** preparada a partir de 1 g de hidroxilamina clorhidrato en 10 mL de agua bidestilada.

**-Disolución de 1,10-fenantrolina 1 g/L:** preparada a partir de 0,100 g de 1,10-fenantrolina monohidrato en 100 mL de agua bidestilada.

## CURVA DE CALIBRACIÓN

La curva de calibración se diseñará teniendo en cuenta:

- La absorptividad teórica del complejo  $\text{Fe}(\text{fen})_3^{2+}$  ( $11.100 \text{ L}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$ )
- Se supondrá válido en el rango de concentraciones de trabajo el cumplimiento de la Ley de Beer.
- Se trabajará en el rango de absorbancias: 0,020 a 0,700.

En función de lo anterior, calcular la  $c(\text{Fe})$  máx y  $c(\text{Fe})$  mín de la curva (en mol Fe/L y ppm de Fe) y proponer un esquema adecuado de diluciones, a partir de una (o más de una) disolución stock de Fe(II) preparada a partir de una masa adecuada de sal de Mohr.

Se prepararán 5 soluciones de calibración más un blanco ( $c(\text{Fe}) = 0 \text{ ppm}$ ), en matraces de 50,00 mL. A cada matraz de 50,00 mL (incluido el del blanco) agregar, además de las alícuotas de solución stock, las siguientes disoluciones en el orden indicado:

- 0,5 mL de la solución de hidroxilamina clorhidrato
- 5 mL de la solución de 1,10-fenantrolina
- 15 mL de la solución de buffer acetato  $\text{pH} = 4$

Enrasar con agua destilada y homogeneizar. Dejar reposar por 10 minutos antes de realizar las medidas para completar el desarrollo de color. Homogeneizar nuevamente y medir la absorbancia de todas las soluciones por duplicado, a 510 nm. Calcular la absorbancia promedio y corregir según la absorbancia promedio del blanco. Hallar la curva de mejor ajuste y determinar la función de calibración  $A = f(c(\text{Fe}))$  expresando dicha concentración en ppm Fe y mol Fe/L. Hallar la absorptividad molar experimental y compararla con el valor teórico.

## MUESTRA

Preparar una dilución adecuada de la muestra, de tal forma de que la concentración final de la misma caiga lo más cercano a la mitad del rango de concentraciones de la curva de calibración. Tener en cuenta que la composición de la disolución de la muestra a medir debe tener la misma composición que las disoluciones de calibración, por lo que considerar el agregado de las disoluciones auxiliares tal como se indicó en la sección anterior. Realizar un triplicado.

A partir de las absorbancias medidas, calcular con la función de calibración las concentraciones de

las diluciones de la muestra, y aplicando el inverso de los factores de dilución empleados, calcular las concentraciones de Fe en muestra (en ppm y mol/L). Los valores se considerarán promediables si el CV (%) < 10. Calcular concentración promedio, desviación estándar e incertidumbre aleatoria.

Expresar el valor final de concentración de Fe en mg de FeSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O por mL y compararlo con el valor declarado por el fabricante.

#### IV. INFORME

---

El informe para la siguiente práctica deberá contener las siguientes secciones:

- i. Objetivo de la práctica
- ii. Información relevante sobre los materiales y reactivos utilizados
- iii. Diagramación (cálculos para preparar las disoluciones patrón y de la muestra)
- iv. Datos experimentales
- v. Cálculos y presentación del resultado de la concentración del analito en la muestra.
- vi. Discusión del resultado obtenido de acuerdo a las especificaciones del Organismo Regulador correspondiente.

#### V. PREGUNTAS DE AUTOCONTROL

---

- a) ¿En qué consiste un desarrollo de color y en qué casos lo aplica?
- b) ¿Qué tipo de compuesto forma el Fe<sup>2+</sup> con la 1,10-fenantrolina?
- c) Explique el rol de la hidroxilamina clorhidrato en esta práctica.
- d) ¿Cuál es el patrón primario con el cual construye la curva de calibración?

#### VI. MÉTODOS DE REFERENCIA

---

- 1) 3500-Fe (3-79) en "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater" 1999. APHA. AWWA. WEF ([https://beta-static.fishersci.com/content/dam/fishersci/en\\_US/documents/programs/scientific/technical-documents/white-papers/apha-water-testing-standard-methods-introduction-white-paper.pdf](https://beta-static.fishersci.com/content/dam/fishersci/en_US/documents/programs/scientific/technical-documents/white-papers/apha-water-testing-standard-methods-introduction-white-paper.pdf))
- 2) EXPERIMENT 5: Molecular Absorption Spectroscopy: Determination of Iron with 1,10-Phenanthroline. Department of Chemistry - University of Kentucky  
<https://www.tau.ac.il/~chemlaba/Files/Fe%20Phenanthroline1.pdf>



## **TABLAS DE DATOS**

## a. Tablas Estadísticas

### 1. Distribución t de Student

**Tabla A.2.** La distribución *t*.

<i>Valor de t para un intervalo de confianza de</i> <i>Valor crítico de  t  para valores de P de número</i> <i>de grados de libertad</i>	<i>90%</i>	<i>95%</i>	<i>98%</i>	<i>99%</i>
	<i>0.10</i>	<i>0.05</i>	<i>0.02</i>	<i>0.01</i>
1	6.31	12.71	31.82	63.66
2	2.92	4.30	6.96	9.92
3	2.35	3.18	4.54	5.84
4	2.13	2.78	3.75	4.60
5	2.02	2.57	3.36	4.03
6	1.94	2.45	3.14	3.71
7	1.89	2.36	3.00	3.50
8	1.86	2.31	2.90	3.36
9	1.83	2.26	2.82	3.25
10	1.81	2.23	2.76	3.17
12	1.78	2.18	2.68	3.05
14	1.76	2.14	2.62	2.98
16	1.75	2.12	2.58	2.92
18	1.73	2.10	2.55	2.88
20	1.72	2.09	2.53	2.85
30	1.70	2.04	2.46	2.75
50	1.68	2.01	2.40	2.68
∞	1.64	1.96	2.33	2.58

### 2. Valores críticos para el test de DIXON y GRUBBS

Valores críticos para el cociente de rechazo, $Q^*$			
Número de observaciones	$Q_{crit}$ (Rechazar si $Q > Q_{crit}$ )		
	90% de confianza	95% de confianza	99% de confianza
3	0.941	0.970	0.994
4	0.765	0.829	0.926
5	0.642	0.710	0.821
6	0.560	0.625	0.740
7	0.507	0.568	0.680
8	0.468	0.526	0.634
9	0.437	0.493	0.598
10	0.412	0.466	0.568

**Tabla A.6.** Valores críticos de  $G$  ( $P = 0.05$ ) para un contraste de dos colas.

Tamaño de muestra	Valor crítico
3	1.155
4	1.481
5	1.715
6	1.887
7	2.020
8	2.126
9	2.215
10	2.290

Tomados de *Outliers in Statistical data*, Vic Barnett and Toby Lewis, 2nd Edition, 1984, John Wiley & Sons Limited.

## b. Patrones Primarios

Nombre	Fórmula	Masa molar (g/mol)	Conservación
Carbonato de sodio	$\text{Na}_2\text{CO}_3$	105,99	105 °C, 2 hs
Acido oxálico dihidrato	$\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	126,08	T. amb.
Sulfato de magnesio heptahidrato	$\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	246,52	Higróstato
Yodato de potasio	$\text{KIO}_3$	214,00	105 °C, 2 hs
Dicromato de potasio	$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$	294,20	105 °C, 2 hs
Cloruro de sodio	$\text{NaCl}$	58,44	105 °C, 2 hs
Sal de Mohr	$\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	392,14	T.amb
Tetraborato de sodio decahidrato	$\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$	381,42	Higróstato
Hidrógenoftalato de potasio	$\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$	204,23	T.amb
Tris-(hidroximetil)aminometano	$(\text{HOCH}_2)_3\text{CNH}_2$	121,16	T.amb

Sustancias para la preparación de patrones secundarios:

Nombre	Fórmula	Masa molar (g/mol)	Conservación
Permanganato de potasio	$\text{KMnO}_4$	158,04	Frascos ambar
Tiosulfato de sodio pentahidrato	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	248,22	T. amb
EDTA disódico dihidrato	$\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	372,20	T. amb
Yodo	$\text{I}_2$	253,80	Frascos ambar
Peróxido de hidrógeno	$\text{H}_2\text{O}_2$	34,02	Heladera
Nitrato de Plata	$\text{AgNO}_3$	169,88	T.amb frasco oscuro

### c. Ácidos y Bases concentrados

Sustancia	M (g/mol)	d (g/mL)	%m-m	Concentración molar aproximada
Ácido acético, glacial CH <sub>3</sub> COOH	60,06	1,05	99,5%	17,4
Ácido clorhídrico HCl	36,46	1,18	35-37%	12
Ácido sulfúrico H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	98,09	1,84	96-98%	18
Ácido nítrico HNO <sub>3</sub>	63,02	1,42	65-71%	16
Ácido fosfórico H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	98,00	1,70	85%	14,7
Amoníaco, acuoso NH <sub>3</sub>	17,04	0,90	28%	14,8

Nota: todos los datos (con excepción de las masas molares) deberán cotejarse en la etiqueta o CoA del producto en el caso de llevar a cabo cálculos más veraces.

### d. Constantes de acidez y basicidad a 298 K

UTU – UdelaR - UTEC  
TECNOLOGO QUÍMICO – Año 2025  
QUÍMICA ANALÍTICA I

Acid	HA	A <sup>-</sup>	Ka	pKa	Acid Strength	Conjugate Base Strength
Hydroiodic	HI	I <sup>-</sup>	Strong acids completely dissociate in aq solution (Ka > 1, pKa < 1). Conjugate bases of strong acids are ineffective bases.			
Hydrobromic	HBr	Br <sup>-</sup>				
Perchloric	HClO <sub>4</sub>	ClO <sub>4</sub> <sup>-</sup>				
Hydrochloric	HCl	Cl <sup>-</sup>				
Chloric	HCLO <sub>3</sub>	ClO <sub>3</sub> <sup>-</sup>				
Sulfuric (1)	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	HSO <sub>4</sub> <sup>-</sup>				
Nitric	HNO <sub>3</sub>	NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>				
Hydronium ion	H <sub>3</sub> O <sup>+</sup>	H <sub>2</sub> O	1	0.0		
Iodic	HIO <sub>3</sub>	IO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	1.6 x 10 <sup>-1</sup>	0.80		
Oxalic (1)	H <sub>2</sub> C <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	HC <sub>2</sub> O <sub>4</sub> <sup>-</sup>	5.9 x 10 <sup>-2</sup>	1.23		
Sulfurous (1)	H <sub>2</sub> SO <sub>3</sub>	HSO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	1.54 x 10 <sup>-2</sup>	1.81		
Sulfuric (2)	HSO <sub>4</sub> <sup>-</sup>	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	1.2 x 10 <sup>-2</sup>	1.92		
Chlorous	HClO <sub>2</sub>	ClO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	1.1 x 10 <sup>-2</sup>	1.96		
Phosphoric (1)	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> <sup>-</sup>	7.52 x 10 <sup>-3</sup>	2.12		
Arsenic (1)	H <sub>3</sub> AsO <sub>4</sub>	H <sub>2</sub> AsO <sub>4</sub> <sup>-</sup>	5.0 x 10 <sup>-3</sup>	2.30		
Chloroacetic	CH <sub>2</sub> ClCOOH	CH <sub>2</sub> ClCOO <sup>-</sup>	1.4 x 10 <sup>-3</sup>	2.85		
Citric (1)	H <sub>3</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> O <sub>7</sub>	H <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> O <sub>7</sub> <sup>-</sup>	8.4 x 10 <sup>-4</sup>	3.08		
Hydrofluoric	HF	F <sup>-</sup>	7.2 x 10 <sup>-4</sup>	3.14		
Nitrous	HNO <sub>2</sub>	NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	4.0 x 10 <sup>-4</sup>	3.39		
Formic	HCOOH	HCOO <sup>-</sup>	1.77 x 10 <sup>-4</sup>	3.75		
Lactic	HCH <sub>3</sub> H <sub>5</sub> O <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub> H <sub>5</sub> O <sub>3</sub> <sup>-</sup>	1.38 x 10 <sup>-4</sup>	3.86		
Ascorbic (1)	H <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> O <sub>6</sub>	HC <sub>6</sub> H <sub>6</sub> O <sub>6</sub> <sup>-</sup>	7.9 x 10 <sup>-5</sup>	4.10		
Benzoic	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> COOH	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> COO <sup>-</sup>	6.46 x 10 <sup>-5</sup>	4.19		
Oxalic (2)	HC <sub>2</sub> O <sub>4</sub> <sup>-</sup>	C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	6.4 x 10 <sup>-5</sup>	4.19		
Hydrazoic	HN <sub>3</sub>	N <sub>3</sub> <sup>-</sup>	1.9 x 10 <sup>-5</sup>	4.72		
Citric (2)	H <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> O <sub>7</sub> <sup>-</sup>	HC <sub>6</sub> H <sub>5</sub> O <sub>7</sub> <sup>2-</sup>	1.8 x 10 <sup>-5</sup>	4.74		
Acetic	CH <sub>3</sub> COOH	CH <sub>3</sub> COO <sup>-</sup>	1.76 x 10 <sup>-5</sup>	4.75		
Propionic	CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> COOH	CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> COO <sup>-</sup>	1.34 x 10 <sup>-5</sup>	4.87		
Pyridinium ion	C <sub>5</sub> H <sub>4</sub> NH <sup>+</sup>	C <sub>5</sub> H <sub>4</sub> N	5.6 x 10 <sup>-6</sup>	5.25		
Citric (3)	HC <sub>6</sub> H <sub>5</sub> O <sub>7</sub> <sup>2-</sup>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> O <sub>7</sub> <sup>3-</sup>	4.0 x 10 <sup>-6</sup>	5.40		
Carbonic (1)	H <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	4.3 x 10 <sup>-7</sup>	6.37		
Sulfurous (2)	HSO <sub>4</sub> <sup>-</sup>	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	1.02 x 10 <sup>-7</sup>	6.91		
Arsenic (2)	H <sub>2</sub> AsO <sub>4</sub> <sup>-</sup>	HAsO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	8/9.3 x 10 <sup>-8</sup>	7.10/7.03		
Hydrosulfuric	H <sub>2</sub> S	HS <sup>-</sup>	1.0 x 10 <sup>-7</sup> /9.1 x 10 <sup>-8</sup>	7/7.04		
Phosphoric (2)	H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> <sup>-</sup>	HPO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	6.23 x 10 <sup>-8</sup>	7.21		
Hypochlorous	HClO	ClO <sup>-</sup>	3.5/3.0 x 10 <sup>-8</sup>	7.46/7.53		
Hypobromous	HBrO	BrO <sup>-</sup>	2 x 10 <sup>-9</sup>	8.70		
Cyanoic	HCN	CN <sup>-</sup>	6.17 x 10 <sup>-10</sup>	9.21		
Boric (1)	H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> BO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	5.8 x 10 <sup>-10</sup>	9.23		
Ammonium ion	NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	NH <sub>3</sub>	5.6 x 10 <sup>-10</sup>	9.25		
Phenol	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> OH	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> O <sup>-</sup>	1.6 x 10 <sup>-10</sup>	9.80		
Carbonic (2)	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	4.8 x 10 <sup>-11</sup>	10.32		
Hypoiodous	HIO	IO <sup>-</sup>	2 x 10 <sup>-11</sup>	10.70		
Arsenic (3)	HAsO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	AsO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	6.0 x 10 <sup>-10</sup> /3.0 x 10 <sup>-12</sup>	9.22/11.53		
Hydrogen peroxide	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	HO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	2.4 x 10 <sup>-12</sup>	11.62		
Ascorbic (2)	HC <sub>6</sub> H <sub>6</sub> O <sub>6</sub> <sup>-</sup>	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> O <sub>6</sub> <sup>2-</sup>	1.6 x 10 <sup>-12</sup>	11.80		
Phosphoric (3)	HPO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	4.8/2.2 x 10 <sup>-13</sup>	12.32/12.66		
Water	H <sub>2</sub> O	OH <sup>-</sup>	1.0 x 10 <sup>-14</sup>	14.0		
Group I metal hydroxides (LiOH, NaOH, etc.)			Strong bases completely dissociate in aq solution (Kb > 1, pKb < 1).			
Group II metal hydroxides (Mg(OH) <sub>2</sub> , Ba(OH) <sub>2</sub> , etc.)			Conjugate acids (cations) of strong bases are ineffective bases.			

\* Compiled from Appendix 5 Chem 1A, B, C Lab Manual and Zumdahl 6<sup>th</sup> Ed. The pKa values for organic acids can be found in Appendix II of Bruice 5<sup>th</sup> Ed.

## e. Indicadores ácido base

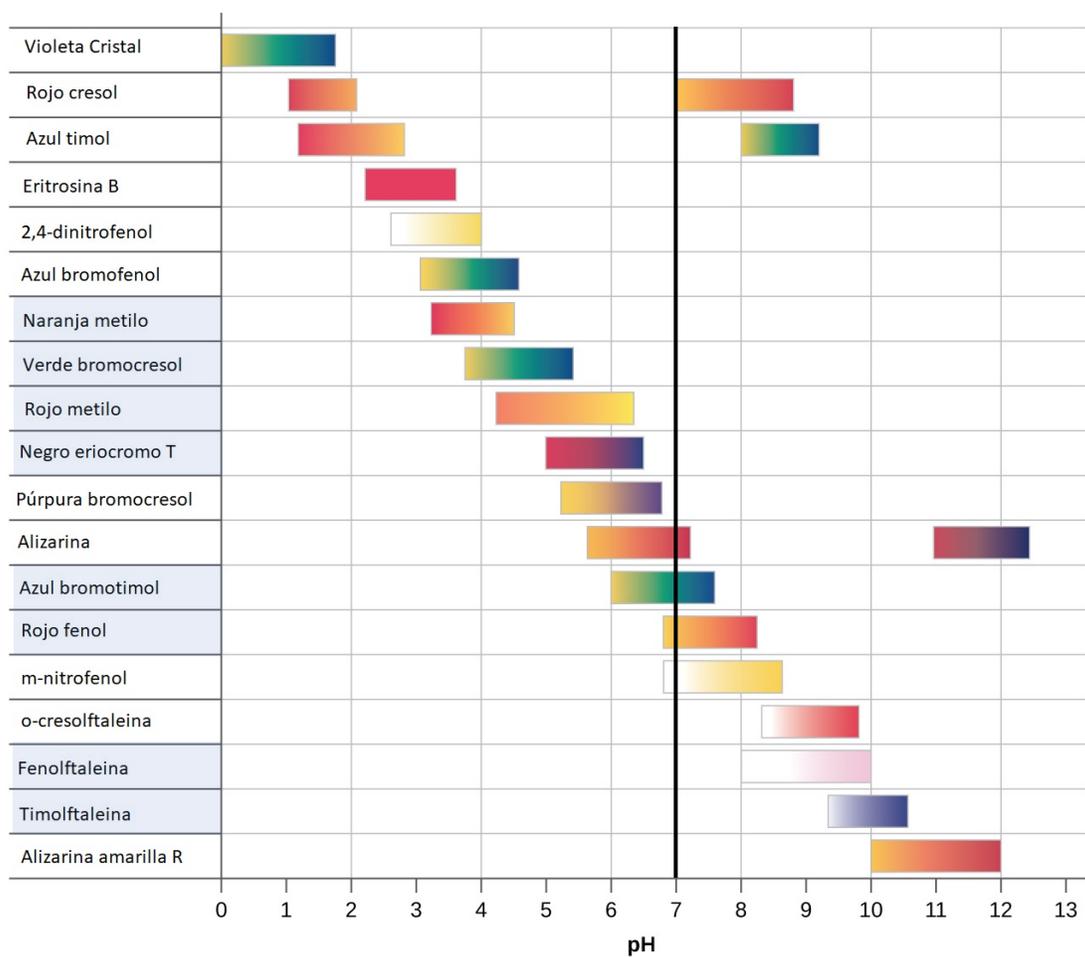
Algunos indicadores ácido/base importantes				
Nombre común	Intervalo de transición, pH	$pK_a^*$	Cambio de color <sup>†</sup>	Tipo de indicador <sup>‡</sup>
Azul de timol	1.2–2.8	1.65§	R – Y	1
	8.0–9.6	8.96§	Y – B	
Amarillo de metilo	2.9–4.0		R – Y	2
Naranja de metilo	3.1–4.4	3.46§	R – O	2
Verde de bromocresol	3.8–5.4	4.66§	Y – B	1
Rojo de metilo	4.2–6.3	5.00§	R – Y	2
Violeta de bromotimol	5.2–6.8	6.12§	Y – P	1
Azul de bromotimol	6.2–7.6	7.10§	Y – B	1
Rojo fenol	6.8–8.4	7.81§	Y – R	1
Violeta de cresol	7.6–9.2		Y – P	1
Fenolftaleína	8.3–10.0		C – R	1
Timolftaleína	9.3–10.5		C – B	1
Amarillo de alizarina GG	10–12		C – Y	2

\*A una fuerza iónica de 0.1.

†B = azul; C = incoloro; O = naranja; P = morado; R = rojo; Y = amarillo.

‡1) Tipo ácido:  $\text{HIn} + \text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{H}_3\text{O}^+ + \text{In}^-$ ; 2) Tipo básico:  $\text{In} + \text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{InH}^+ + \text{OH}^-$

§Para la reacción  $\text{InH}^+ + \text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{H}_3\text{O}^+ + \text{In}$



## f. Potenciales estándar de reducción a 298 K

Par redox	$E^\circ$	Par redox	$E^\circ$
$F_2 + 2H^+ + 2e \rightleftharpoons 2HF(aq)$	3.06	$2H_2SO_3 + 2H^+ + 4e \rightleftharpoons S_2O_3^{2-} + 3H_2O$	0.40
$F_2 + 2e \rightleftharpoons 2F^-$	2.87	$Fe(CN)_6^{3-} + e \rightleftharpoons Fe(CN)_6^{4-}$	0.36
$O_3 + 2H^+ + 2e \rightleftharpoons O_2 + H_2O$	2.07	$VO^{2+} + 2H^+ + e \rightleftharpoons V^{3+} + H_2O$	0.36
$S_2O_8^{2-} + 2e \rightleftharpoons 2SO_4^{2-}$	2.01	$Cu^{2+} + 2e \rightleftharpoons Cu$	0.34
$Co^{3+} + e \rightleftharpoons Co^{2+}$	1.82	$Hg_2Cl_2 + 2e \rightleftharpoons 2Hg + 2Cl^-$	0.28
$H_2O_2 + 2H^+ + 2e \rightleftharpoons 2H_2O$	1.77	$IO_3^- + 3H_2O + 6e \rightleftharpoons I^- + 6OH^-$	0.26
$MnO_4^- + 4H^+ + 3e \rightleftharpoons MnO_2 + 2H_2O$	1.70	$AgCl + e \rightleftharpoons Ag + Cl^-$	0.22
$PbO_2 + SO_4^{2-} + 4H^+ + 2e \rightleftharpoons PbSO_4 + 2H_2O$	1.69	$HgBr_4^{2-} + 2e \rightleftharpoons Hg + 4Br^-$	0.21
$Au^+ + e \rightleftharpoons Au$	1.68	$Cu^{2+} + e \rightleftharpoons Cu^+$	0.15
$HClO_2 + 2H^+ + 2e \rightleftharpoons HClO + H_2O$	1.64	$Sn^{4+} + 2e \rightleftharpoons Sn^{2+}$	0.15
$HClO + H^+ + e \rightleftharpoons \frac{1}{2}Cl_2 + H_2O$	1.63	$S + 2H^+ + 2e \rightleftharpoons H_2S$	0.14
$Ce^{4+} + e \rightleftharpoons Ce^{3+}$	1.61	$CuCl + e \rightleftharpoons Cu + Cl^-$	0.14
$Bi_2O_3 + 4H^+ + 2e \rightleftharpoons 2BiO^+ + 2H_2O$	1.59	$AgBr + e \rightleftharpoons Ag + Br^-$	0.10
$BrO_3^- + 6H^+ + 5e \rightleftharpoons \frac{1}{2}Br_2 + 3H_2O$	1.52	$S_4O_6^{2-} + 2e \rightleftharpoons 2S_2O_3^{2-}$	0.08
$MnO_4^- + 8H^+ + 5e \rightleftharpoons Mn^{2+} + 4H_2O$	1.51	$CuBr + e \rightleftharpoons Cu + Br^-$	0.03
$PbO_2 + 4H^+ + 2e \rightleftharpoons Pb^{2+} + 2H_2O$	1.46	$2H^+ + 2e \rightleftharpoons H_2$	0.00
$Cl_2 + 2e \rightleftharpoons 2Cl^-$	1.36	$HgI_4^{2-} + 2e \rightleftharpoons Hg + 4I^-$	-0.04
$Cr_2O_7^{2-} + 14H^+ + 6e \rightleftharpoons 2Cr^{3+} + 7H_2O$	1.33	$Pb^{2+} + 2e \rightleftharpoons Pb$	-0.13
$MnO_2 + 4H^+ + 2e \rightleftharpoons Mn^{2+} + 2H_2O$	1.23	$CrO_4^{2-} + 4H_2O + 3e \rightleftharpoons Cr(OH)_3 + 5OH^-$	-0.13
$O_2 + 4H^+ + 4e \rightleftharpoons 2H_2O$	1.23	$Sn^{2+} + 2e \rightleftharpoons Sn$	-0.14
$IO_3^- + 6H^+ + 5e \rightleftharpoons \frac{1}{2}I_2 + 3H_2O$	1.20	$AgI + e \rightleftharpoons Ag + I^-$	-0.15
$ClO_4^- + 2H^+ + 2e \rightleftharpoons ClO_3^- + H_2O$	1.19	$CuI + e \rightleftharpoons Cu + I^-$	-0.19
$Br_2(aq) + 2e \rightleftharpoons 2Br^-$	1.09	$Ni^{2+} + 2e \rightleftharpoons Ni$	-0.25
$Br_2(liq) + 2e \rightleftharpoons 2Br^-$	1.07	$V^{3+} + e \rightleftharpoons V^{2+}$	-0.26
$Br_3^- + 2e \rightleftharpoons 3Br^-$	1.05	$PbCl_2 + 2e \rightleftharpoons Pb + 2Cl^-$	-0.27
$VO_2^+ + 2H^+ + e \rightleftharpoons VO^{2+} + H_2O$	1.00	$Co^{2+} + 2e \rightleftharpoons Co$	-0.28
$AuCl_4^- + 3e \rightleftharpoons Au + 4Cl^-$	1.00	$PbBr_2 + 2e \rightleftharpoons Pb + 2Br^-$	-0.28
$NO_3^- + 4H^+ + 3e \rightleftharpoons NO + 2H_2O$	0.96	$PbSO_4 + 2e \rightleftharpoons Pb + SO_4^{2-}$	-0.36
$NO_3^- + 3H^+ + 2e \rightleftharpoons HNO_2 + H_2O$	0.94	$PbI_2 + 2e \rightleftharpoons Pb + 2I^-$	-0.37
$2Hg^{2+} + 2e \rightleftharpoons Hg_2^{2+}$	0.92	$Cd^{2+} + 2e \rightleftharpoons Cd$	-0.40
$AuBr_4^- + 3e \rightleftharpoons Au + 4Br^-$	0.87	$Cr^{3+} + e \rightleftharpoons Cr^{2+}$	-0.41
$Cu^{2+} + I^- + e \rightleftharpoons CuI$	0.86	$Fe^{2+} + 2e \rightleftharpoons Fe$	-0.44
$Hg^{2+} + 2e \rightleftharpoons Hg$	0.85	$2CO_2(g) + 2H^+ + 2e \rightleftharpoons H_2C_2O_4(aq)$	-0.49
$Ag^+ + e \rightleftharpoons Ag$	0.80	$Cr^{3+} + 3e \rightleftharpoons Cr$	-0.74
$Hg_2^{2+} + 2e \rightleftharpoons 2Hg$	0.79	$Zn^{2+} + 2e \rightleftharpoons Zn$	-0.76
$Fe^{3+} + e \rightleftharpoons Fe^{2+}$	0.77	$H_2O + e \rightleftharpoons \frac{1}{2}H_2 + OH^-$	-0.83
$PtCl_4^{2-} + 2e \rightleftharpoons Pt + 4Cl^-$	0.73	$Cr^{2+} + 2e \rightleftharpoons Cr$	-0.91
$Q + 2H^+ + 2e \rightleftharpoons H_2Q$	0.70	$Mn^{2+} + 2e \rightleftharpoons Mn$	-1.18
$O_2 + 2H^+ + 2e \rightleftharpoons H_2O_2$	0.68	$Al^{3+} + 3e \rightleftharpoons Al$	-1.66
$PtBr_4^{2-} + 2e \rightleftharpoons Pt + 4Br^-$	0.58	$Mg^{2+} + 2e \rightleftharpoons Mg$	-2.37
$MnO_4^- + e \rightleftharpoons MnO_4^{2-}$	0.56	$Na^+ + e \rightleftharpoons Na$	-2.71
$H_3AsO_4 + 2H^+ + 2e \rightleftharpoons HAsO_2 + 2H_2O$	0.56	$Ca^{2+} + 2e \rightleftharpoons Ca$	-2.87
$I_3^- + 2e \rightleftharpoons 3I^-$	0.54	$Sr^{2+} + 2e \rightleftharpoons Sr$	-2.89
$I_2(s) + 2e \rightleftharpoons 2I^-$	0.54	$Ba^{2+} + 2e \rightleftharpoons Ba$	-2.90
$Cu^+ + e \rightleftharpoons Cu$	0.52	$K^+ + e \rightleftharpoons K$	-2.93
$4H_2SO_3 + 4H^+ + 6e \rightleftharpoons S_4O_6^{2-} + 6H_2O$	0.51	$Li^+ + e \rightleftharpoons Li$	-3.05

El  $F_2$  es el OXIDANTE MÁS FUERTE, el HF es el REDUCTOR MÁS DÉBIL

El Li es el REDUCTOR MÁS FUERTE, el  $Li^+$  es el OXIDANTE MÁS DÉBIL

## g. Constantes de Producto de Solubilidad a 298 K

Compuesto	Fórmula	$K_{ps}$	Notas
Hidróxido de aluminio	$Al(OH)_3$	$3 \times 10^{-34}$	
Carbonato de bario	$BaCO_3$	$5.0 \times 10^{-9}$	
Cromato de bario	$BaCrO_4$	$2.1 \times 10^{-10}$	
Hidróxido de bario	$Ba(OH)_2 \cdot 8H_2O$	$3 \times 10^{-4}$	
Yodato de bario	$Ba(IO_3)_2$	$1.57 \times 10^{-9}$	
Oxalato de bario	$BaC_2O_4$	$1 \times 10^{-6}$	
Sulfato de bario	$BaSO_4$	$1.1 \times 10^{-10}$	
Carbonato de cadmio	$CdCO_3$	$1.8 \times 10^{-14}$	
Hidróxido de cadmio	$Cd(OH)_2$	$4.5 \times 10^{-15}$	
Oxalato de cadmio	$CdC_2O_4$	$9 \times 10^{-8}$	
Sulfuro de cadmio	$CdS$	$1 \times 10^{-27}$	
Carbonato de calcio	$CaCO_3$	$4.5 \times 10^{-9}$	Calcita
	$CaCO_3$	$6.0 \times 10^{-9}$	Aragonita
Fluoruro de calcio	$CaF_2$	$3.9 \times 10^{-11}$	
Hidróxido de calcio	$Ca(OH)_2$	$6.5 \times 10^{-6}$	
Oxalato de calcio	$CaC_2O_4 \cdot H_2O$	$1.7 \times 10^{-9}$	
Sulfato de calcio	$CaSO_4$	$2.4 \times 10^{-5}$	
Carbonato de cobalto(II)	$CoCO_3$	$1.0 \times 10^{-10}$	
Hidróxido de cobalto(II)	$Co(OH)_2$	$1.3 \times 10^{-15}$	
Sulfuro de cobalto (II)	$CoS$	$5 \times 10^{-22}$	$\alpha$
	$CoS$	$3 \times 10^{-26}$	$\beta$
Bromuro de cobre(I)	$CuBr$	$5 \times 10^{-9}$	
Cloruro de cobre(I)	$CuCl$	$1.9 \times 10^{-7}$	
Hidróxido de cobre (I)*	$Cu_2O^*$	$2 \times 10^{-15}$	
Yoduro de cobre(I)	$CuI$	$1 \times 10^{-12}$	
Tiocianato de cobre(I)	$CuSCN$	$4.0 \times 10^{-14}$	
Hidróxido de cobre(II)	$Cu(OH)_2$	$4.8 \times 10^{-20}$	
Sulfuro de cobre(II)	$CuS$	$8 \times 10^{-37}$	
Carbonato de fierro(II)	$FeCO_3$	$2.1 \times 10^{-11}$	
Hidróxido de fierro(II)	$Fe(OH)_2$	$4.1 \times 10^{-15}$	
Sulfuro de fierro(II)	$FeS$	$8 \times 10^{-19}$	
Hidróxido de fierro(III)	$Fe(OH)_3$	$2 \times 10^{-39}$	
Yodato de lantano	$La(IO_3)_3$	$1.0 \times 10^{-11}$	
Carbonato de plomo	$PbCO_3$	$7.4 \times 10^{-14}$	
Cloruro de plomo	$PbCl_2$	$1.7 \times 10^{-5}$	
Cromato de plomo	$PbCrO_4$	$3 \times 10^{-13}$	
Hidróxido de plomo	$PbO^\dagger$	$8 \times 10^{-16}$	Amarillo
	$PbO^\ddagger$	$5 \times 10^{-16}$	Rojo
Yoduro de plomo	$PbI_2$	$7.9 \times 10^{-9}$	
Oxalato de plomo	$PbC_2O_4$	$8.5 \times 10^{-9}$	$\mu = 0.05$
Sulfato de plomo	$PbSO_4$	$1.6 \times 10^{-8}$	
Sulfuro de plomo	$PbS$	$3 \times 10^{-28}$	
Fosfato de amonio y magnesio	$MgNH_4PO_4$	$3 \times 10^{-13}$	
Carbonato de magnesio	$MgCO_3$	$3.5 \times 10^{-8}$	

Compuesto	Fórmula	$K_{ps}$	Notas
Hidróxido de magnesio	Mg(OH) <sub>2</sub>	$7.1 \times 10^{-12}$	
Carbonato de manganeso	MnCO <sub>3</sub>	$5.0 \times 10^{-10}$	
Hidróxido de manganeso	Mn(OH) <sub>2</sub>	$2 \times 10^{-13}$	
Sulfuro de manganeso	MnS	$3 \times 10^{-11}$	Rosa
	MnS	$3 \times 10^{-14}$	Verde
Bromuro de mercurio(I)	Hg <sub>2</sub> Br <sub>2</sub>	$5.6 \times 10^{-23}$	
Carbonato de mercurio(I)	Hg <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	$8.9 \times 10^{-17}$	
Cloruro de mercurio(I)	Hg <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>	$1.2 \times 10^{-18}$	
Yoduro de mercurio(I)	Hg <sub>2</sub> I <sub>2</sub>	$4.7 \times 10^{-29}$	
Tiocianato de mercurio(I)	Hg <sub>2</sub> (SCN) <sub>2</sub>	$3.0 \times 10^{-20}$	
Hidróxido de mercurio(II)	HgO <sup>†</sup>	$3.6 \times 10^{-26}$	
Sulfuro de mercurio(II)	HgS	$2 \times 10^{-53}$	Negro
	HgS	$5 \times 10^{-54}$	Rojo
Carbonato de níquel	NiCO <sub>3</sub>	$1.3 \times 10^{-7}$	
Hidróxido de níquel	Ni(OH) <sub>2</sub>	$6 \times 10^{-16}$	
Sulfuro de níquel	NiS	$4 \times 10^{-20}$	$\alpha$
	NiS	$1.3 \times 10^{-25}$	$\beta$
Arsenato de plata	Ag <sub>3</sub> AsO <sub>4</sub>	$6 \times 10^{-23}$	
Bromuro de plata	AgBr	$5.0 \times 10^{-13}$	
Carbonato de plata	Ag <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	$8.1 \times 10^{-12}$	
Cloruro de plata	AgCl	$1.82 \times 10^{-10}$	
Cromato de plata	Ag <sub>2</sub> CrO <sub>4</sub>	$1.2 \times 10^{-12}$	
Cianuro de plata	AgCN	$2.2 \times 10^{-16}$	
Yodato de plata	AgIO <sub>3</sub>	$3.1 \times 10^{-8}$	
Yoduro de plata	AgI	$8.3 \times 10^{-17}$	
Oxalato de plata	Ag <sub>2</sub> C <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	$3.5 \times 10^{-11}$	
Sulfuro de plata	Ag <sub>2</sub> S	$8 \times 10^{-51}$	
Tiocianato de plata	AgSCN	$1.1 \times 10^{-12}$	
Carbonato de estroncio	SrCO <sub>3</sub>	$9.3 \times 10^{-10}$	
Oxalato de estroncio	SrC <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	$5 \times 10^{-8}$	
Sulfato de estroncio	SrSO <sub>4</sub>	$3.2 \times 10^{-7}$	
Cloruro de talio(I)	TlCl	$1.8 \times 10^{-4}$	
Sulfuro de talio(I)	Tl <sub>2</sub> S	$6 \times 10^{-22}$	
Carbonato de zinc	ZnCO <sub>3</sub>	$1.0 \times 10^{-10}$	
Hidróxido de zinc	Zn(OH) <sub>2</sub>	$3.0 \times 10^{-16}$	Amorfo
Oxalato de zinc	ZnC <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	$8 \times 10^{-9}$	
Sulfuro de zinc	ZnS	$2 \times 10^{-25}$	$\alpha$
	ZnS	$3 \times 10^{-23}$	$\beta$

La mayor parte de estos datos fueron tomados de A. E. Martell y R.M Smith, *Critical Stability Constants*, vols. 3-6, Nueva York: Plenum, 1976-1989. En la mayoría de los casos, los valores son para diluciones infinitas (fuerza iónica  $m = 0.0$ ) y la temperatura es de 25 °C.



