

### LABORATORIO DE QUÍMICA ANALÍTICA

# PRÁCTICA 1

## TÉCNICAS DE LABORATORIO

### MATERIALES Y EQUIPOS

Materiales	Equipos	Reactivos
5 monedas	Balanza Analítica	KMNO <sub>4</sub>
Pieza problema	Termómetro	
Pinza		
Vaso de Precipitado 25 mL		
Vaso de Precipitado 50 mL		
Balón Volumétrico de 100 mL		
Embudo		
Varilla de vidrio		
Pipeta volumétrica de 10 mL		
Matraz con tapa de 50 mL		
Bureta		
Matraz volumétrico de 250 mL		

### PRIMERA PARTE

### USO DE LA BALANZA ANALÍTICA

EN ESTE EXPERIMENTO, USTED DETERMINARÁ LA MASA DE CINCO MONEDAS: PRIMERO PESANDO CADA UNA INDIVIDUALMENTE, Y LUEGO PESANDO LAS CINCO MONEDAS JUNTAS, RETIRANDO UNA MONEDA A LA VEZ, Y OBTENIENDO LA MASA INDIVIDUAL DE LAS MONEDAS POR DIFERENCIA. EL PAR DE VALORES DE MASA DETERMINADO PARA UNA MONEDA EN PARTICULAR DEBERÍA COINCIDIR Y VARIAR SOLO EN UNA POCAS DÉCIMAS DE MILIGRAMO.

DE CADA DATO, USTED CALCULARÁ EL PROMEDIO, LA DESVIACIÓN ESTÁNDAR Y LA DESVIACIÓN ESTÁNDAR RELATIVA DE LA MASA DE LAS MONEDAS.

FINALMENTE USTED PESARÁ UNA PIEZA PROBLEMA, DEBE REPORTAR SU MASA Y EL CÓDIGO O NÚMERO DE IDENTIFICACIÓN.

Después de escuchar las instrucciones por parte del personal técnico sobre el uso de la balanza analítica, reciba del técnico las cinco monedas y una pieza problema identificada. Nunca maneje las monedas ni la pieza con sus dedos, use siempre las pinzas.

1. Ubíquese frente a la balanza analítica. Seleccione cinco monedas al azar del vial que las contiene. Asegúrese de

poder reconocer cuál moneda es cuál, de la #1 a la #5, pese cada una por separado en la balanza. Anote la masa en la hoja de reporte.

2. Vuelva a llevar a cero la balanza. Coloque las cinco monedas al mismo tiempo en el plato de la balanza, obtenga la masa total y anote su valor en la hoja de reporte. Remueva la moneda #5 de la balanza, obtenga la masa de las cuatro monedas restantes y anote el valor de masa. Repita el proceso, retirando una moneda a la vez. Obtenga los pesos individuales por diferencia (sustracción). Este proceso se conoce como pesada por diferencia, la forma más común de pesada en el laboratorio de Analítica.
3. Proceda a pesar la pieza problema y anote el valor de masa.
4. Realice los cálculos que se le pide en la hoja de reporte y solicite al profesor que revise sus resultados.

DEVUELVA EL FRASCO CON LAS MONEDAS Y LA PIEZA PROBLEMA TAN PRONTO COMO HAYA COMPLETADO ESTA PARTE DEL EXPERIMENTO

---

## SEGUNDA PARTE

## TRANSFERENCIA CUANTITATIVA

UNA TRANSFERENCIA CUANTITATIVA ES UNA TRANSFERENCIA COMPLETA DE UNA MUESTRA SIN PÉRDIDAS DE NINGÚN TIPO, CUIDANDO DE NO DERRAMAR NI SALPICAR, ASEGURÁNDOSE DE TRANSFERIR TODA LA MUESTRA. EL SIGUIENTE EXPERIMENTO ESTÁ DISEÑADO PARA PONER EN PRÁCTICA EL USO CORRECTO DEL MATERIAL VOLUMÉTRICO

1. Permita que una pequeña cantidad de permanganato de potasio,  $KMnO_4$ , salga de la botella de reactivo comercial dándole golpecitos suaves contra un pedazo doblado de papel o un vaso de precipitado pequeño limpio.  
LOS REACTIVOS NUNCA DEBEN DEVOLVERSE A LAS BOTELLAS ORIGINALES YA QUE PODRÍA CONTAMINAR TODO EL CONTENIDO. EVITE USAR UNA ESPÁTULA DENTRO DE LA BOTELLA. RETIRE UNA PEQUEÑA CANTIDAD SIEMPRE QUE SEA POSIBLE EN LA FORMA COMO SE ACABA DE EXPLICAR.
2. Tare un vaso de precipitado limpio de 50 mL en una balanza. Agregue alrededor de 0.4 g de  $KMnO_4$  al vaso de precipitado. NUNCA TRANSFIERA REACTIVOS DENTRO DE LAS BALANZAS ANALÍTICAS
3. Disuelva el permanganato de potasio en aproximadamente 20 mL de agua destilada, agite suavemente para evitar pérdidas. Esta solución está próxima a la saturación por lo que se requiere cierto cuidado para disolver completamente los cristales.
4. Transfiera *cuantitativamente* la solución a un balón volumétrico de 100 mL usando un pequeño embudo. Para prevenir que la solución se derrame fuera del vaso de precipitado, vierta la solución a lo largo de una varilla de vidrio que toque las paredes del vaso. Si lo necesita, pida a su profesor que le muestre cómo hacerlo. Agregue más

agua al vaso de precipitado, agite, y repita el procedimiento. Note la cantidad de agua que se requiere para transferir *cuantitativamente* la solución del vaso de precipitado al balón. Finalmente, enjuague las últimas porciones de solución de la varilla de vidrio con un chorrito de agua destilada de la piceta. Enjuague el embudo y retírelo. Cuidadosamente agregue agua destilada hasta enrasar la solución. Si tiene dudas sobre cómo debe estar situado el menisco respecto a la línea de aforo pregunte a su profesor o técnico de laboratorio.

5. Tape, invierta, y agite el balón. Regréselo a la posición vertical, y permita que la burbuja de aire retorne completamente al tope del cuello del balón. Repita hasta que la solución esté completamente homogénea; alrededor de 10 inversiones con agitación se requerirán.

---

### TERCERA PARTE

### MANEJO Y CALIBRACIÓN DE LA PIPETA

LA CALIBRACIÓN DE UNA PIPETA ANALÍTICA ES RELATIVAMENTE UN PROCEDIMIENTO SENCILLO. LA TÉCNICA CORRECTA ES FÁCIL DE APRENDER CON PRÁCTICA, CUIDADO, Y ATENCIÓN A LOS DETALLES. ES UNA TÉCNICA MANUAL QUE DEBE SER APRENDIDA.

1. Para este experimento usted necesitará: una pipeta, un matraz de 50 mL con tapa, aproximadamente 400 mL de agua destilada a temperatura ambiente y un termómetro.
2. Limpie la pipeta. Para limpiar las pipetas normalmente es suficiente con dejar fluir una solución jabonosa dentro del bulbo de la pipeta, mojar las paredes internas y agitar el jabón. Si eso no funciona, sumerja completamente la pipeta en agua jabonosa toda la noche o más. Usted debe limpiar las pipetas, buretas y cualquier otro material volumétrico de vidrio, de manera que no queden gotas de líquido en las superficies internas cuando se drene. Esto es muy importante para obtener resultados correctos y reproducibles. Si quedan gotas sobre las paredes, obviamente usted no está descargando el volumen nominal indicado en la pipeta..
3. Pese el matraz y su tapa y anote el valor de la masa con una precisión cercana a 0,1 mg. No toque el matraz con los dedos después de pesado. Manejélo con pinzas o use guantes.
4. Lea y anote la temperatura del agua.
5. Tome 10 mL de agua destilada con la pipeta, siguiendo el procedimiento que se describe a continuación. Es el procedimiento correcto y que permite estar seguro de que el

volumen descargado corresponde a la medida nominal de la pipeta.

- a. Llene la pipeta con el líquido de interés (en este caso agua destilada) más allá de la línea de aforo o de calibración.
- b. Vacíe la pipeta hasta que el líquido alcance la línea de aforo.
- c. Toque la punta de la pipeta con una superficie de vidrio para remover la gota adherida que probablemente está presente.
- d. Incline la pipeta mientras la manipula y posiciona adecuadamente respecto al matraz donde descargará el volumen deseado. Esto evitará pérdida de muestra por posibles derrames.
- e. Vacíe completamente la pipeta dentro del matraz. Espere entre 20-30 segundos (durante este tiempo, la película del líquido continúa drenando), luego toque la punta de la pipeta con la pared interna del cuello del matraz. NO SOPLE el líquido remanente.

Usted posiblemente encontrará pipetas en los que si es necesario soplar para vaciarla completamente. Estas pipetas se identifican con las siglas TC ("to contain", para contener) en vez de TD ("to deliver", para descargar).

6. Vuelva a tapar el matraz, péselo, y anote la masa del matraz con tapa y con el agua en su interior.
7. Agregue una segunda pipeta de agua al matraz, SIN BOTAR LA PRIMERA ALÍCUOTA QUE YA CONTIENE EL MATRAZ. Tápelo de nuevo, péselo y anote el valor. Repita el procedimiento completo, desde el punto 3 para un mínimo de cuatro lecturas cuyos valores no se alejen en más de 0.02 g para todas las lecturas.
8. Corrija la *masa aparente* de las alícuotas por el efecto de suspensión que ejerce el aire atmosférico, para obtener la *masa real* como se describe más adelante. Luego calcule el *volumen real* de la pipeta usando la densidad del agua a la temperatura de cada alícuota.
9. Reporte el "*volumen real*" promedio de su pipeta con la desviación estándar asociada.

#### Corrección por efecto de suspensión

El efecto de suspensión afectará los resultados si la densidad del objeto pesado difiere significativamente del peso de las referencias estándares que contiene la balanza electrónica en su interior. Este error se debe a la diferencia en la fuerza de suspensión que ejerce el aire sobre el objeto y sobre los pesos de referencia. La corrección se hace de la siguiente manera:

$$m_{corregida} = m_{observada} + m_{observada} \left[ \left( \frac{d_{aire}}{d_{objeto}} \right) - \left( \frac{d_{aire}}{d_{pesos}} \right) \right]$$

Donde  $m$  es la masa en gramos de los valores corregidos y los observados originalmente del objeto pesado, en este caso, el agua destilada, y  $d$  es la densidad en  $\text{g}/\text{cm}^3$  del aire, del objeto, y de los pesos.

Si no se trata de un trabajo donde se requiera gran exactitud, esta corrección es despreciable para los sólidos y líquidos de densidad mayor a  $2 \text{ g}/\text{cm}^3$ . La corrección por suspensión es necesaria solamente para las medidas que requieran la más alta exactitud, para gases o para sólidos y líquidos de baja densidad.

La densidad de los pesos usados en una balanza electrónica de un solo plato oscila entre  $7.8$  a  $8.4 \text{ g}/\text{cm}^3$ , dependiendo de la composición de los pesos. Un valor de  $d_{\text{pesos}} = 8 \text{ g}/\text{cm}^3$  es adecuado para la mayoría de los trabajos. Use  $d_{\text{aire}} = 0.0012 \text{ g}/\text{cm}^3$  a temperatura y presión ambiental.

---

#### CUARTA PARTE

#### USO Y LECTURA ADECUADA DE UNA BURETA

LA MAYORÍA DE LAS BURETAS TRABAJAN CON VÁLVULAS DE TEFLÓN, QUE NO REQUIEREN LUBRICANTES. LA TENSIÓN O FUERZA CON QUE SE INSTALAN LAS VÁLVULAS SE INCREMENTA HASTA QUE EL AJUSTE SEA LO SUFICIENTEMENTE SEGURO PARA PREVENIR PÉRDIDAS POR FUGA. *LAS VÁLVULAS DE TEFLÓN DEBEN GUARDARSE LIBRES DE TENSIÓN.*

TODAS LAS VÁLVULAS DE LAS BURETAS ESTÁN DISEÑADAS PARA SER OPERADAS CON LA MANO IZQUIERDA, DE MANERA QUE LA MANO DERECHA ESTÉ LIBRE PARA AGITAR LA MEZCLA REACCIONANTE CONTENIDA EN EL MATRAZ. LA ESCALA DE LA BURETA DEBE ESTAR FRENTE AL OPERADOR, QUEDANDO POR LO TANTO, LA VÁLVULA A SU DERECHA.

1. Lave tres veces la bureta con porciones de 3-4 mL del líquido con el que la va a llenar posteriormente (en este práctica será agua destilada).
2. Llene la bureta por encima de la marca de lectura de 0 mL con agua destilada. Asegúrese que no hay burbujas de aire atrapadas en la punta. Si es el caso, abra rápidamente y cierre la válvula varias veces hasta que las burbujas hayan sido desplazadas sacando de esta manera el aire.
3. Deje salir cierta cantidad de agua de la bureta hasta alcanzar un nivel de líquido en su interior entre 0 y 1 mL. No trate de “enrasar” la bureta en 0.00 mL exactamente, es una pérdida de tiempo. La lectura inicial o el “cero” de la bureta es siempre alguna lectura finita distinta de cero.
4. Espere al menos de 20-30 segundos antes de tomar la lectura inicial o “cero” de la bureta. Tome nota de esa lectura inicial.

5. Ahora, descargue 5 mL en un matraz volumétrico de 250 mL. Espere al menos 30 segundos y tome la “lectura final”. (La cantidad de solución en el matraz volumétrico es igual a la diferencia entre la lectura final y la lectura “cero”). Tome nota de la lectura final y pídale al técnico de laboratorio o al profesor que haga lo mismo. Compare las dos lecturas, ellas deben coincidir en 0.01 mL. Reporte el volumen descargado con su error respectivo.
  6. Llene de nuevo la bureta y tome una nueva lectura “cero”. Descargue 30 gotas al matraz volumétrico y tome la lectura final. Calcule el volumen promedio de una gota. Repita el procedimiento pero descargando ahora 40 gotas y calcule de nuevo el volumen promedio de una gota. Compare ambos resultados. Ahora practique agregando “media-gota” al matraz. Calcule el volumen promedio de esa “media-gota”. Reporte los valores de volumen promedio con su error respectivo.
-