

**GUIONES DE  
PRÁCTICAS DE LA ASIGNATURA  
BASES QUÍMICAS EL MEDIO AMBIENTE**



# PRÁCTICAS DE LA ASIGNATURA BASES QUÍMICAS EL MEDIO AMBIENTE

- 1.- La asignatura Bases Químicas del Medio Ambiente es una asignatura semestral que se imparte en el segundo semestre, con Prácticas obligatorias.
- 2.- Se estima un tiempo aproximado de experimentalidad de unas **10 horas**, es decir, las Prácticas se llevarán a cabo de forma presencial en un laboratorio de química.
- 3.- El programa consta de una serie de experimentos cuyos guiones están a disposición de estudiantes y tutores en el curso virtual.

## **EXPERIMENTO Nº 1. CRISTALIZACIÓN**

Purificación de un compuesto químico, determinación del punto de fusión, filtración y determinación del producto de solubilidad.

Tiempo estimado: 2-3 horas

## **EXPERIMENTO Nº 2. DESTILACIÓN**

Purificación de un líquido, determinación del punto de ebullición y desalinización del agua.

Tiempo estimado: 2-3 horas

## **EXPERIMENTO Nº 3. VOLUMETRÍA DE NEUTRALIZACIÓN**

Preparación de disoluciones y determinación de la acidez o alcalinidad de una muestra.

Tiempo estimado: 2-3 horas

## **EXPERIMENTO Nº 4. VOLUMETRÍA DE OXIDACIÓN-REDUCCIÓN**

Determinación de la DQO total de un agua residual doméstica.

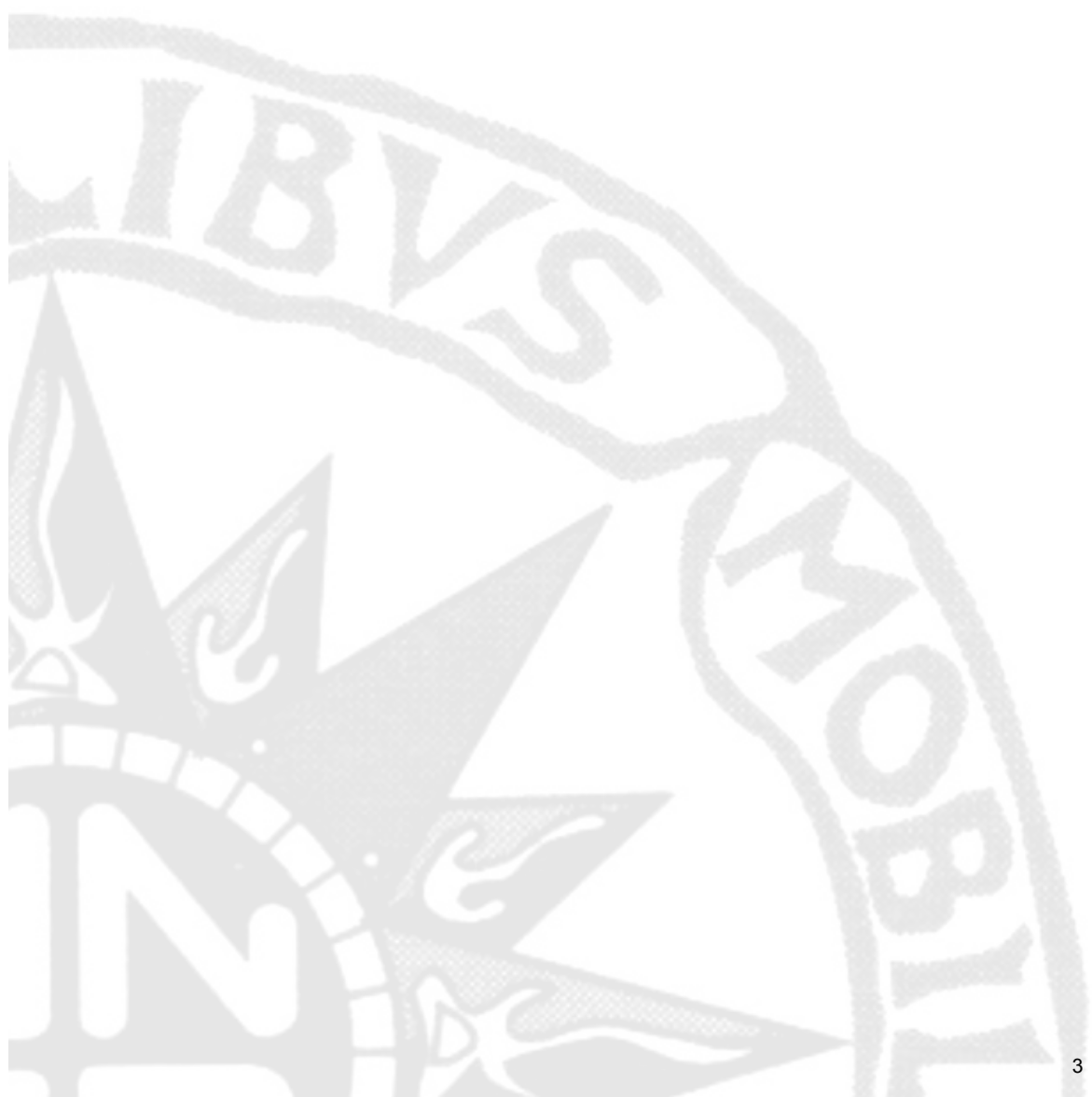
Tiempo estimado: 3-4 horas

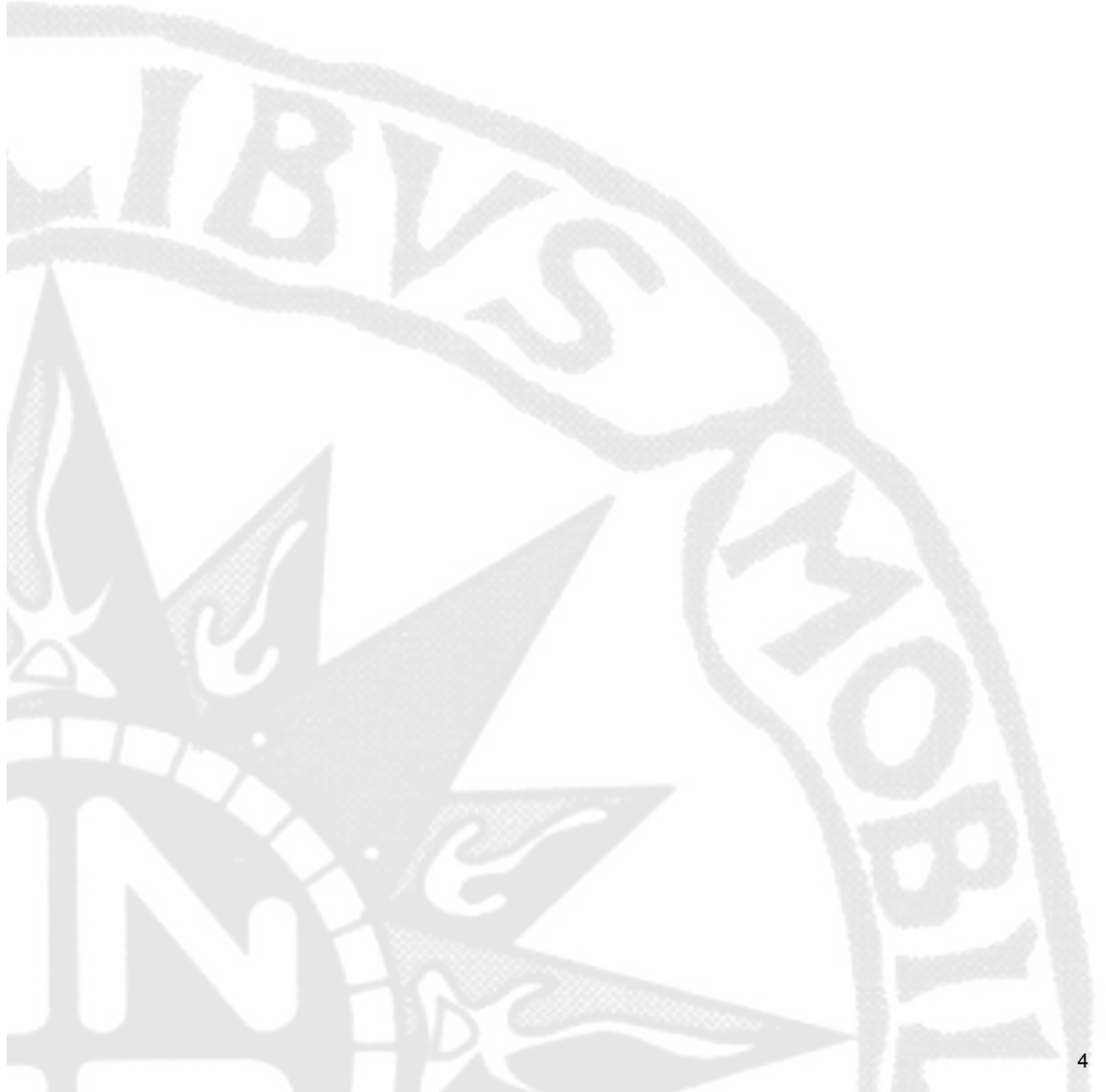
## **EXPERIMENTO Nº 5. VOLUMETRÍA DE COMPLEJACIÓN**

Determinación de la dureza del agua.

Tiempo estimado: 2-3 horas

(De las tres últimas prácticas se elegirán dos de ellas)





## CRISTALIZACIÓN: PURIFICACIÓN DEL ÁCIDO BENZOICO

### Objetivo general

Purificar un compuesto orgánico mediante cristalización y determinar su punto de fusión

### Objetivos específicos

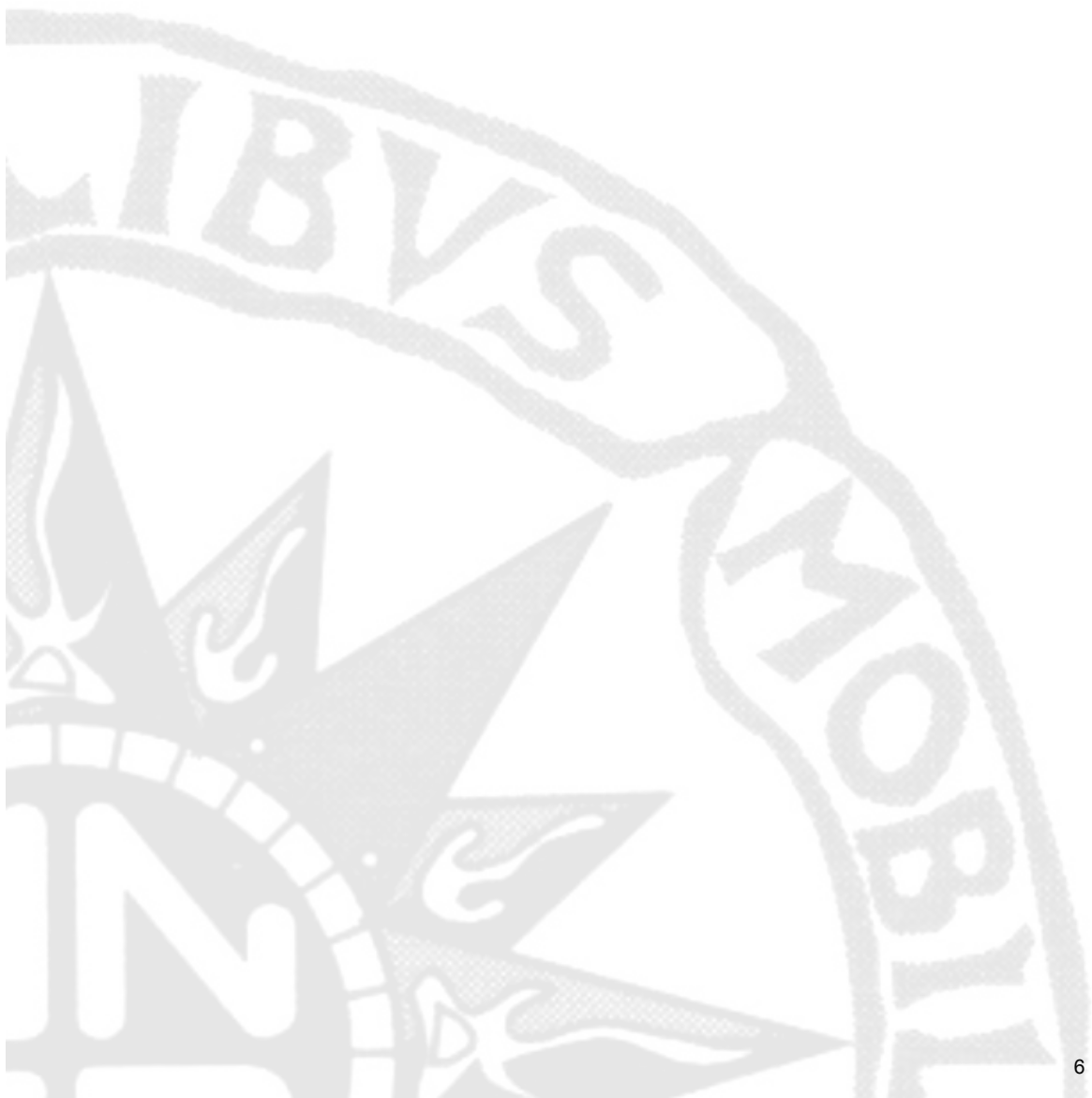
- 1.- Determinar la solubilidad de un compuesto en diferentes disolventes
- 2.- Aplicar la técnica de cristalización
- 3.- Validar el grado de pureza de un compuesto mediante su punto de fusión

### Duración del experimento

2 horas.

## ESQUEMA

1. INTRODUCCIÓN TEÓRICA
2. MATERIAL Y PRODUCTOS
3. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS
4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL
5. CÁLCULOS Y RESULTADOS
6. EJERCICIOS



## 1. INTRODUCCIÓN TEÓRICA

La purificación de sólidos por cristalización está basada en la diferencia de solubilidad que presenta en distintos disolventes o en una mezcla de ellos.

El proceso de cristalización conlleva las siguientes etapas:

- Disolución de la sustancia impura en un disolvente a la temperatura de su punto de ebullición o próxima a ella.
- Filtración de la solución en caliente para eliminar las partículas insolubles o impurezas
- Enfriamiento de la solución para permitir que cristalice el compuesto
- Separación de los cristales de las aguas madres por filtración
- Determinación del punto de fusión del compuesto para comprobar su pureza
- Repetición del proceso en caso de no haber conseguido la pureza deseada

Las características que debe presentar el disolvente para la cristalización son las siguientes:

- Gran poder de disolución de la sustancia a su temperatura de ebullición pero bajo a temperatura ambiente
- Bajo poder de disolución de las impurezas
- Permitir la formación de buenos cristales de la sustancia
- Facilitar una buena separación de los cristales

Los disolventes más comunes utilizados en la cristalización son los que se muestran en la tabla.

Disolvente	Punto de ebullición(°C)	Características de uso
Agua	100	Siempre que sea posible
Metanol*	64.5	Inflamable, tóxico
Etanol	78	Inflamable
Acetona	56	Inflamable
Acetato de etilo	78	Inflamable
Ácido acético glacial	118	No muy inflamable, vapores desagradables
Diclorometano o Cloruro de metileno*	41	No inflamable, tóxico
Cloroformo*	61	No inflamable, vapor tóxico
Dietil eter	35	Inflamable, evitar siempre que sea posible
Benceno*	80	No inflamable, vapor altamente tóxico
Tetracloruro de carbono	77	No inflamable, vapor tóxico
Ciclohexano	81	Inflamable

\*Los vapores de estos disolventes son tóxicos

## 2. MATERIAL Y PRODUCTOS

### Material

- Una gradilla con tubos de ensayo
- Un vaso de precipitado de 250 mL
- Un embudo de vidrio de 5 cm de diámetro
- Una probeta de 25 mL
- Una pipeta de 5 mL
- Un pesasustancias
- Dos erlenmeyer de 250 mL
- Un kitasato de 250 mL
- Un Büchner de 5 cm de diámetro con adaptador de goma
- Un frasco de seguridad
- Un vidrio de reloj de 10 cm de diámetro
- Una espátula
- Un agitador de vidrio.
- Placa calefactora con agitación magnética
- Un agitador magnético



- Papel de filtro
- Unas tijeras
- Trompa de agua
- Goma de vacío
- Una balanza
- Aparato de determinación de puntos de fusión
- Un desecador
- Soporte metálico
- Pinzas para matraces

## Productos

- Acido benzoico
- Carbón activo
- Disolventes
- Agua destilada

## 3. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1.- Vogel's. *Practical Organic Chemistry*. 5ª ed. Ed. Longman Scientific & Technical. 1989.
- 2.- Horta , A. y col. *Técnicas Experimentales de Química*. Ed. UNED. 1986.

## 4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

### PARTE A

#### *Elección del disolvente*

En la práctica la elección del disolvente de cristalización debe ser realizada experimentalmente. Se pone alrededor de 0.1 g de muestra en un tubo de ensayo. A continuación se va añadiendo el disolvente gota a gota y agitando a la vez hasta alcanzar un volumen de 1 ml aproximadamente. La mezcla se calienta a ebullición.

- Si la muestra se disuelve en frío solamente con la agitación o incluso calentando sin llegar a ebullición el disolvente no es válido.
- Si el sólido después de calentar a ebullición no se disuelve se añaden porciones de 0.5 mL, llevando a ebullición la mezcla cada vez, hasta alcanzar un volumen de 3 mL aproximadamente. Si aun no se disolviera se desecha el disolvente y se pasa a hacer las pruebas con otro.

### ***Preparación de la solución***

Una vez elegido el disolvente, y como regla general, el objetivo es disolver el soluto en la mínima cantidad de disolvente a su temperatura de ebullición. Para ello se coloca el compuesto a cristalizar (unos 1 ó 2 g) finamente pulverizado en un erhlenmeyer con un agitador magnético y se cubre con un volumen del disolvente elegido que se juzgue para disolverlo totalmente.

Sobre un baño de vapor (o si el disolvente tiene un punto de ebullición elevado sobre una placa calefactora) se calienta la mezcla a ebullición (tener la precaución necesaria según el disolvente elegido y seguir las instrucciones del Profesor Tutor). Se sigue añadiendo más disolvente en pequeñas porciones hasta que todo el soluto se haya disuelto.

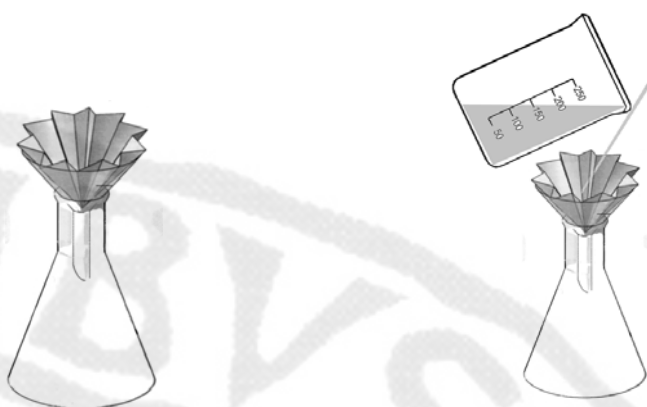
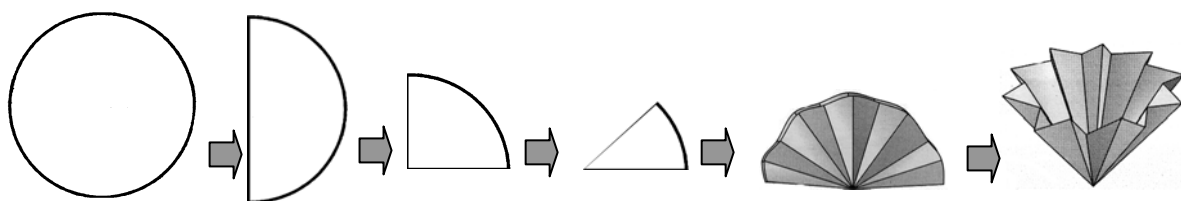
### ***Decoloración***

Con frecuencia la solución se colorea con impurezas orgánicas de peso molecular elevado que acompañan al producto. En estos casos el color se puede eliminar hirviendo la solución con una pequeña cantidad de carbón activo, el cual adsorbe dichos compuestos. La cantidad debe ser mínima puesto que también se adsorbe parte del compuesto que se desea purificar.

Por ello cuando se ha terminado el proceso anterior se agrega una pequeña cantidad de carbón activo a la disolución y se mantiene en ebullición cinco minutos.

### ***Filtración por gravedad***

Una vez finalizado el proceso se procede a la filtración del carbón activo y las impurezas que hayan quedado sin disolver. Para ello se procede a filtrar la solución en caliente a través de un embudo con un filtro de pliegues.



Por último se deja enfriar para que el compuesto cristalice y el enfriamiento debe de ser lento.

Todos los pasos anteriores se pueden consultar en la siguiente dirección:

[http://www.ugr.es/~quiorred/lab/oper\\_bas/recrist.htm](http://www.ugr.es/~quiorred/lab/oper_bas/recrist.htm)

### ***Filtración a presión reducida***

Una vez que ha cristalizado el producto, para separar los cristales del disolvente, se procede a una filtración a vacío. Esta filtración consiste en la utilización de un embudo Büchner unido a un kitasato que a su vez se conecta a un frasco de seguridad (o trap) en comunicación con una trompa de vacío.

El procedimiento puede verse en la siguiente dirección:

Una vez aislados los cristales se pasan a un vidrio de reloj y se introducen en un desecador de vacío, con un desecante que sea eficaz para eliminar el disolvente utilizado.

### ***Determinación del punto de fusión***

Cuando el producto esté bien seco se procederá a la obtención del punto de fusión con un aparato de determinación de puntos de fusión.

## **PARTE B**

### ***Cristalización del ácido benzoico***

El agua es un buen disolvente para cristalizar el ácido benzoico según las consideraciones anteriores y como se refleja en la siguiente tabla de solubilidad.

Solubilidad del ácido benzoico en agua

Temperatura <sup>0</sup> C	g de ácido benzoico por 100 g de agua
0	0,170
10	0,210
25	0,345
60	1,155
100	5,875

### ***Modo operatorio:***

- 1.- En un erlenmeyer de 100 mL se pesa 1 g de ácido benzoico
- 2.- Añadir 10 mg de carbón activo (pesado en un pesasustancias)(insoluble en agua)
- 3.- Llenar una probeta de 25 mL con agua destilada y verter unos 10 mL en el erlenmeyer
- 4.- Calentar la mezcla a ebullición, con agitación, e ir agregando poco a poco porciones de agua para que el ácido se disuelva por completo. (Tiempo estimado de la operación 10 minutos)

- 5.- Filtrar la mezcla a través de un embudo con filtro de pliegues, humedecido previamente con agua, y hacerlo en pequeñas porciones de forma que la mezcla permanezca siempre caliente
- 6.- El erhlenmeyer colector se deja enfriar a temperatura ambiente hasta la aparición de cristales. (Si en un periodo de tiempo razonable no cristaliza se introduce en baño de hielo)
- 7.- Se filtran los cristales con el montaje de filtración a presión reducida
- 8.- Se secan los cristales en un desecador
- 9.- Se determina el punto de fusión

## 5. CÁLCULOS Y RESULTADOS

### Toma de datos:

Disolvente	Solubilidad en frío	Solubilidad en caliente

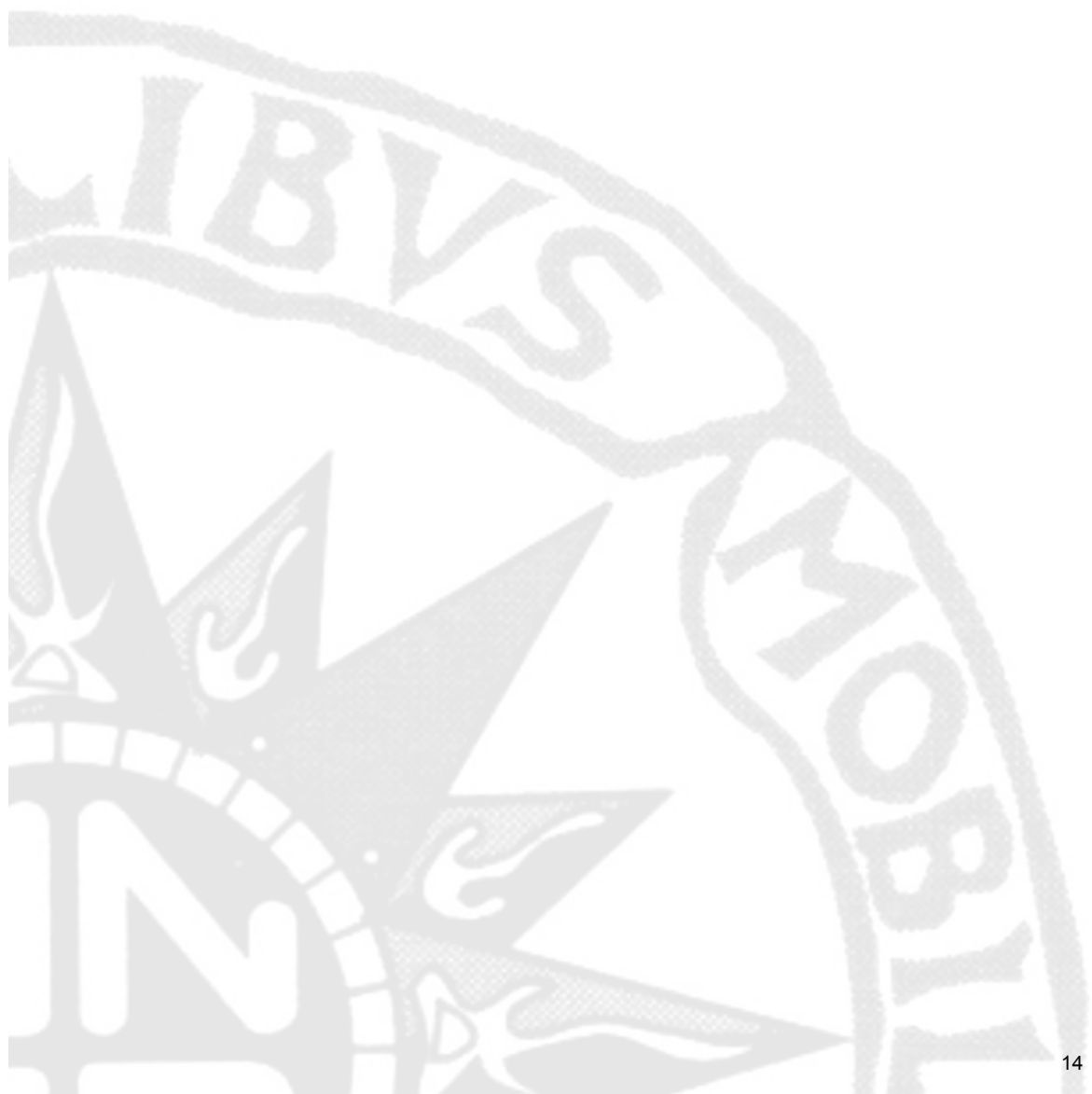
Disolvente elegido:.....

Punto de fusión del ácido benzoico:.....<sup>0</sup>C

Punto de fusión del ácido benzoico en la bibliografía:.....<sup>0</sup>C

## 6. EJERCICIOS

- 1.- Si el punto de fusión del compuesto, una vez purificado, no coincide con el dado en la bibliografía ¿qué conclusiones puede deducir de este resultado?
- 2.- Una vez cristalizado el ácido benzoico ¿sería correcto aislar los cristales por evaporación del disolvente?



## DESTILACIÓN A PRESIÓN ATMOSFÉRICA DESALACIÓN DEL AGUA

### Objetivo general

Purificar un líquido mediante la técnica de destilación y determinar su punto de ebullición

### Objetivos específicos

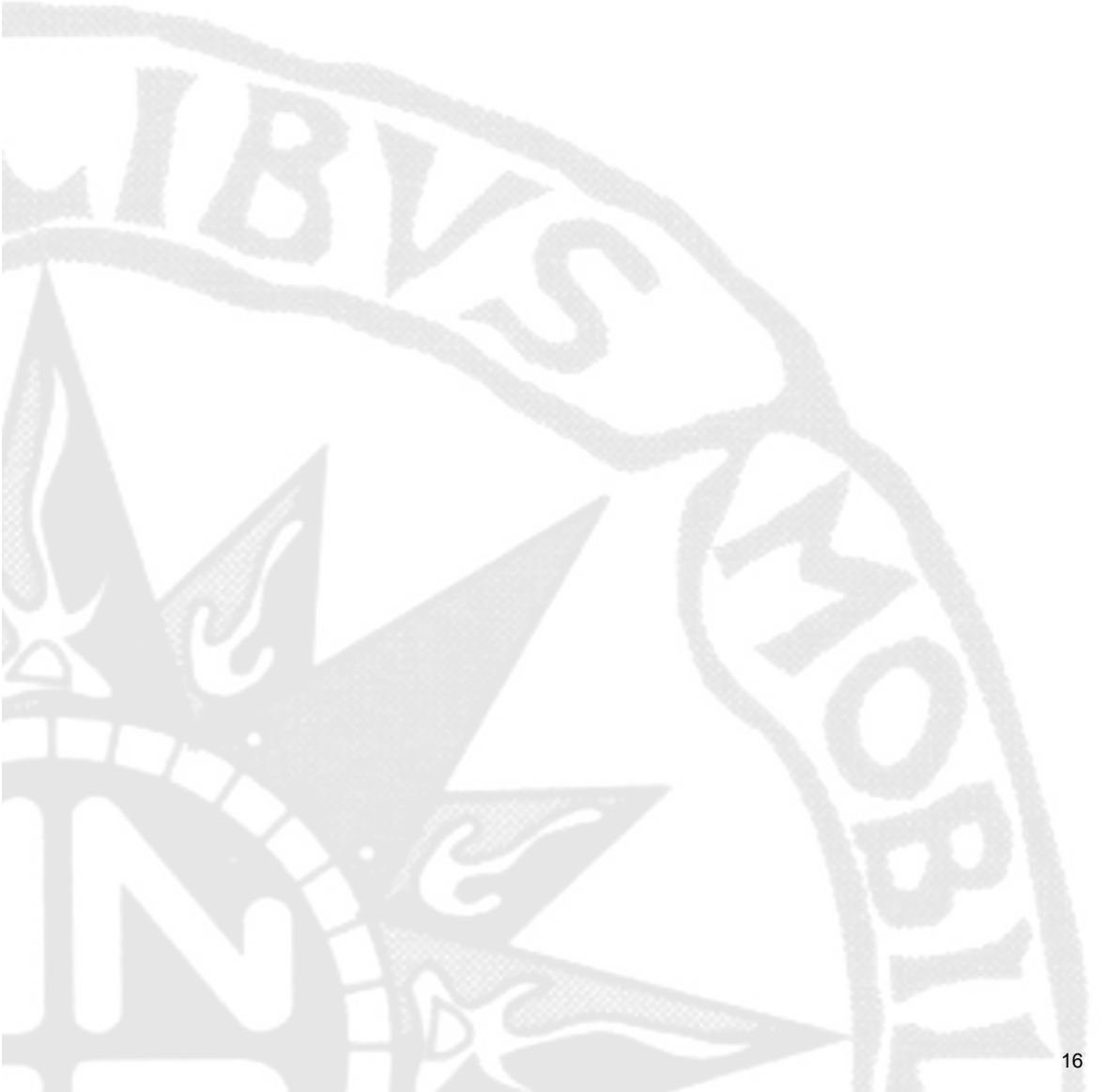
- 1.- Aplicar la técnica de destilación
- 1.- Desalar el agua de mar por destilación a presión atmosférica
- 2.- Determinar el punto de ebullición del agua

### Duración del experimento

2-3 horas.

## ESQUEMA

1. INTRODUCCIÓN TEÓRICA
2. MATERIAL Y PRODUCTOS
3. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS
4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL
5. CÁLCULOS Y RESULTADOS
6. EJERCICIOS





## 1.- INTRODUCCIÓN TEÓRICA

La destilación es un proceso que consiste en calentar un líquido hasta que sus componentes más volátiles pasan a la fase de vapor y, a continuación, enfriar el vapor para recuperar dichos componentes en forma líquida por medio de la condensación. El objetivo principal de la destilación es separar una mezcla de varios componentes aprovechando sus distintas volatilidades o bien separar los materiales volátiles de los no volátiles, y la finalidad de la destilación es obtener el componente más volátil en forma pura.

Así pues, la purificación de líquidos por destilación simple a presión atmosférica está basada en la diferencia del punto de ebullición de los mismos. Se utiliza para separar líquidos (con p.e.  $<150\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) de impurezas no volátiles, o bien separar mezclas de líquidos (con p.e.  $<150\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) miscibles que difieran en su p.e. al menos en  $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

El agua del mar, por ejemplo, que contiene un 4% de sólidos disueltos (principalmente sal común), puede purificarse fácilmente evaporando el agua, y condensando después el vapor para recoger el producto: agua destilada. Por ello, el principal procedimiento para desalar el agua de mar es la destilación.

El proceso de destilación conlleva las siguientes etapas:

- Calentar la mezcla a ebullición
- Condensar los vapores mediante un refrigerante
- Colectar el líquido
- Determinar el punto de ebullición

## 2. MATERIAL Y PRODUCTOS

### Material

- Una probeta de 50 mL
- Un vaso de precipitados de 100 mL

- Un pesasustancias
- Un matraz de fondo redondo de 50 mL
- Una cabeza de destilación
- Un adaptador para termómetro
- Un refrigerante
- Un colector
- Un erlenmeyer
- Un termómetro
- Placa calefactora con agitación magnética
- Un agitador magnético
- Una balanza
- Dos soportes metálicos
- Pinzas para matraces
- Nueces
- Clips de sujeción para matraces

### Productos

- Agua de mar
- Cloruro sódico

### 3. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1.- Vogel's. *Practical Organic Chemistry*. 5ª ed. Ed. Longman Scientific & Technical. 1989.
- 2.- Horta , A. y col. *Técnicas Experimentales de Química*. Ed. UNED. 1986.

### 4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

- 1.- Se procede a montar el aparato de destilación.
- 2.- En un vaso de precipitados se coloca 1 g de cloruro sódico pulverizado.
- 3.- Se añaden poco a poco 50 mL de agua del grifo, medidos en una probeta, y agitando hasta que se disuelva totalmente. (Si el laboratorio está ubicado en una zona costera se reemplazará la disolución por agua de mar directamente).
- 4.- La disolución se vierte en el matraz y se procede a su destilación, cuyo modo operatorio puede verse en la siguiente dirección:

5.- Una vez que comienza a destilar, se rechazan las primeras gotas, y cuando la temperatura de ebullición se ha estabilizado, se recoge el destilado del agua. (Nunca se debe llegar a sequedad, por lo que sólo se recogerán unos 40 mL)

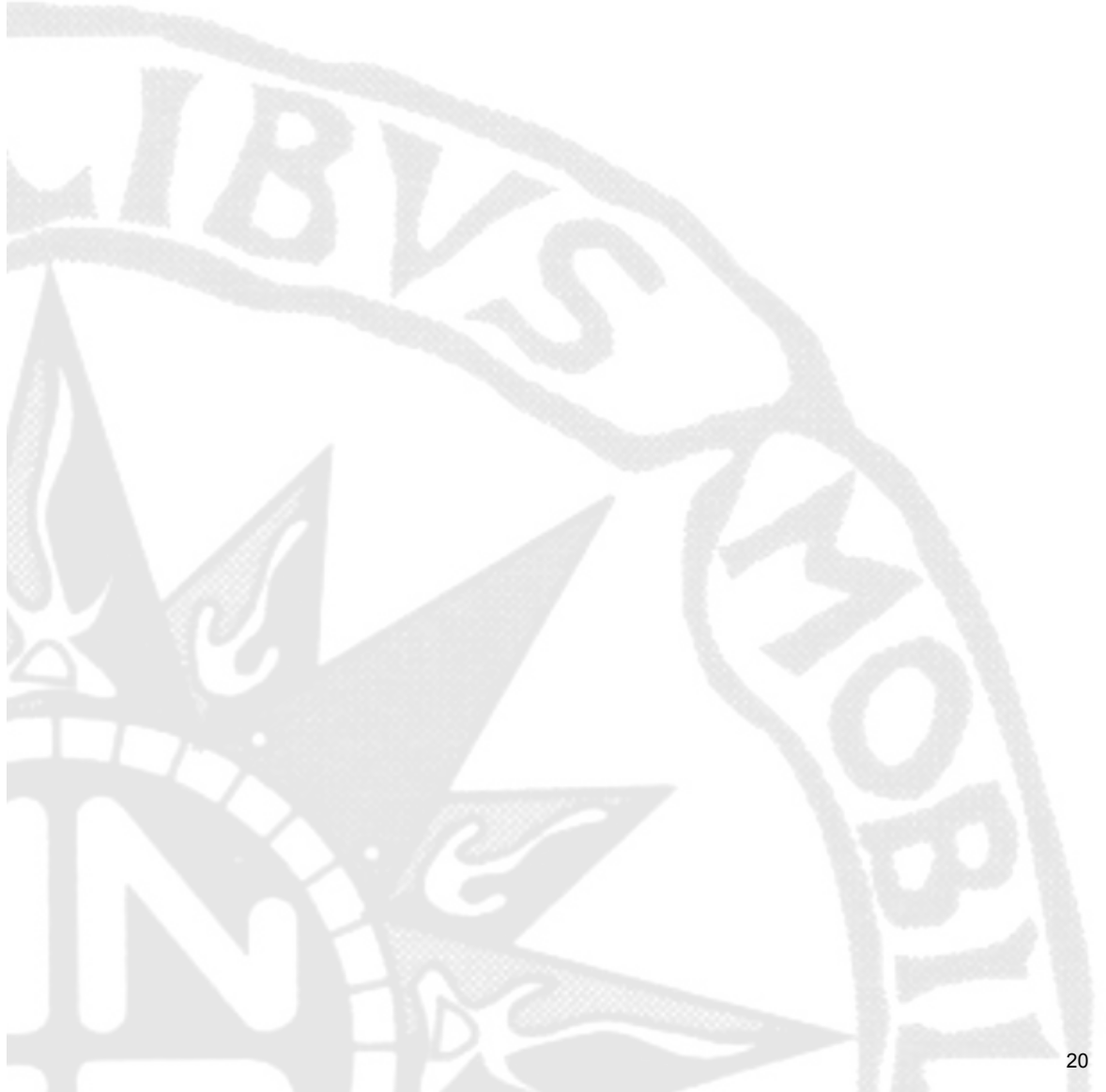
## 5. CÁLCULOS Y RESULTADOS

### Toma de datos:

Punto de ebullición del agua:.....°C

## 6. EJERCICIOS

- 1.- Si el punto de ebullición del agua no fuese de 100°C ¿a qué causas puede deberse?
- 2.- Si la destilación se llevara a cabo a presión reducida ¿el punto de ebullición sería el mismo?



## VALORACIÓN ÁCIDO-BASE

### Objetivo general

Conocer y aplicar el método volumétrico para realizar una titulación ácido-base

### Objetivos específicos

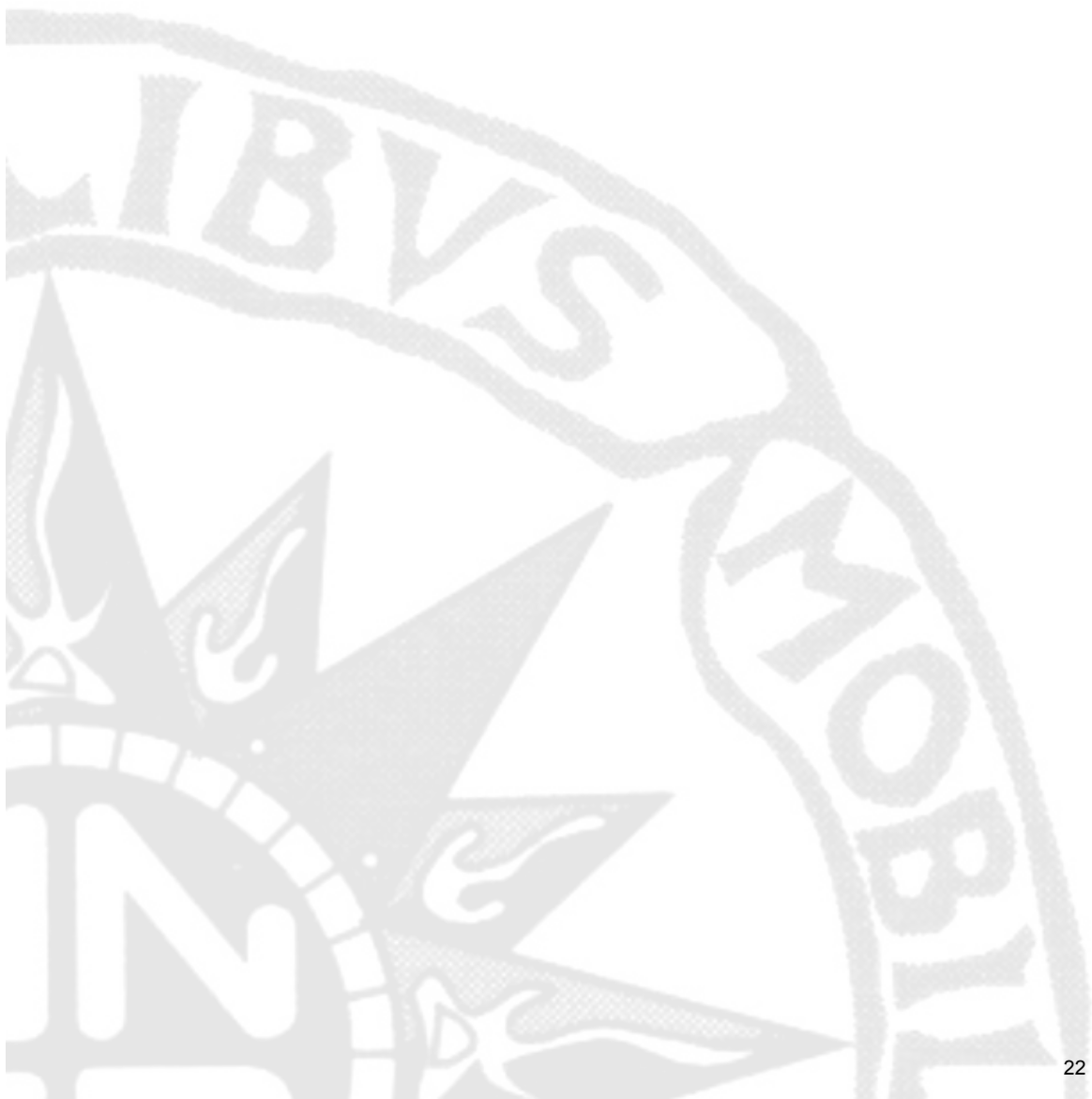
- 1.- Determinar el punto de equivalencia de una reacción ácido-base, mediante el uso de un indicador
- 2.- Justificar mediante los resultados obtenidos la validez de la reacción química que se establece entre un ácido fuerte y una base fuerte

### Duración del experimento

2 horas.

## ESQUEMA

1. INTRODUCCIÓN TEÓRICA
2. MATERIAL Y PRODUCTOS
3. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS
4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL
5. CÁLCULOS Y RESULTADOS
6. EJERCICIOS



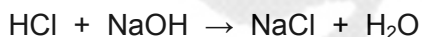
## 1. INTRODUCCIÓN TEÓRICA

El objetivo final de cualquier valoración es la adición del reactivo patrón en una cantidad tal que sea químicamente equivalente a la sustancia problema con la cual reacciona, es decir, añadir un número de equivalentes de reactivo patrón igual al número de equivalentes de la sustancia problema.

Esta situación se alcanza en lo que se conoce como el punto de equivalencia. El punto de equivalencia en una titulación es un concepto teórico, en la práctica solo puede ser estimado mediante la observación de algún cambio físico que esté asociado a él. El punto en el cual este cambio es observado se conoce como punto final.

La técnica de valoración o volumetría ácido-base consiste en emplear un ácido de concentración conocida para valorar una base de concentración desconocida o viceversa. Para determinar el punto final (o de equivalencia) de la reacción se pueden utilizar indicadores colorimétricos o potenciómetros. En esta práctica se utilizará una disolución de fenolftaleína como indicador del fin de la reacción, y se trabajará con un ácido y una base fuertes (clorhídrico e hidróxido sódico).

La reacción que tiene lugar es la siguiente:



La estequiometría de la reacción nos indica que, por cada mol de NaOH, se neutraliza un mol de HCl. Utilizando la definición de molaridad, y con el dato del volumen gastado, calculamos los moles de NaOH consumidos en la valoración. Como hemos gastado los mismos moles de HCl y conocemos su volumen, despejamos la normalidad que en este caso coincide con la molaridad.

$$V_a \times N_a = V_b \times N_b$$

$$N_a = V_b \times N_b / V_a$$

## 2. MATERIAL Y PRODUCTOS

### Material

- Una bureta de 50 mL
- Un matraz erlenmeyer de 100 mL
- Dos matraces erlenmeyer de 250 mL
- Un embudo de filtración
- Dos pipetas volumétricas: una de 30 mL y otra de 10 mL
- Una pera de goma
- Papel pH
- Un vaso de precipitados de 100 mL
- Un soporte con varilla
- Una pinza de sujeción
- Una nuez
- Una placa de agitación magnética
- Un agitador magnético

### Productos

- Disolución de fenolftaleína.
- Hidróxido sódico 0.1 M
- Ácido clorhídrico 0.1 M
- Agua destilada

## 3. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1.- Chang, R. Química. McGraw-Hill, México, 1994.
- 2.- Brown, T.L., LeMay, H.E. y Bursten, B.E. Química. La Ciencia Central. Prentice & Hall, México, 1991.
- 3.- Horta, A. y col. Técnicas Experimentales de Química. Ed. UNED. 1986.

## 4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

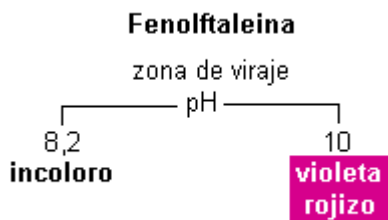
(Precaución: el hidróxido de sodio es caústico y tóxico. Si le cae en las manos, lávese con agua en abundancia)



## Preparación del indicador fenolftaleína

La disolución de fenolftaleína es comercial pero puede prepararse disolviendo 1 g de fenolftaleína en 600 ml de etanol y añadiendo agua hasta completar un volumen de un litro.

La zona de viraje de la fenolftaleína es la siguiente:



### Modo operatorio

- 1.- Verificar que la llave de la bureta esté cerrada. Verter en ella disolución de hidróxido de sodio 0,1 M, empleando el embudo de filtración. Cuando se haya adicionado 20 ó 30 mL, colocar un vaso de precipitados limpio debajo de la punta de la bureta y abrir la llave completamente hasta que se hayan desalojado, aproximadamente, 10 mL de la solución de hidróxido de sodio (Esta operación tiene como objeto eliminar las burbujas de aire que hayan quedado ocluidas en la misma, durante su llenado). A continuación llenar la bureta con más disolución de NaOH hasta la marca de 50 mL, y colocar la bureta en la pinza doble, la cual ya estará previamente fija en la varilla del soporte.
- 2.- Verter 30 mL de la solución de ácido clorhídrico 0,1 M, utilizando una pipeta, en un erlenmeyer provisto de un agitador magnético y colocar el matraz sobre la placa de agitación, poniendo entre ésta y aquél una hoja blanca (la hoja se coloca con el objeto de observar mejor el cambio de color del indicador).
- 3.- Colocar la bureta de tal manera que la punta de ésta quede en el interior del matraz y a 1 cm por debajo, aproximadamente, de la boca del mismo.
- 4.- Añadir de dos a tres gotas de la disolución de fenolftaleína al ácido clorhídrico contenido en el erlenmeyer y encender la placa de agitación (cuidado, no calentar).
- 5.- Abrir la llave de la bureta para adicionar la solución de hidróxido sodico (se recomienda no abrirla totalmente, ya que de esta manera se tiene un mejor control sobre el volumen adicionado) (un buen indicio de que el punto de equivalencia está cercano, consiste en que cuando la solución de hidróxido de sodico se pone en

contacto con la del ácido clorhídrico, la coloración rosa no desaparece tan rápidamente como al principio de la titulación. Es aconsejable en este momento disminuir la rapidez de goteo, para que en el momento en que la disolución del matraz adquiera un color rosa muy tenue, pero persistente, se cierre la llave de la bureta).

6.- Anotar el volumen de hidróxido sódico que se utilizó en la valoración.

7.- Introducir un trocito de papel pH en la disolución del erhlenrneyer, y anotar el valor que tiene, mediante la escala de pH. Asimismo tomar los valores de pH, tanto para la solución de HCl 0.1 M como para la de NaOH 0,1 M.

(Esta práctica suele hacerse al revés, poniendo HCl en la bureta y NaOH en el matraz, porque el NaOH estropea y atasca las llaves esmeriladas, pero no hay problema con las de plástico. En el caso de hacerla así, la disolución del matraz sería violeta y se añade HCl hasta que se vuelve incolora)

## 5. CÁLCULOS Y RESULTADOS

### Toma de datos:

Volumen de ácido clorhídrico, $V_a$	30 mL
Molaridad de la solución de ácido clorhídrico, $M_a$ o $N_a$	0.1 M
Volumen de hidróxido sódico añadido, $V_b$ .....	mL
pH en el punto de equivalencia.....	

Teniendo en cuenta que:

$$N_a = V_b \times N_b / V_a$$

$N_a =$        $M$

## 6. EJERCICIOS

1.- ¿Qué contiene el matraz, una vez finalizada la valoración? ¿Qué pH tiene?.

2.- En la valoración de 20 ml de hidróxido de sodio con ácido sulfúrico 0,1 M, se consumieron 30 ml de la disolución del ácido. ¿Cuál es la concentración de la base?.

# DETERMINACIÓN DE LA DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO, DQO, TOTAL EN UNA MUESTRA DE AGUA RESIDUAL DOMÉSTICA

## Objetivo general

Determinación de Demanda Química de Oxígeno total (DQO) en una muestra residual doméstica

## Objetivos específicos

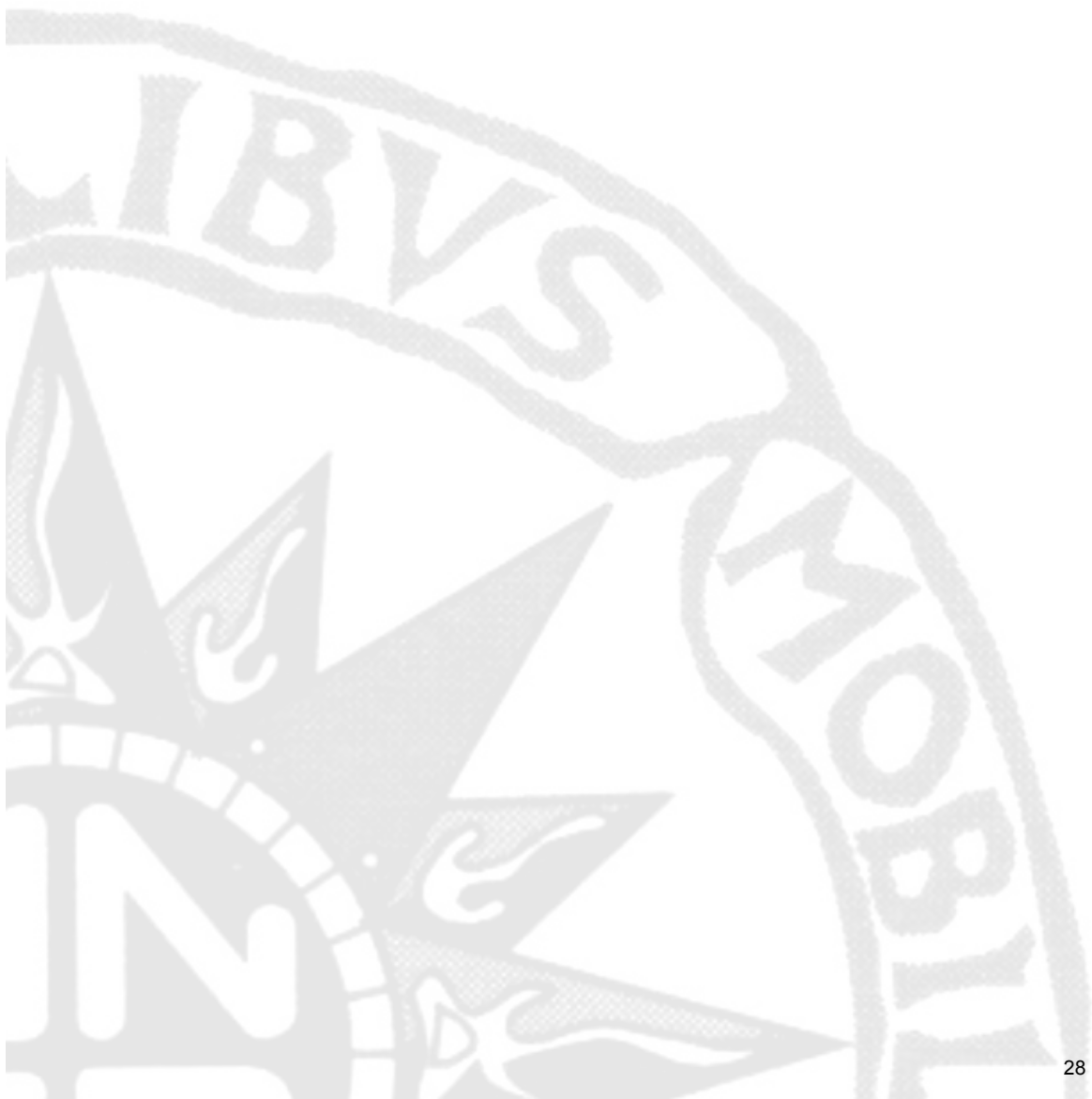
- 1.- Aplicar una técnica redox para la digestión de una muestra y posterior determinación por retrovaloración
- 2.- Aplicar el concepto de equivalente en una reacción química y ajustar reacciones de oxidación reducción

## Duración del experimento:

3-4 horas.

## ESQUEMA

1. INTRODUCCIÓN TEÓRICA
2. MATERIAL Y PRODUCTOS
3. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS
4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL
5. CÁLCULOS Y RESULTADOS
6. EJERCICIOS



## 1. INTRODUCCIÓN TEÓRICA

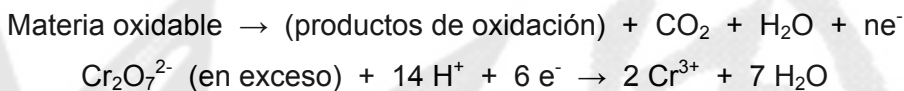
La DQO (Demanda Química de Oxígeno) se define como la cantidad de oxígeno, expresada en mg/L, equivalente a la de permanganato potásico,  $K_2Cr_2O_7$ , necesaria para la oxidación completa de sustancias químicamente oxidables, tanto orgánicas como inorgánicas, presentes en 1 litro de muestra de agua.

El método más útil para determinar la DQO consiste en la oxidación de la muestra con un exceso conocido de dicromato potásico, en solución fuertemente ácida ( $H_2SO_4$ ) en presencia de un catalizador de plata. El dicromato, durante la digestión reacciona no sólo con las sustancias oxidables provenientes de la muestra, sino que puede reaccionar con trazas de especies oxidables que no provengan de la misma, o descomponerse parcialmente a la temperatura de la digestión. Por lo tanto, paralelamente a la determinación, se realiza un ensayo en blanco.

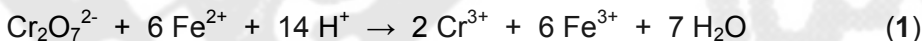
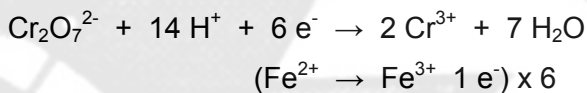
Después de la digestión, el dicromato sin reducir se titula con una solución de sal de Mohr (sulfato amónico ferroso hexahidratado), utilizando como indicador del punto final el complejo ferroso de ortofenantrolina (ferroína).

Las reacciones involucradas en el proceso son las siguientes:

### **Reacción principal de la digestión de la muestra**



### **Reacción de valoración**



## 2. MATERIAL Y PRODUCTOS

### Material

- Una bureta de 10 mL
- Un matraz erlenmeyer de 250 mL
- Dos pipetas de 5 mL y otra de 10 mL
- Una pera de goma
- Sistema de reflujo de 250 mL (matraz de 250 mL, refrigerante, etc.)
- Un matraz aforado de 1000 mL
- Frascos para guardar las soluciones
- Un soporte con varilla
- Una pinza de sujeción
- Una placa calefactora con agitación magnética
- Una balanza analítica

### Productos

- Dicromato potásico,  $K_2Cr_2O_7$
- Indicador Ferroina
- Sulfato ferroso amónico,  $Fe(NH_4)_2(SO_4) \cdot 6H_2O$  o sal de Mohr
- Sulfato de plata,  $Ag_2SO_4$
- Ácido sulfúrico concentrado
- Agua destilada

## 3. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1.- *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*. 19<sup>th</sup> edition. American Public Health Association. Washington, DC. 1995.
- 2.- RODIER, J. *Análisis de las aguas*. Ed. Omega. Barcelona. 1981.

## 4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

### *Preparación de los reactivos (a realizar por el profesor tutor)*

#### 1.- Solución estándar de dicromato potásico 0.00834 M

Se disuelven 2.452 g de dicromato potásico,  $K_2Cr_2O_7$  (calidad patrón primario), previamente secado a  $103\text{ }^{\circ}C$  durante 2 horas, en agua destilada y se diluyen en un matraz aforado de 1000 mL.

#### 2.- Solución de sulfato de plata-ácido sulfúrico

Se disuelve 1 g de sulfato de plata en 10 mL de agua destilada y se añaden 96 mL de ácido sulfúrico concentrado (se preparará preferentemente 2 días antes para que se disuelva bien).

#### 3.- Solución de sulfato ferroso amónico o sal de Mohr, aproximadamente 0.03 M

Se disuelven 11.8 g de sulfato ferroso amónico hexahidratado o sal de Mohr,  $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$  en agua destilada. Se agregan 2 mL de ácido sulfúrico concentrado,  $H_2SO_4$ , y se diluye hasta un volumen de 1000 mL.

(Esta solución se estandariza diariamente con la solución de dicromato de la siguiente manera: A 5 mL de solución estándar de dicromato,  $K_2Cr_2O_7$ , se agregan 45 mL de agua destilada y 15 mL de ácido sulfúrico concentrado. A continuación se titula con la solución de Sal de Mohr en presencia de 3 gotas de indicador ferroína).

#### 4.- Solución de ferroína (indicador)

Se disuelven 1.485 g de 1,10-fenantrolina monohidratada y 695 mg de  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$  en agua destilada y se diluye hasta un volumen de 100 mL.

### *Modo operatorio*

Con una pipeta medir 10 mL de la muestra de agua a analizar (será una muestra de agua residual casera) y se vierte en un matraz de 250 mL. A continuación se agregan con una pipeta 5 mL de solución de dicromato potásico,  $K_2Cr_2O_7$ , 0.00834

M. A la mezcla se añade gota a gota y muy lentamente 10 mL de sulfato de plata-ácido sulfúrico concentrado,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , y se homogeneiza (enfriando en baño de hielo si fuese preciso). Se calienta a reflujo durante 30 minutos. Se enfría y se trasvasa a un Erlenmeyer de 250 mL; se lava el tubo tres veces con 15 mL de agua destilada y se procede a continuación a titular el exceso de dicromato potásico,  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ , con sulfato ferroso amónico o Sal de Mohr,  $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$ , utilizando 3 gotas de indicador ferroína. El punto final de la valoración se aprecia cuando cambia el color de verdoso-azulado a anaranjado.

A la vez se efectúa un ensayo en blanco, utilizando agua destilada en lugar de la muestra.

Se repetirán las medidas dos veces, tanto para la muestra como para el ensayo en blanco.

## 5. CÁLCULOS Y RESULTADOS

### Cálculos

Antes de llevar a cabo los cálculos hay que tener presente diversas consideraciones:

A)

Los moles de dicromato potásico,  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ , reducidos por la muestra  $(n_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7})_m$  serán: la diferencia entre los moles que quedan sin reducir del ensayo en blanco  $(n_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7})_b$  y los que quedan sin reducir después de reaccionar la muestra  $(n_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7})_c$ .

$$(n_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7})_m = (n_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7})_b - (n_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7})_c$$

B)

En la titulación el número de moles del  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  es igual al número de moles de Fe dividido entre 6 según la ecuación (1).

$$(n_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7})_c = (n_{\text{Fe}})_c / 6 = (M G_c)_{\text{Fe}} / 6$$

$$(n_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7})_b = (n_{\text{Fe}})_b / 6 = (M G_b)_{\text{Fe}} / 6$$

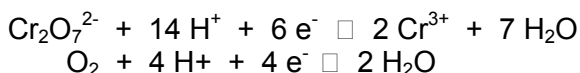
luego,

$$(n_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7})_m = M_{\text{Fe}} \times (G_b - G_c)_{\text{Fe}} / 6$$



Siendo  $M_{Fe}$  los moles por litro de Fe, o lo que es igual la molaridad de la solución de sal de Mohr, y  $G_b$  el gasto en mL de la solución de sal de Mohr del ensayo en blanco y  $G_c$  el gasto en mL de la solución de sal de Mohr gastados después de la digestión de la muestra.

Dado que la DQO se define como la cantidad de oxígeno, expresado en mg/L, equivalente a la de  $K_2Cr_2O_7$  necesaria para la oxidación completa de sustancias químicamente oxidables, y teniendo en cuenta las siguientes reacciones:



Puesto que cada mol de  $K_2Cr_2O_7$  consume 6 moles de electrones (para reducirse a  $Cr^{3+}$ ) y que, a su vez, un mol de  $O_2$  consume 4 moles de electrones (para reducirse a  $H_2O$ ), un mol de  $K_2Cr_2O_7$  reducido equivale a 1,5 moles de  $O_2$  reducidos.

$$n_{O_2} = 1,5 \times n_{K_2Cr_2O_7}$$

como

$$n_{O_2} = m / PF_{O_2},$$

siendo  $m$  la masa expresada en gramos y  $PF_{O_2}$  el peso fórmula de  $O_2$  respectivamente, queda que:

$$m = 1,5 \times (n_{K_2Cr_2O_7})_m \times PF_{O_2}$$

Si se divide por el volumen total de la muestra, expresado en litros, tendremos los gramos de  $O_2$  reducidos por litro de muestra. Y multiplicado ese valor por 1000 se obtienen los mg/L de oxígeno reducidos por litro de muestra, es decir, el valor de la DQO buscada.

$$DQO = 1,5 \times (n_{K_2Cr_2O_7})_m \times PF_{O_2} / V_{muestra}$$

Sustituyendo, nos queda que:

$$DQO = 1,5 \times [M_{Fe} \times (G_b - G_c)_{Fe} / 6] \times PF_{O_2} / V_{muestra}$$

por tanto,

$$DQO = [M_{Fe} \times (G_b - G_c)_{Fe} / 4] \times PF_{O_2} / V_{muestra}$$

$$\text{DQO} = \frac{M_{\text{Fe}} \times (G_b - G_c)_{\text{Fe}} \times \text{PF}_{\text{O}_2} \times 1000}{4 \times V_{\text{muestra}}} \text{ mg/L}$$

### Toma de datos:

mL gastados en la valoración de la muestra en blanco, $G_b$	mL
mL gastados en la valoración de la muestra después de la digestión, $G_c$	mL
Diferencia $G_b - G_c$	mL
Molaridad de la solución de sal de Mohr, $M_{\text{Fe}}$ (aproximadamente)	0,03 M
Peso fórmula del oxígeno, $\text{PF}_{\text{O}_2}$	31,998
Volumen de la muestra, $V_{\text{muestra}}$	10 mL = 0,001 L

### Resultados

$$\text{DQO} = \frac{0,03 \times (G_b - G_c)_{\text{Fe}} \times 31,998 \times 1000}{4 \times 0,001} \text{ mg/L}$$

$$\text{DQO} = \text{-----} \text{ mg/L-}$$

$$\text{DQO} = \text{-----} \text{ mg/L}$$

## 6. EJERCICIOS

1.- Si el valor de la DQO de una muestra fuese inferior al del obtenido en la práctica anterior, significaría que:

- a) tiene más contaminantes
- b) tiene menos contaminantes

2.- ¿Tienen el mismo significado la DQO y la DBO?

VOLUMETRÍA DE COMPLEJACIÓN:

## DETERMINACIÓN DE LA DUREZA DEL AGUA

### Objetivo general

Aplicar los principios básicos de las volumetrías de complejación en la determinación de la dureza de una muestra de agua.

### Objetivos específicos

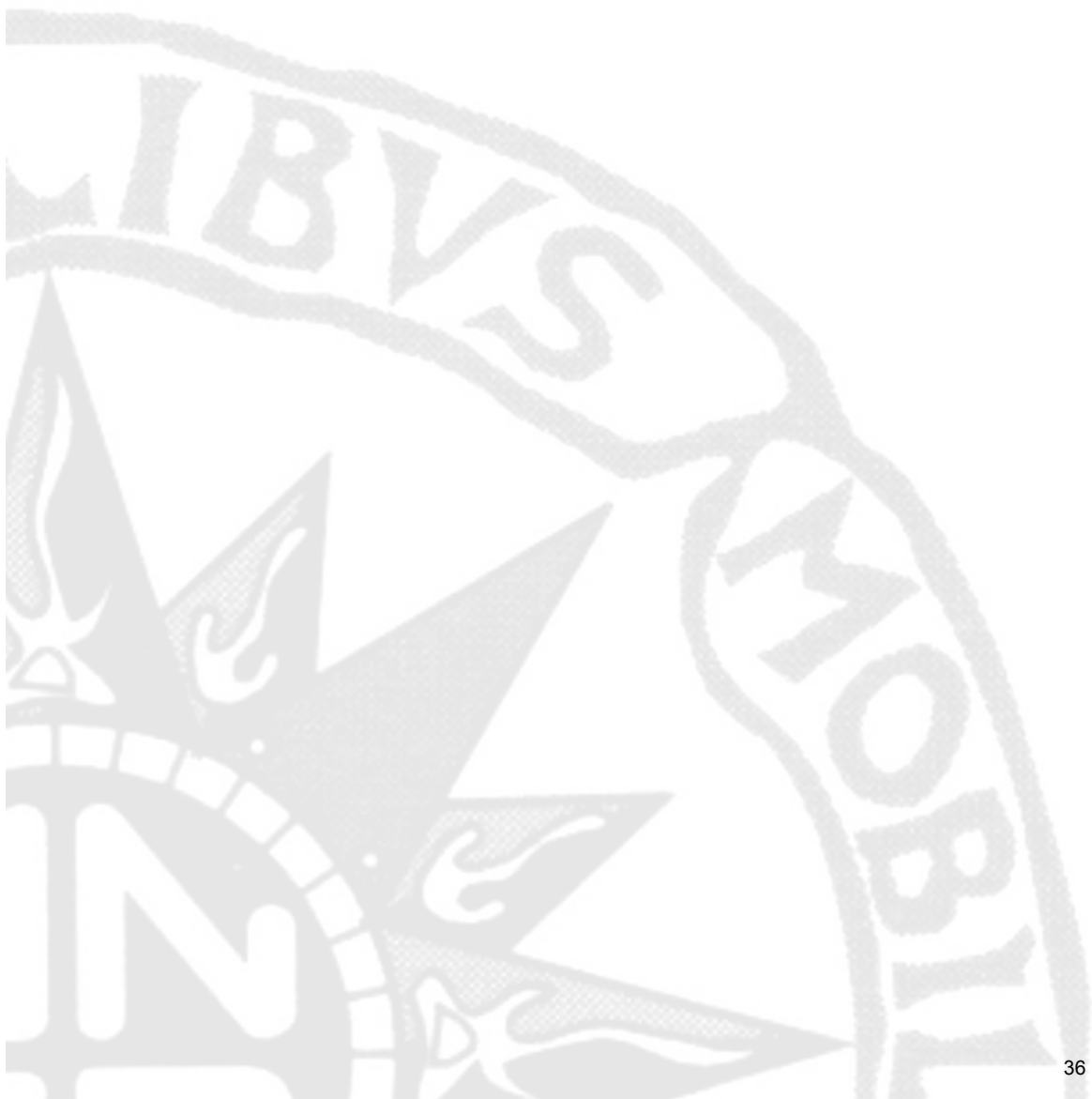
- 1.- Determinar la dureza total, la dureza debida al magnesio, y la dureza debida al calcio de una muestra de agua residual.
2. Reforzar los conceptos relacionados con la formación de complejos metálicos.

### Duración del experimento

2-3 horas.

## ESQUEMA

1. INTRODUCCIÓN TEÓRICA
2. MATERIAL Y PRODUCTOS
3. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS
4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL
5. CÁLCULOS Y RESULTADOS
6. EJERCICIOS



# 1. INTRODUCCIÓN TEÓRICA

La **dureza del agua** se define como la suma de las concentraciones de calcio y magnesio, expresadas como  $\text{CaCO}_3$  en mg/L. El rango de dureza varia entre 0 y cientos de mg/L, dependiendo de la fuente de agua y el tratamiento a que haya sido sometida. Existen dos tipos de dureza:

Dureza temporal: está determinada por el contenido de carbonatos y bicarbonatos de calcio y magnesio. Puede ser eliminada por ebullición del agua y posterior eliminación de precipitados por filtración.

Dureza permanente: está determinada por todas las sales de calcio y magnesio excepto carbonatos y bicarbonatos. No puede ser eliminada por ebullición.

Por tanto:

$$\text{Dureza total} = \text{Dureza temporal} + \text{Dureza permanente}$$

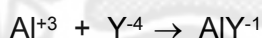
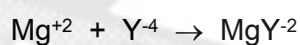
Según la dureza las aguas se clasifican según la tabla siguiente:

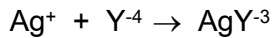
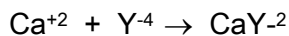
Dureza como $\text{CaCO}_3$	Clasificación
0-75	Agua blanda
75-150	Agua poco dura
150-300 (límite para agua potable)	Agua dura
> 300	Agua muy dura

En las volumetrías **de complejación** se mide el volumen de solución tipo, necesario para formar un complejo con un catión metálico del compuesto que se analiza. Muchos cationes metálicos reaccionan con especies dadoras de electrones llamadas ligandos, para formar compuestos de coordinación o complejos. El ligando debe tener por lo menos un par de electrones sin compartir.

Los complejos llamados **quelatos**, se producen por la coordinación de un catión y un ligando, en los que el catión (metálico) es parte de uno o varios anillos de cinco o seis miembros. Los compuestos orgánicos más conocidos que forman quelatos utilizables en análisis cuantitativo son el ácido nitrilotriacético, el ácido etilendiaminotetraacético (EDTA) y la sal disódica del EDTA; estos compuestos se conocen comercialmente con los nombres de Titriplex I, II, y III respectivamente; también se utilizan los nombres de Complexonas, Vercenos o Secuestrenos. El más empleado de los anteriores compuestos es la sal disódica del EDTA (Na<sub>2</sub>-EDTA), por la facilidad de disolución en agua; la solución se prepara por el método directo dado el carácter de reactivo tipo primario de la sal disódica.

El EDTA contiene cuatro hidrógenos ácidos; por esa razón se representa también como H<sub>4</sub>Y. El EDTA forma complejos estables con la mayoría de los cationes y entra siempre en relación molar 1:1 en la fórmula del complejo, independiente de la carga del catión, como se muestra en las siguientes reacciones:





Los iones formados en las reacciones anteriores son incoloros, de tal manera que para determinar el punto final se emplean indicadores llamados metalcrómicos. Estos tienen la propiedad de formar complejos con cationes como el  $\text{Ca}^{+2}$  y el  $\text{Mg}^{+2}$ , de distinto color al que presenta el indicador libre. Estos indicadores son ácidos débiles que se representan como  $\text{HIn}$ .

### Determinación de la dureza total

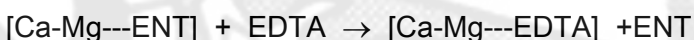
El colorante utilizado para determinar la dureza total del agua (debida al calcio y al magnesio), es el eriocromo negro T (ENT). Este colorante es triprótico y existe inicialmente como anión divalente de color azul  $\text{HIn}^{-2}$  a pH 10. A la muestra se le adiciona solución buffer de pH 10 +0.1, para mantener la estabilidad de los complejos formados; no puede incrementarse el pH de este valor, por cuanto precipitan el  $\text{CaCO}_3$  o el  $\text{Mg(OH)}_2$ , además porque el indicador cambia de color a pH elevado, obteniéndose  $\text{In}^{-3}$  de color naranja.

La reacción del indicador con los iones  $\text{Ca}^{+2}$  y  $\text{Mg}^{+2}$  presentes en la solución que se valora es del siguiente tipo:



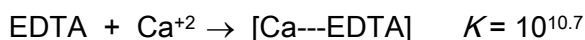
*Color azul*

*Complejo púrpura*



*Color azul*

Al adicionar EDTA a la solución que contiene la muestra con el indicador, el EDTA se combina primero con el  $\text{Ca}^{+2}$  y luego con el  $\text{Mg}^{+2}$ , ya que el complejo EDTA- $\text{Ca}^{+2}$ , es más estable que el complejo EDTA- $\text{Mg}^{+2}$ , mediante las siguientes reacciones:



### Determinación de la dureza debida al calcio

El calcio y el magnesio son ambos complejados por el EDTA a pH 10; la determinación de la dureza debida únicamente al calcio se hace a pH elevado (12-13); en este rango de pH, el magnesio precipita como  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  y no interviene en la reacción; además el indicador utilizado para esta determinación sólo se combina con el calcio.

El indicador *murexida* se emplea para determinar la dureza debida al  $\text{Ca}^{+2}$ , vira de rojo claro (cuando forma el complejo con el  $\text{Ca}^{+2}$ ) a violeta (cuando está libre).

### Determinación de la dureza debida al magnesio

La diferencia entre la dureza total y la dureza cálcica (expresada ambas como mg/L de  $\text{CaCO}_3$ ), da directamente la dureza magnésica.



En la determinación de la dureza puede haber interferencias con otros elementos (Al, Cd, Co, Cu, Fe(2), Fe(3), Pb, Mn, Ni, Zn o polifosfatos) que si están presentes son titulados como dureza

Este método tiene un error relativo del 2 % y una desviación estandar relativa de 9.2 %

## 2. MATERIAL Y PRODUCTOS

### Materiales

- Una probeta de 100ml
- Una pipeta de 10 ml
- Dos erhlenmeyer de 250ml
- Una bureta de 25ml
- Un vidrio de reloj
- Una matraz aforado de 100 ml
- Una matraz aforado de 250 ml
- Un frasco lavador
- Un agitador de vidrio
- Un embudo de sólidos
- Papel pH
- Una balanza analítica
- Una estufa

## Productos

- Indicador preparado de negro de eriocromo T
- Murexida
- Trietanolamina, solución de trietanolamina al 30% (V/V),
- Solución buffer de pH 10
- Titriplex III ( $\text{Na}_2\text{-EDTA}$ ) (mantenido en estufa durante 2 horas a  $105^\circ\text{C}$  enfriado en un desecador),
- Solución de amoníaco,  $\text{NH}_3$  6N
- Cloruro amónico,  $\text{NH}_4\text{Cl}$
- Cloruro potásico
- Solución de ácido clorhídrico, HCL 6N
- Indicador preparado de murexida
- Solución de hidróxido potásico, KOH al 20% (P/V)
- Agua destilada
- Etanol

## 3. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1.- American Society for testing materials. Annual book of standards 1994.  
Determinación de dureza de agua. Método ASTM 1126-92
- 2.- APHA, AWWA, WPCF. Métodos normalizados para el análisis de aguas potables y residuales. Ed. Díaz de Santos, S.A. Madrid 1992.
- 3.- RODIER, J. Análisis de las aguas. Ed. Omega. Barcelona. 1981.

## 4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

### Preparación del indicador eriocromo negro T

Colocar en un vaso de precipitados de 100 mL 15 mL de trietanolamina y 5 mL de etanol; adicione 0.1 g de negro de ericromo T sólido y disuelva; almacenar en un recipiente.

### Preparación de la solución buffer de pH 10

Colocar en un vaso de precipitados de 100 mL 6,56 g de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  y disolver en 57 mL de amoníaco concentrado, y completar a 100 mL con agua destilada en un matraz aforado; almacenar en un recipiente.

### Preparación de la solución de $\text{Na}_2\text{-EDTA}$ 0.01 N

Pesar 0,93 g de  $\text{Na}_2\text{-EDTA}$ . En un matraz aforado de 250 mL, colocar 50 mL de agua destilada, y transferir el EDTA al matraz con la ayuda de un embudo y de un frasco lavador, agitar hasta que el EDTA se haya disuelto (el EDTA se disuelve lentamente); una vez disuelto completar hasta enrasar con agua destilada. (Si no se prepara la solución en el momento se procederá a estandarizar la solución)

### Determinación de la dureza total de la muestra de agua

Medir 100 mL de la muestra en un matraz aforado de 100 mL y colocar en un erlenmeyer de 250 mL, ajustar el pH entre 7 y 10 mediante la adición de  $\text{NH}_3$  6N o  $\text{HCL}$  6N. Adicionar 1 mL de la solución buffer de pH 10 y 2 gotas de indicador eriocromo negro T y agitar.

Adicionar lentamente desde una bureta la solución de EDTA; continuar la titulación hasta que el color de la solución cambie de rojo a azul. Calcular la dureza del agua como el promedio de dos valoraciones que no difieran en más de 0.2 mL.

## Determinación de la dureza cálcica de la muestra de agua

Medir 100 mL de la muestra de agua en un matraz aforado de 100 mL y colocarlos en un erlenmeyer de 250 mL; agregar 2-3 gotas de la solución de trietanolamina al 30% (V/V); agregar aproximadamente 4 mL de la solución de KOH al 20% (P/V); agitar y ajustar el pH de la solución entre 12 y 13 con la solución de KOH; adicionar aproximadamente 0.1 g del indicador murexida (una punta de espátula). Titular con la solución de EDTA hasta que el color de la solución cambie de rosa pálido a violeta. Calcular la dureza debida al calcio como el promedio de dos valoraciones que no difieran en más de 0.2 mL.

## 5. CÁLCULOS Y RESULTADOS

Completar la siguiente tabla y calcular la dureza total del agua (mg/L de  $\text{CaCO}_3$ ), la dureza cálcica (mg/L de  $\text{CaCO}_3$ ) y la dureza magnésica (mg/L de  $\text{CaCO}_3$ ); adiciones los cálculos respectivos.

TABLA DE DATOS

Información requerida	Ensayo 1	Ensayo 2
Volumen de la muestra de agua (mL)	100 mL	100 mL
Normalidad de la solución de EDTA	0,01 N	0,01 N
Volumen de EDTA gastado en la dureza total (mL) ( $V_T$ )		
Volumen de EDTA gastado en la dureza de $\text{Ca}^{+2}$ ( $V_{\text{Ca}}$ )		

Ya que:

$$\text{meq/L (Ca}^{2+} \text{ y Mg}^{2+}) = \frac{V_T \times N \times 1000}{\text{mL de muestra}}$$

$$\text{mg/L (CaCO}_3) = \text{ppm CaCO}_3 = \frac{V_T \times N \times 100,1 \times 1000}{\text{mL muestra}} = \text{Dureza Total}$$

$$\text{mg/L CaCO}_3 = \frac{V_{\text{Ca}} \times N \times 100,1 \times 1000}{\text{mL muestra}} = \text{Dureza debida al Ca}^{2+}$$

expresada en CaCO<sub>3</sub> donde:

V<sub>Ca</sub> = ml EDTA requeridos usando el indicador para calcio

V<sub>T</sub> = ml EDTA requeridos usando el indicador de eriocromo negro T

N = Normalidad del EDTA

$$\text{mg/L CaCO}_3 = \frac{(V_T - V_{\text{Ca}}) \times N \times 100,1 \times 1000}{\text{mL muestra}} = \text{Dureza debida al Mg}^{2+}$$

expresada en CaCO<sub>3</sub>.

## Resultados

Dureza total (mg/L de CaCO <sub>3</sub> ) (promedio)	
Dureza debida al Ca <sup>+2</sup> (mg/L de CaCO <sub>3</sub> ) (promedio)	
Dureza debida al Mg <sup>+2</sup> (mg/L de CaCO <sub>3</sub> ) (promedio)	

## 6. EJERCICIOS

1.- ¿Cómo se clasifican las aguas en términos de dureza, expresadas como mg/L de CaCO<sub>3</sub>? ¿A qué clase de agua de acuerdo con la dureza corresponde la muestra de agua analizada?

2.- ¿Qué problemas ocasiona la dureza en las aguas potables?