



Universidad de Bogotá
JORGE TADEO LOZANO

LABORATORIO QUÍMICA ANALÍTICA 502503

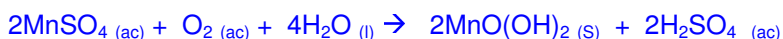
**GUIA No 5.1- Titulaciones por oxido reducción (oxígeno disuelto, vitamina C)
y titulación por formación de complejos (calcio y magnesio)**

I. EL PROBLEMA:

Determinar la dureza de una muestra de agua por medio de una titulación con EDTA.



Determinación de Oxígeno disuelto en una muestra de agua por el método de Winkler



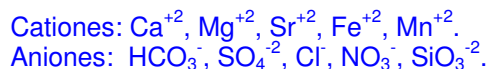
Determinar el contenido de vitamina C presente en una tableta.

II. FUNDAMENTO TEORICO:

Determinación de calcio y magnesio:

Como aguas duras se consideran aquellas que requieren cantidades considerables de jabón para producir espuma y producen incrustaciones en las tuberías de agua caliente, calentadores, calderas y otras unidades en las cuales se incrementa la temperatura del agua. En términos de dureza el agua se puede clasificar en blandas, moderadamente duras, dura y muy dura. La dureza se expresa en mg/L como $CaCO_3$.

La dureza es causada por iones metálicos divalentes capaces de reaccionar con el jabón para formar precipitados y con ciertos aniones presentes en el agua para formar incrustaciones. Los principales cationes que causan dureza en el agua y los principales aniones asociados con ellos son los siguientes:



En la mayoría de las aguas se considera que la dureza total es aproximadamente igual a la dureza producida por los iones calcio y magnesio; en las aguas naturales los bicarbonatos son la principal forma de alcalinidad por lo tanto la parte de la dureza total químicamente equivalente a los bicarbonatos presentes en el agua es considerada como la dureza carbonácea o dureza temporal (desaparece cuando se hierve el agua)

La dureza no carbonácea incluye principalmente sulfatos, cloruros y nitratos de calcio y magnesio, esto forma incrustaciones que produce una pérdida de la conductividad del calor y producción de grandes volúmenes de vapor cuando las incrustaciones gruesas se rompen y el agua entra en contacto con las superficies de metal recalentado que puede ocasionar explosiones. Las aguas duras no presentan peligro para el consumo humano.

El método para determinar calcio y magnesio utiliza soluciones de ácido etileno diaminotetraacético o de sus sales de sodio como agente titulador, los cuales forman iones complejos solubles con calcio y magnesio. Los indicadores utilizados son el colorante negro eriocromo T que indica cuando todos los iones calcio y magnesio han formado complejos con el EDTA a pH 10.0; el otro indicador es la murexide el cual determina únicamente los iones calcio a pH 12-13.

Determinación de oxígeno disuelto (OD): (método Winkler)

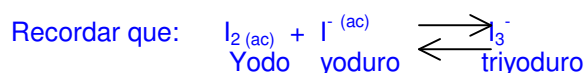
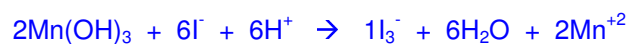
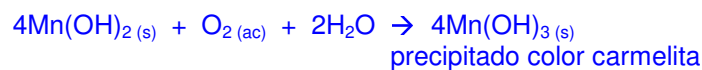
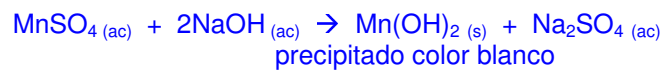
La cantidad de oxígeno disuelto determina la existencia de las condiciones aeróbicas o anaeróbicas en un medio en particular; su contenido depende de la concentración y estabilidad de la materia orgánica que es un factor importante en la autopurificación de las masas de agua. Los valores de OD en agua son bajos y disminuyen con la temperatura. El oxígeno en solución en especial cuando está acompañado de CO₂, es un agente de corrosión importante para el hierro y el acero.

La determinación de OD se puede realizar por medio de una titulación redox o electrodos apropiadamente calibrados.

El método Winkler se basa en un análisis yodométrico, implica el tratamiento de la muestra con un exceso de manganoso (II), yoduro de potasio e hidróxido de sodio. El hidróxido de manganoso (II) de color blanco que se produce, reacciona rápidamente con el oxígeno disuelto para formar hidróxido de manganoso (III) de color marrón. Al acidificar el hidróxido de manganoso (III) se oxida el yoduro a yodo y este último se valora con una solución de tiosulfato de sodio.

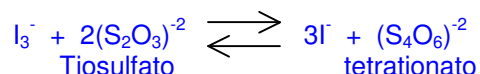
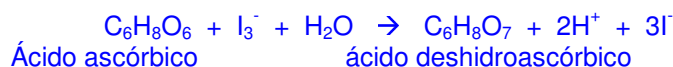
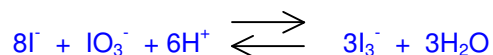
El buen resultado del método depende de la manipulación de la muestra, en todos los pasos hay que asegurarse que no se introduzca ni pierda oxígeno en la muestra.

Las reacciones a manejar son:



Determinación de vitamina C:

El ácido ascórbico o vitamina C ($C_6H_8O_6$) se puede determinar por medio de una titulación yodométrica. La vitamina C es un agente reductor suave que reacciona rápidamente con el ión triyoduro, en esta práctica se genera un exceso conocido de ion triyoduro (I_3^-) por reacción de yodato con yoduro, se deja reaccionar y luego el exceso de I_3^- se titula por retroceso con una solución de tiosulfato. El método se basa en las siguientes reacciones:



III. BÚSQUEDA DE INFORMACIÓN:

- Cual es el peso equivalente del EDTA y su formula molecular
- Cual es la función de la trietanolamina en las titulaciones con EDTA
- Indique brevemente la importancia del calcio en la alimentación humana y animal.
- Establezca las diferencias entre las titulaciones yodométricas y yodimétricas
- Que tipo de sustancias interfieren en la determinación de vitamina C, y que pueden estar presentes en el tipo de muestra que se analiza.
- Indique como realizaría los cálculos para hallar la concentración de dureza total, dureza cálcica, dureza magnésica, oxígeno disuelto y vitamina C.
- Realice la ficha técnica para los siguientes reactivos: EDTA, negro de eriocromo T, murexide, trietanolamina, $MnSO_4$, yodo (I_2), $NaIO_3$, $Na_2S_2O_3$, ácido ascórbico.

IV. MATERIALES Y REACTIVOS:

Materiales por grupo de laboratorio:

- Tres erlenmeyer de 250ml
- tres erlenmeyer de 250ml con tapa esmerilada
- un erlenmeyer de 500ml
- un balón aforado con tapa de 100ml
- una bureta de 50ml
- dos pipetas aforadas de 20ml
- Una pipeta aforada de 5ml
- Una pipeta graduada de 10 ml
- Una pipeta graduada de 5.0ml
- Una probeta de 100ml
- Dos vasos de precipitados de 250ml
- Un vidrio de reloj
- Una espátula
- Una pinza para bureta
- Una varilla de vidrio
- Un soporte universal
- Una propipeta o pipeteador
- Un gotero plástico

Material y reactivos generales: (volúmenes calculados para 10 grupos)

- Solución reguladora pH 10.0 (NH_4Cl y NH_4OH) (100ml),
- Trietanolamina (50ml)
- Solución NaOH 6M (100ml)
- Indicador negro de eriocromo T (sólido)
- Murexide (sólido)
- Solución EDTA 0,01M (500ml)
- Solución $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ al 50% (500ml)
- Solución alcalina de KI (5% de KI y 33% de NaOH) (500ml)
- H_2SO_4 concentrado (100ml)
- Solución de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,025N (1000ml)
- Solución de almidón al 10%
- Solución ácida de KI (1% de KI y H_2SO_4 1:3) (250ml)
- Solución de KIO_3 0,01M (500ml)
- Dos micro espátulas
- Seis pipeta graduadas de 5.0 ml
- Ocho pipetas graduadas de 1,0ml
- Cinco vasos de precipitados de 250ml
- Cinco propipetas
- Papel tornasol rojo.
- Muestra preparada de Ca y Mg
- Pastillas comerciales de vitamina C

V. PROCEDIMIENTO:

1- Determinación de calcio y magnesio:

Determinación de calcio y magnesio:

A cada uno de los tres erlenmeyer de 250ml, adicione con una pipeta aforada 20ml de la solución problema para determinar dureza y 50 ml de agua destilada; añada 1.0 ml de la solución reguladora pH 10.0, 1.0 ml de solución de trietanolamina. (asegúrese con papel indicador que la solución a titular este en un pH 10.0) y una pequeña cantidad (0,05g) del indicador negro de eriocromo T. La solución se torna rojiza.

Titule con una solución de EDTA 0,01M hasta que se observe un cambio de color de rojo a azul (violeta).

Determinación de calcio:

A cada uno de los tres erlenmeyer de 250ml, adicione con una pipeta aforada 20 ml de la solución problema para determinar dureza y 50ml de agua destilada; añada 1.0 ml de solución de NaOH 6N (con papel indicador determine el pH 13), 1.0ml de trietanolamina y una pequeña cantidad (0,05g) de indicador de murexide. La solución se torna de un color rosado claro.

Titule con una solución de EDTA 0,01M hasta que se observe un cambio de color de rosado a púrpura.

E

expresé la dureza total, cálcica y magnésica en mg/L como CaCO_3 .

2- Determinación de oxígeno disuelto: (muestra de agua – método Winkler)

A un erlenmeyer de 250ml con tapa esmerilada adicione la muestra de agua cuidadosamente de tal manera que no se produzca turbulencia que altere el oxígeno disuelto, hasta 0,5 cm por debajo del borde de la porción del recipiente esmerilado. Añada 1.0 ml de la solución de $MnSO_4$ con una pipeta graduada y por debajo del nivel del agua y luego 1.0 ml de la solución alcalina de KI también por debajo del nivel del agua. Tapar el erlenmeyer con cuidado que no se introduzcan burbujas de aire e invertir cuidadosamente para homogenizar la solución y distribuir uniformemente el precipitado formado.

Esperar a que el precipitado se sedimente por lo menos unos 3 cm del borde del frasco y por debajo del tapón añadir 1.0 ml de H_2SO_4 concentrado (cuidadosamente por debajo del nivel del agua), volver a tapar y mezclar hasta que el precipitado se disuelva completamente.

Traspase cuidadosamente el contenido a un erlenmeyer de 500ml y titule rápidamente con $Na_2S_2O_3$ 0,025N hasta que el color amarillo del yodo palidezca, luego añada 3ml del indicador de almidón y continúe titulando hasta que desaparezca completamente el color azul.

Calcule O_2 mg/L de muestra.

3- Determinación de vitamina c: (muestra sólida)

Pese dos tabletas de vitamina C comercial y luego disuélvalas en un vaso de precipitados de 250ml adicionando primero 50ml de agua y luego 3.0ml de H_2SO_4 concentrado. Pase la solución a un balón aforado de 100ml y complete a volumen con agua destilada cuidadosamente. A cada uno de los tres erlenmeyer de 250ml adicione una alícuota de 20ml de la solución anterior, 3ml de almidón, 10ml de solución ácida de KI (KI en H_2SO_4) y 25ml de KIO_3 0,01M medidos con una pipeta aforada; como la muestra contiene almidón se observará una coloración azul o violeta, si no es así, adicione porciones de 5ml de KIO_3 con una pipeta aforada hasta que se observe la coloración azul-oscuro. Valore por retroceso con $Na_2S_2O_3$ 0,025N hasta que el color azul desaparezca, y luego calcule VitC mg / tableta.

VI. TABLA DE DATOS:

Diseñe una tabla de datos adecuada, la cual debe estar en el cuaderno de laboratorio antes de iniciar la práctica.

VII. PARA EL ANÁLISIS DE LA PRACTICA:

- Datos y observaciones de los experimentos realizados en forma clara
- Determinación del contenido de dureza en una muestra de agua
- Determinar el contenido de oxígeno disuelto en una muestra de agua
- Determinar el contenido de vitamina C en la muestra sólida
- Muestra de los cálculos realizados
- Comparación de los resultados con las normas correspondientes.
- Revise de nuevo los objetivos y evalúe si se cumplieron total o parcialmente, y redacte unas conclusiones en donde exprese en forma clara lo aprendido en esta práctica.

VIII. BIBLIOGRAFÍA:

- Estándar Methods for the examination of water and wastewater editado por Arnold E. Greenbers y otros. Publicado por Publication office American Public Health Association, 18th edición, U.S.A, 1992.

- Official methods of analysis of AOAC International editado por Patricia Conniff. Publicado por AOAC International, 16th edición, volumen 1 y 2, U.S.A, 1998.
- Skoog D.A, West D.M. 2001. Química analítica, séptima edición, Mc Graw Hill. México.
- The Merck Index: an encyclopedia of chemical. Drugs and Biologicals. Budavari S. Guide for safety in the Chemical Laboratory.