

5.3

PRÁCTICAS PARA COMPRENDER OS EXPERIMENTOS
BÁSICOS DA QUÍMICA

As valoracións ácido-base e redox constitúen un método para medir cuantitativamente a concentración dunha disolución problema. Neste caso imos determinar a concentración en ácido etanoico dun vinagre comercial, a concentración en carbonato de calcio das cunchas de mexillón, preparar indicadores ácido-base naturais e valorar a materia orgánica dunha auga por reacción redox co permanganato potásico

DETERMINACIÓN DO GRAO DE ACIDEZ DUN VINAGRE

OBXECTIVO

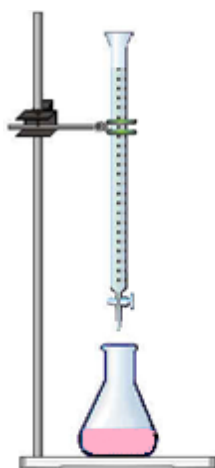
Determinar a concentración de ácido acético dunha mostra de vinagre utilizando unha valoración ácido-base.

Estudar unha reacción de neutralización.

INTRODUCCIÓN

O vinagre que se vende no mercado é de moi variada calidade e pode ser de sidra ou branco (destilado). O primeiro faise por fermentación do azucre da sidra; durante este proceso fórmase primeiramente alcohol, que por fermentación oxidante se converte en ácido acético. O vinagre de sidra deixa un residuo por evaporación. O vinagre branco obtense por oxidación do alcohol vínico; é incoloro e case non deixa residuo por evaporación. Un índice da calidade dun vinagre é a súa acidez, que vén dada pola concentración de ácido acético que contén, expresada comercialmente en porcentaxe masa/volume (%m/v).

Para calcular a cantidade de ácido acético pódese utilizar unha valoración (ou volumetría) ácido-base. De xeito xeral, nun experimento de valoración unha disolución de concentración coñecida exactamente (disolución patrón) engádese de forma gradual dende unha bureta á disolución de concentración descoñecida, ata que a reacción química entre as dúas disolucións se complete. O punto final da reacción denomínase punto de equivalencia e pode observarse por algún cambio nalgunha propiedade no medio, como pode ser un cambio de cor.



Nesta práctica a valoración consiste en facer unha reacción de neutralización entre unha disolución da mostra de vinagre, que ten carácter ácido, e unha disolución de concentración coñecida dunha base (hidróxido sódico).

MATERIAL

- 1 bureta de 50 mL
- 1 funil de líquidos
- 1 matraz erlenmeyer de 250 mL
- 1 pipeta de 1 mL (ou unha pipeta graduada de maior volume)
- 1 matraz volumétrico de 100 mL
- 2 vasos de precipitados de 100 mL
- 1 vidro de reloxo
- 1 vareta de vidro

REACTIVOS

- NaOH 0,1 M previamente preparada
- Indicador de fenolftaleína ou de lombarda
- Vinagre

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Preparar previamente 100 mL de disolución de hidróxido sódico 0,1 M.

Botar disolución de hidróxido sódico na bureta ata o punto de rasamento, anotando o dato desa lectura.

Medir cunha pipeta 1 mL de vinagre e introduciilo nun matraz erlenmeyer de 250 mL. Engadir uns 100 mL de auga destilada para diluír a mostra e conseguir unha disolución moi debilmente coloreada. Botar 2 pingas de disolución do indicador fenolftaleína.

A continuación, xa se pode comezar coa valoración. Para isto, engadir, gota a gota, a disolución de NaOH dende a bureta ao erlenmeyer, axitando continua e suavemente, ata que a disolución adquira unha débil tonalidade rosa, que nos indicará o punto final da valoración.

Anotar o volume de NaOH utilizado. Repetir a valoración, e en caso de discrepancia entre os resultados, realizar unha terceira valoración.

CUESTIÓNS

1. Escribir a ecuación química correspondente á reacción de neutralización entre o ácido acético e o hidróxido sódico.
2. Calcular o grao de acidez do vinagre empregado, como concentración do ácido acético expresada en %m/v. Comparar o resultado obtido co valor indicado na etiqueta da botella de vinagre comercial.
3. Por que diferentes mostras de vinagre utilizadas no experimento teñen o mesmo, ou case o mesmo, contido en $\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2$?
4. Ten que ver o grao alcohólico dun viño co grao de acidez dun vinagre?

DETERMINACIÓN DE CARBONATO CÁLCICO EN PENSOS

OBXECTIVO

Determinar o contido de carbonato cálcico nunha mostra mediante un proceso de valoración ácido-base.

Comprender a importancia da valoración dos refugallos como recursos aproveitables.

INTRODUCCIÓN

O carbonato cálcico, calcaria, restos triturados das cunchas de bivalvos etc., que se empregan para achegar calcio nos pensos compostos, poden conter impurezas segundo a súa procedencia.

Un equipo de investigadores da Escola Politécnica de Lugo estuda o efecto que pode ter no solo e nos cultivos a cuncha de mexillón mesturada con xurro.

Os resultados deste proxecto poderían cambiar a valoración actual desa materia prima, que pasaría de ser un refugallo a un recurso aproveitable, e ademais moi moi abundante, xa que España é o primeiro produtor mundial de cuncha de mexillón.

A cuncha de mexillón pode neutralizar a acidez do solo causada polo xurro e, polo tanto, favorecer un maior crecemento das plantas. Galicia produce unhas 80.000 t de cuncha de mexillón por ano.

Nesta práctica imos determinar o carbonato cálcico presente en restos triturados de cunchas de bivalvos. En concreto tratarase o carbonato cálcico dun penso ou de cunchas de bivalvo cun exceso de ácido clorhídrico valorando a posteriori o exceso de ácido cunha disolución de sosa.

Podería facerse tamén esta determinación en pensos compostos.

MATERIAL

- Vaso de precipitados de 100 mL
- Vidro de reloxo
- Erlenmeyer de 100 mL
- Bureta
- Probeta de 25 mL
- Funil de vidro e papel de filtro
- Placa calefactora
- Soporte con aro
- Balanza

REACTIVOS

- HCl 1N ou 1M
- Indicador (fenolftaleína, etc.)
- NaOH 1N ou 1M

PROCEDEMENTO EXPERIMENTAL

Pésase un gramo de mostra previamente pulverizada e desecada a 100-110 °C ata peso constante. A continuación bótase nun vaso de precipitados xunto con 25 mL de HCl 1N. A mestura quéntase, pero sen ferver, co fin de expulsar o CO₂, tendo o vaso cuberto cun vidro de reloxo. A mestura resultante déixase arrefriar, e o residuo sólido elimínase por filtración a gravidade. O exceso de ácido clorhídrico da disolución que non reaccionou co carbonato cálcico valórase cunha disolución de NaOH 1N, engadindo unhas pingas de indicador.

CUESTIÓNS

1. Cal é a porcentaxe de CaCO₃ na mostra?
2. 1 mL de HCl equivale a 0,050045 g de CaCO₃. Deducir esta equivalencia.
3. Que reaccións teñen lugar no proceso? Cal é a técnica básica na que se fundamenta este experimento?
4. Que cantidade de calcio se está achegando con 10 kg deste penso?

BIBLIOGRAFÍA

- Garrido-Rodríguez, B.; Fernández Calviño, D.; Nóvoa Muñoz, J.C.; Arias Estevez, M.; Díaz-Raviña, M.; Álvarez Rodríguez, E.; Fernández-Sanjurjo, M.J.; Núñez Delgado, A. "pH-dependent copper release in acid soils treated with crushed mussel", *International Journal of Environmental Science And Technology*, vol. 10, nº. 5, 2013, pp. 983-994.

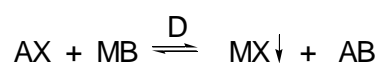
PRECIPITACIÓN E SEPARACIÓN DE CARBONATO CÁLCICO

OBXECTIVOS

Estudar unha reacción de precipitación e familiarizarse coa filtración ao baleiro, lavado e secado dun precipitado.

INTRODUCCIÓN

Cando dúas disolucións (AX e MB), que conteñen cada unha delas os compoñentes dun sal pouco soluble, reaccionan nun determinado disolvente (D), poden dar lugar á formación dun novo composto (MX) con moi baixa solubilidade no disolvente elixido, segundo a reacción:



Cando sucede tal proceso podemos falar dunha reacción de precipitación, na que o novo produto precipitado (\downarrow) se pode separar por filtración ou decantación e posteriormente secalo.

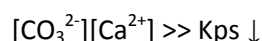
As reaccións de precipitación son importantes na industria, na medicina, na agricultura e na vida diaria. Por exemplo, a preparación de moitos reactivos industriais esenciais e compostos fertilizantes fundaméntanse en reaccións de precipitación. Tamén a formación dos nosos dentes ou ósos se basea en procesos deste tipo.

A técnica de precipitación emprégase para determinar calcio en pensos por precipitación coma oxalato cálcico (CaC_2O_4), nitróxeno cianamídico por precipitación con nitrato de prata (AgNO_3) ou determinación de fósforo en fertilizantes por precipitación como fosfomolibdato de quinoleína, entre outros.

Neste experimento prepararemos carbonato cálcico, aproveitando a súa baixa solubilidade en auga, por medio do proceso que se resume como:



Os sales cloruro cálcico e carbonato sódico son solubles en auga e, en disolución, están totalmente dissociados. Cando se mesturan, os ións presentes son: $\text{Na}^+_{(ac)}$, $\text{CO}_3^{2-}_{(ac)}$, $\text{Ca}^{2+}_{(ac)}$ e $\text{Cl}^-_{(ac)}$; posto que o carbonato de calcio é moi pouco soluble, cumprírase que:



MATERIAL

- 1 vidro de reloxo
- 1 vaso de precipitados de 250 mL
- 1 vasos de precipitados de 100 mL
- 1 probeta de 100 mL
- 1 funil Büchner e Kitasato
- Soporte con pinza
- Balanza
- 1 vareta de vidro
- 1 pipeta Pasteur
- 5 tubos de ensaio
- 1 placa calefactora
- 1 termómetro
- Estufa

REACTIVOS

- CaCl_2
- Na_2CO_3

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

En primeiro lugar pésanse 5 g de cloruro cálcico e disólvese en 100 mL de auga destilada, nun vaso de precipitados de 250 mL. A continuación, prepárase a disolución de carbonato sódico pesando 5,25 g deste sal e disolvéndoo en 50 mL de auga destilada, nun vaso de precipitados de 100 mL. Unha vez disolvidos ambos os sales, quéntase a primeira disolución ata uns 50 °C e engádeselle a segunda lentamente e remexendo, co que se produce a precipitación dun sólido branco.

Cando a mestura está a temperatura ambiente sepárase o carbonato cálcico precipitado mediante unha filtración ao baleiro. Lávase repetidas veces o precipitado con auga destilada e ensáianse periodicamente mostras do líquido que pinga do funil Büchner ata que non se observe turbidez ao engadir unhas pingas de disolución de nitrato de prata.

Recóllese o precipitado formado nun papel de filtro e sécase con coidado na estufa a 100-110 °C durante unha media hora. Cando o produto obtido arrefría, pébase e calcúlase o rendemento do proceso a partir do reactivo limitante pesado inicialmente.

CUESTIÓNS

1. Escribe a ecuación química desta reacción e completa o interrogante.
2. Cal é o reactivo limitante? Calcula o rendemento do proceso.
3. Partindo da ecuación que ten lugar, explica por que transcorre.
4. Que é un precipitado?
5. Por que é necesario lavar repetidas veces o precipitado de carbonato cálcico? Deberase lavar sempre calquera precipitado en xeral?
6. Por que hai que secar o precipitado na estufa antes de pesalo?
7. Se se quixera disolver o precipitado, que se faría? Engadiríase máis cloruro cálcico, carbonato sódico, ácido clorhídrico, axitaríase?

PREPARACIÓN DE INDICADORES NATURAIS

OBXECTIVO

Estudar o comportamento ácido-base dalgunhas substancias.

Utilizar distintos métodos de medida e estimación do pH como o papel indicador de pH.

INTRODUCCIÓN

Os alimentos cos que nos atopamos na vida cotiá son substancias coa súa propia química. Poden usarse para analizar outras substancias e para estudar que acontece con eles dentro do noso tubo dixestivo. Esta experiencia pretende amosar como a col lombarda pode ser utilizada para facer un indicador de pH natural e barato e construír unha escala de pH con el.

Un indicador é unha substancia que ten a particularidade de adquirir unha cor diferente segundo entre en contacto cun ácido ou cunha base.

A col lombarda posúe uns pigmentos (cianidina) que manifestan un cambio de coloración segundo o pH no que se atopan.

O extracto obtido tomará cores diversas en función do pH do medio desde o vermello para os máis ácidos ata azul, verde e amarelo en medios moi básicos.

MATERIAL

- Filtro (coador)
- Tubos de ensaio pequenos
- Papel de filtro
- Papel pH
- Col lombarda

REACTIVOS

- Vinagre
- Amoníaco doméstico
- Bicarbonato sódico
- Lixivia
- Xabón de tocador
- Deterxente
- Limón
- Xampú (pH neutro)
- Leite

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

1. Preparación do extracto indicador. Férvense 500 mL de auga destilada nun vaso co propósito de eliminar o osíxeno disolvido. A continuación engádense uns 200 g de col lombarda finamente cortada. Férvese durante uns 5-10 minutos.

Filtramos utilizando un simple coador ou un filtro de papel. O líquido obtido, de cor púrpura escuro, ímolo utilizar para explorar certas substancias ácidas e básicas. Se se desexa almacenar este extracto durante unha semana pódese engadir una décima parte de alcohol etílico e *gardar en botella escura*.

2. A continuación estudaremos cal é o comportamento deste indicador natural cando se enfronta a diferentes substancias.
3. Poñemos en tubos de ensaio uns 5 mL de indicador e engadimos unhas pingas da substancia que queremos analizar.
4. Homoxeneizamos lixeiramente as disolucións e observamos a cor. As substancias de natureza sólida débense disolver previamente nun pouco de auga destilada.
5. Repetimos a medición do pH de todas as substancias anteriores utilizando o papel indicador de pH.

CUESTIÓNS

1. Constrúe unha táboa coas substancias utilizadas, elabora un código de cores dos resultados utilizando o zume de col morada e verifica o pH utilizando papel indicador.

BIBLIOGRAFÍA:

- www.cienciafacil.com/Videoph.
- www.apccc.es/arch_apccc/actuaciones/pc2010/guadalquivir_indicadoresph.pdf.

DETERMINACIÓN DA CONTAMINACIÓN ORGÁNICA DUNHA AUGA POLA OXIDABILIDADE CON PERMANGANATO POTÁSICO

OBXECTIVO

Estudar a oxidabilidade dunha auga de subministración mediante valoración redox.

Poñer en práctica os concepto de oxidación-redución e as volumetrías redox.

INTRODUCCIÓN

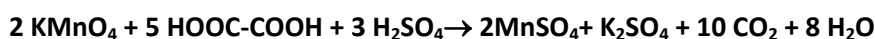
As augas naturais non son substancias puras, senón sistemas vivos moi complexos. Non son só auga, senón que levan sales disolvidos, osíxeno, dióxido de carbono, microorganismos, materia orgánica en suspensión etc.

Un dos factores que afectan á calidade dunha auga é o contido en materia orgánica. A estimación da contaminación orgánica é un problema complexo e delicado que precisa, debido á natureza moi diversa das materias orgánicas e dos seus estados de degradación, non unha proba única, senón un balance por comparación e complementación de diferentes análises con diferente grao de complexidade.

A oxidación da materia orgánica para dar dióxido de carbono e outros compostos, sabemos que consome unha certa cantidade do osíxeno disolvido na auga, que é renovado polo osíxeno do aire.

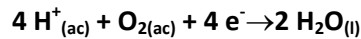
Unha das análises máis utilizadas para calcular, en certa medida, a cantidade de materia orgánica nunha auga é a da oxidabilidade con permanganato potásico. Este test convencional (recollido como “método oficial de análise físicoquímica para augas potables, BOE 1138/1990) permite apreciar o contido da materia orgánica, ó tempo que a presenza doutras posibles substancias reductoras nunha auga.

O método aquí proposto, que se basea na valoración das substancias presentes susceptibles de seren oxidadas polo permanganato potásico en condicións normalizadas, constitúe a parte final do procedemento recollido na metodoloxía oficial. Consiste en engadir permanganato en exceso á mostra, valorando o permanganato sobrante con oxalato, de forma que, por diferenza, se pode calcular a cantidade de permanganato que reaccionou coa materia orgánica presente na auga. A reacción que ten lugar no proceso é:

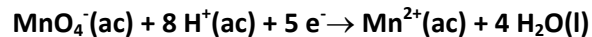


na que cada ión permanganato gaña $5 e^-$ e na que cada HOOC-COOH transfere dous e^- .

A materia orgánica da mostra exprésase como a cantidade de osíxeno que sería necesaria para oxidar a materia orgánica da mostra, segundo a reacción:



Tendo en conta que na reacción de oxidación redúcese o permanganato:



pódese concluír que cada mol de permanganato oxida a mesma cantidade de materia orgánica que 5/4 mol de osíxeno (1 mol de O_2 toma 4 electróns, 5 electróns corresponden a 5/4 mol de osíxeno). O resultado exprésase normalmente en mg de osíxeno por litro de auga, sendo 2,0 mg O_2/L un valor normal para unha auga de subministración e 5,0 mg O_2/L o valor máximo permitido).

Esta análise soe acadar valores similares ou lixeiramente superiores á DBO (demanda bioquímica de osíxeno), e inferiores (arredor da metade) á DQO (demanda química de osíxeno), que son empregados máis comunmente en estudos de efluentes industriais.

MATERIAL

- Erlenmeyer de 500 mL
- 2 Pipetas de 10 mL
- 2 Buretas de 50 mL
- Probetas de 10, 50 e 100 mL
- Placa calefactora
- Vidro de reloxo

REACTIVOS

- Auga destilada ultrapura
- Auga de subministración ou outra auga
- Disolución de permanganato potásico 0,01 N (= 0,002 M)
- Disolución de ácido sulfúrico diluído a 1/4 (4,5 M) da concentración comercial
- Disolución de ácido oxálico 0,01 N (= 0,005 M)

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Nun matraz erlenmeyer de 250 mL engádese unha mostra de 100 mL da mostra de auga que queremos analizar. Engádense sobre ela 5 mL do ácido sulfúrico comercial diluído a 1/4 (calcula a súa concentración), quéntase e cando comeza a ferver engádense 10 mL de permanganato potásico dende a bureta. Déixase ferver a mestura exactamente durante 10 minutos para destruír a materia orgánica da mostra. Entón engádense de golpe 10 mL de ácido oxálico (ou unha cantidade maior se fosen insuficientes para descolorar os 10 mL de permanganato potásico e que debe ser anotada en calquera caso), e posteriormente valórase o exceso de ácido oxálico co permanganato da bureta, que se engade moi lentamente ata coloración levemente rosada.

Da cantidade total (en mL) do permanganato potásico empregado neste ensaio, réstase os mL que reaccionaron co ácido oxálico engadido, que ten a mesma concentración normal ca do permanganato utilizado. Da diferenza entre estes volumes poderase deducir o número de moles de permanganato potásico consumidos para oxidar a materia orgánica dos 100 mL de auga da mostra.

O resultado expresarase en mg O₂/L (ou ppm), analizando se está dentro do intervalo permitido.

CUESTIÓNS

1. Calcula o valor da oxidabilidade (en g O₂/L de auga) da mostra estudada.
2. Cal é o peso equivalente redox do osíxeno neste proceso?
3. Cal é a cantidade de permanganato que reacciona coa materia orgánica, e que función ten aquí o permanganato potásico?

BIBLIOGRAFÍA

- **Métodos Oficiais de Análises segundo Real Decreto 140/2003 (BOE 21/2/2003.**

DETERMINACIÓN DE SO₂ TOTAL EN VIÑOS. MÉTODO RIPPER

OBXECTIVO

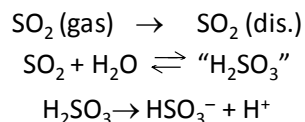
Determinar a concentración de SO₂ en viños, aplicando unha técnica de oxidación-redución, empregando iodo como oxidante (iodometría).

INTRODUCCIÓN

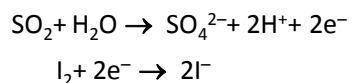
O dióxido de xofre, SO₂, pode ser prexudicial para a saúde cando se superan os 250 mg/L (ppm) de tolerancia ou 200 para viños de calidade preferente. É un gas irritante, pode ser causante de dor de cabeza ou xaquecas. Algúns derivados orgánicos dos sulfitos poden ser indutores dalgúns cancros.

A utilización de SO₂ en viños remóntase ao século XVII; esta práctica enolóxica coñécese co nome de "sulfitación". A presenza de SO₂ evita a oxidación, retarda a fermentación, é antiséptico e clarificador do mosto. Pode realizarse unha vinificación sen engadir SO₂, pero non en todas as partes do mundo; en Galiza por exemplo, onde o viño ten menos alcohol, é necesario engadir SO₂. Pequenas cantidades de SO₂ fórmanse por acción dos lévedos na fermentación, polo tanto a ausencia total de SO₂ no viño é excepcional, aínda que non se lle engada ao mosto.

O dióxido de xofre está en parte como gas (SO₂), bisulfito (HSO₃⁻) e sulfito (SO₃²⁻) constituíndo o chamado dióxido de xofre libre e o dióxido de xofre combinado. Esta distinción é importante para efectos prácticos xa que o dióxido de xofre con acción antiséptica é o libre, mentres que o combinado constitúe a reserva necesaria para a fracción libre. É dicir, as dúas formas están en equilibrio, sobre o que inflúe o pH e a temperatura. A menor pH e maior temperatura, maior proporción de dióxido de xofre libre.

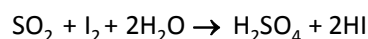
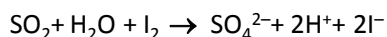


Para a determinación do SO₂ emprégase o método Ripper. Este baséase nunha valoración redox con I₂ como reactivo valorante en medio ácido e en presenza de amidón como indicador. Esta técnica analítica chámase iodometría.



$$\text{Pm} (\text{SO}_2) = 64 \text{ g/mol} \quad \text{Pe} = 32 \text{ g/eq}$$

$$\text{Pm} (\text{I}_2) = 254 \text{ g/mol} \quad \text{Pe} = 127 \text{ g/eq}$$



MATERIAL

- Matraz erlenmeyer de 500mL
- Bureta
- Pipetas de 5 e 50mL
- Matraz volumétrico de 100mL
- Probeta de 100 mL

REACTIVOS

- Hidróxido sódico 1 mol/L (1 N)
- Engrudo de amidón ao 1%
- Iodo 0,025 mol/LN (0,05M)
- Ácido sulfúrico diluído a 1/3 da disolución comercial

PROCEDEMENTO EXPERIMENTAL**Dióxido de xofre libre**

Nun matraz introdúcese 50 mL de viño, cunha pipeta seca ou lavada co propio viño, 5 mL de ácido sulfúrico e 1 mL de solución de amidón. Valórase coa solución de iodo 0,025 M (0,05 N) ata coloración azul que persista durante 15 s. No caso de viños tintos é necesario diluír a mostra con auga destilada e un erlenmeyer grande para observar mellor a viraxe do indicador. No caso de mostos sulfitados ou de viños cunha gran cantidade de SO₂ (> 300 mg/L) recoméndase diluír a mostra.

$$\text{SO}_2 \text{ libre, mg/L} = \frac{v(\text{mL}) \times 0,05\text{eq/L} \times 32\text{g/eq} \times 1.000 \text{ mg/g}}{50\text{mL}} = v \times 32$$

Onde v é o volume de iodo consumido na valoración (mL)

Dióxido de xofre total

Nun erlenmeyer introdúcese 25 mL de hidróxido de potasio 1 M e 50 mL de viño introducindo a punta da pipeta dentro do hidróxido de potasio para evitar a perda de SO₂ gas, tápase, axítase e déixase en repouso durante 15 min para realizar a hidrólise alcalina dos complexos entre o SO₂ e algúns compoñentes do viño como o acetaldehido. Pasado este tempo, engádense 10 mL de ácido sulfúrico, 1 mL da solución de amidón e valórase rapidamente coa solución de iodo ata a aparición da coloración azul persistente (15 s).

$$\text{SO}_2 \text{ total, mg/L} = \frac{v'(\text{mL}) \times 0,05\text{eq/L} \times 32\text{g/eq} \times 1.000 \text{ mg/g}}{50\text{mL}} = v' \times 32$$

v' = volume de iodo consumido na valoración (mL)

CUESTIÓNS

1. Calcular o contido de SO_2 no viño analizado expresado en ppm.
2. Por que debemos valorar en medio ácido?
3. Por que os viños conteñen SO_2 ?

BIBLIOGRAFÍA

- Diario Oficial de las Comunidades Europeas.
- Reglamento (CEE) Nº 2676/90 de la Comisión de 17 de septiembre de 1990 por el que se determinan los métodos de análisis comunitarios aplicables en el sector del vino. 123-130 (1990).
- García J. *Técnicas analíticas para vinos*. 3.5-3.10 (1990).
- Ripper M. J. *Prakt. Chem.* 46, 428 (1892).
- Ministerio de Agricultura, Pesca y Alimentación.
- *Métodos Oficiales de Análisis de Vinos y Mostos*. 2, 197-207 (1993).