Servicio Nacional de Aprendizaje SENA Centro de Gestión Industrial	**PRÁCTICA 3** **PREPARACIÓN Y ESTANDARIZACIÓN DE UNA SOLUCIÓN DE NITRATO DE PLATA Y DETERMINACIÓN DE CLORUROS POR EL MÉTODO MOHR**	Versión: 01

Nombre del ensayo	Preparación y estandarización de una solución de nitrato de plata y determinación de cloruros por el método Mohr.		
Programa	Técnico en análisis de muestras químicas		
Norma de Competencia	Analizar muestras según procedimientos implementados en el laboratorio		
Resultado de Aprendizaje	Preparar soluciones y reactivos de acuerdo con el protocolo de ensayo.		
Actividad de proyecto	Preparar reactivos y soluciones químicas de trabajo destinados a la ejecución de análisis fisicoquímico, según el protocolo de análisis y requerimientos del proyecto de formación.	Fase	Planeación

1. Discusión general

Los métodos volumétricos son aquellos en los cuales los resultados del análisis se obtienen a través de la medición de volúmenes de soluciones de concentración conocida que son consumidos por una cantidad conocida de muestra.

Una titulación consiste en el agregado lento desde una bureta de una solución patrón a una solución con el analito hasta que la reacción sea completa. El punto de equivalencia se alcanza cuando la cantidad de titulante es químicamente equivalente a la cantidad de analito presente en la muestra.

La volumetría de precipitación es similar al ácido – base, los cálculos de equilibrio se basan en el kps, como producto de la reacción se forma una sal poco soluble que precipita cuando se llega al punto de equivalencia, donde la concentración de la sustanciabuscada en la solución es mínima; en ese momento el indicador reacciona con el analito, detectándose de esta manera el punto final de la valoración.

Las reacciones de volumetría por precipitación más importantes se efectúan con nitratode plata como agente precipitante. Estos métodos que implican el uso de una solución valorada de nitrato de plata se llaman métodos argentométricos.

Los métodos analíticos utilizan tres indicadores, para las valoraciones por precipitación, que se han empleado con éxito, el método de Mohr utiliza ión cromato para precipitar el cromato de plata de color rojo ladrillo. El método de Volhard utiliza ión Fe3+ para formar un complejo colorido rojo con el ion tiocianato, SCN- y el método de Fajans emplea indicadores de adsorción.

El método de Mohr consiste en la determinación de halógenos utilizando como agente titulante de $AgNO_3$. El indicador es una sal soluble de cromato, que reacciona con el agente valorante, cuando todo el halógeno a precipitado entonces el primer exceso de Ag+ forma un precipitado de color rojo ladrillo, que es el cromato de plata indicando el punto final de la valoración. La titulación de Mohr se limita a las soluciones cuyo pH va de 7 a 10.

2. Objetivos

- Estandarizar una solución de $AgNO_3$ necesaria para la determinación de cloruros en una muestra problema.

- Reconocer las diferentes reacciones que se presentan en el momento de la precipitación del compuesto.
- Calcular la concentración de cloruro presente en la muestra problema, partiendo de los valores obtenidos experimentalmente.
- Adquirir mayor eficiencia a la hora de manejar los instrumentos empleados para el análisis volumétrico.

3. Tareas de aprendizaje

a) Observe el siguiente video: https://www.youtube.com/watch?v=m6t8Wvo9sGA&t=567s
b) Elabore un diagrama de flujo del procedimiento a ejecutar en la práctica de laboratorio.

4. Elementos de Protección Individual (EPI) y dispositivos de seguridad

- Bata larga de dril, color blanco, manga larga, de abotonar
- Gafas de seguridad o mono gafas
- Guantes de nitrilo
- Cofia
- Cabina de extracción
- Fuente lava ojos
- Ducha de seguridad
- Extintor multipropósitos

5. Condiciones de seguridad

a. Cuaderno de laboratorio con preinforme de la práctica.
b. Fichas de seguridad (FDS) antes de manipular cualquier sustancia química.
c. Use los elementos de protección personal (EPP) permanentemente mientras permanece dentro del laboratorio. No se retirelos EPP hasta que haya abandonado definitivamente el laboratorio.

6. Materiales

En grupos de trabajo llevar paños secantes o absorbentes, toalla pequeña, sharpin, cinta de enmascarar, leche líquida.

Los materiales relacionados en la tabla 1 **corresponden a un grupo de trabajo**. Organice grupos de trabajo de dos o tres aprendices.

Tabla 1. Materiales para el desarrollo de la práctica.

Material	Cantidad
Vasos de precipitados 100 ml	3
Vasos de precipitados 250 ml	2
Balones aforados de 100	2
Erlenmeyer de 250 ml	3
Varilla	1
Espátula	1
Bureta 25 ml	1
Frasco lavador	1

Pipeta aforada de 5 mL	1
Pipeta graduada de 5 mL	1
Pipeta graduada de 10 mL	1
Soporte universal	1

7. Reactivos

- Nitrato de plata ($AgNO_3$) 0,0141M
- Cloruro de Sodio (NaCl)
- Cromato de Potasio (K_2CrO_4) ***5%***

8. Instrumental

- Balanza analítica, con precisión de 0,0001 g.

9. Descripción de la práctica

a. Cálculos para la preparación de soluciones

Preparación 1000 mL de disolución de $AgNO_3$ 0,0141M

- Realice los cálculos para determinar la cantidad de soluto a medir.
- Pese la cantidad de masa obtenida en el punto anterior, en un vaso de precipitado y sin derramar ningún residuo fuera de este.

⚠ **Advertencia: SUSTANCIA ALTAMENTE OXIDANTE**

- Adicione una proporción de agua suficiente para disolver el contenido sólido y, posteriormente, transfiera el contenido al matraz aforado de 1L.
- Enjuague con agua el vaso de precipitado cuantas veces sea necesario para remover cualquier traza de reactivo que pueda quedar en el recipiente.
- Finalmente, complete con agua el volumen faltante hasta llegar a la afore y homogenice por inversión.

Preparación 250 mL de disolución de cromato de potasio 5%

- Realice los cálculos para determinar la cantidad de soluto a medir.
- Pese la cantidad de masa obtenida en el punto anterior, en un vaso de precipitado y sin derramar ningún residuo fuera de este.
- Adicione una proporción de agua suficiente para disolver el contenido sólido y, posteriormente, transfiera el contenido al matraz aforado de 250 mL.
- Enjuague con agua el vaso de precipitado cuantas veces sea necesario para remover cualquier traza de reactivo que pueda quedar en el recipiente.
- Finalmente, complete con agua el volumen faltante hasta llegar a la afore y homogenice por inversión.

b. Estandarización de una disolución de $AgNO_3$ 0,0141M con NaCl (realice este ensayo por triplicado).

$$AgNO_3 + NaCl \rightarrow AgCl\downarrow + NaNO_3$$

- Realice los cálculos para determinar la cantidad de estándar primario a pesar teniendo en cuenta que el volumen a gastar de nitrato de plata es de 15 mL.
- Pese el **NaCl** seco en un vaso de precipitado de 50 mL..

- Disuelva completamente en aproximadamente 20 mL agua tipo 1.
- Transfiera cuantitativamente a un Erlenmeyer de 150 mL.
- Adicione 1mL de solución de cromato de potasio.
- Titule con solución de nitrato de plata, hasta que la solución de cloruros se torne de color rojo ladrillo
- Registrar el volumen empleado en la titulación.
- Repita el procedimiento anterior dos veces más.
- Calcule el volumen promedio consumido para la estandarización del nitrato de plata.
- Determine la concentración estándar de la solución de nitrato de plata.

c. Determinación de cloruros en muestra de leche.

- Tome una alícuota de 10 mL de leche en un Erlenmeyer de 250 mL.
- Adicione 1 mL de solución de cromato de potasio.
- Titule con solución de nitrato de plata, hasta que la solución de cloruros se torne de color rojo ladrillo.
- Registre el volumen empleado en la titulación.
- Repita el procedimiento anterior dos veces más.
- Calcule el volumen promedio consumido para la valoración de cloruros en la muestra de leche.
- Determine la concentración de cloruros existente en la muestra.

10. Disposición de residuos

Recolecte los residuos de esta práctica en una jarra (si son líquidos), o en la caneca roja sin son sólidos. Para su disposiciónfinal, siga el procedimiento establecido en su Centro de Formación.
Si derramó residuos de nitrato de plata proceda a limpiar inmediatamente con peróxido de hidrogeno (H_2O_2) o luego lije la superficie según el grado de derrame.

11. Documentos de referencia

- Airez, G. (1968). Análisis Químico Cuantitativo. México D.F.: Editorial Harla.
- Fischer, R. B. (1971). Análisis Químico Cuantitativo. México D.F.: EditorialInteramericana.
- Orozco D., F. (1978). Análisis Químico Cuantitativo. México D.F.: Editorial Porrua.
- Oyola, R. (2006). uprh.edu. Recuperado el 20 de Abril de 2011, de Determinación de cloruro en una muestra por Método de Mohr: http://www1.uprh.edu/royola/Determinaci on_cloruro_Mohr.pd

GUÍA PARA EL REPORTE DE DATOS Y ANÁLISIS

Señor analista, determine la concentración existente de cloruros en una muestra de suero procedente de la empresa pedialyte.

12. Cálculos realizados para la preparación de las soluciones.

13. Cálculos realizados para determinar la cantidad de patrón primario a gastar en la estandarización.

14. Cálculos para determinar la concentración real de la solución preparada de nitrato de plata.

Tabla 2. Datos obtenidos para la estandarización de una solución $AgNO_3$, con el patrón primario de cloruro de sodio:

# Titulaciones	**Peso NaCl g**	**Volumen $AgNO_3$ mL**	**Concentración $AgNO_3$ (M)**
1			
2			
3			
Promedio concentración $AgNO_3$			

Con base en los datos registrados en la tabla 2, determine la concentración real de nitrato de plata (mostrar los cálculos).

Concentración de $AgNO_3$= _____ M

15. Cálculos para determinar la concentración de cloruros existentes en la muestra de leche.

# Titulación	Volumen leche (ml)	Volumen $AgNO_3$ (ml)	Molaridad Cl- en leche
1			
2			
3			
		Promedio	

Con base en los datos obtenidos, indique cuál es la concentración de cloruros existente en la muestra (*mostrar los cálculos realizados para el diligenciamiento de la tabla).*

16. Preguntas sobre la experiencia.

1. ¿Qué es una volumetría de precipitación?
2. Defina qué es un patrón primario y un patrón secundario. ¿Qué requisitos deben cumplir cada uno?
3. ¿Por qué es importante determinar la concentración de cloruros en la industria?, ¿qué industrias implementan estos ensayos?
4. ¿Qué norma técnica colombiana define los requisitos fisicoquímicos de la leche?
5. ¿Cuál es la concentración de cloruros aceptable para la leche pasteurizada en conformidad con la NTC consultada?
6. Con base en los datos obtenidos, ¿qué puede decir de la calidad de la muestra de leche? Cumple, No cumple, explique su respuesta con base en la norma.
7. ¿A qué se debe la formación de precipitado en las muestras valoradas con nitrato de plata? Explique su respuesta a partir de una reacción.
8. ¿A qué se debe el cambio de coloración de las muestras valoradas con nitrato de plata en presencia de dicromato de potasio? Explique su respuesta a partir de una reacción.
9. ¿Qué interferencias puede presentar la técnica implementada? Menciónelas.
10. ¿Qué otros métodos existen para la determinar cloruros? Describa cada uno.