Servicio Nacional de Aprendizaje SENA
Centro de Gestión Industrial
Programa de Articulación con la Media Plan de acción formación virtual

Institución Educativa: Colegio Nueva Roma IED
Instructor: Juan Carlos Cruz Ramírez
Programa de Formación: Técnico en Análisis de Muestras Químicas
Ficha: 1833640
Grado: Undécimo

DETERMINACIÓN DE CLORUROS POR EL MÉTODO MOHR /VOLHARD

OBJETIVO

GENERAL

Determinar la concentración de cloruros en una muestra acuosa mediante los métodos de Mohr y Volhard.

ESPECÍFICOS

Aplicar los principios teóricos de las volumetrías de precipitación mediante los métodos de Mohr y Volhard

MARCO TEORICO

En la precipitación intervienen equilibrios químicos heterogéneos, ya que están directamente relacionados con la existencia de dos fases:
- La fase líquida, disolución acuosa que contiene iones
- La fase sólida, compuesto químico de composición constante y fórmula conocida.

Las reacciones de precipitación se utilizan con tres fines diferentes en el laboratorio analítico:
1. Separación química: La separación física de distintos compuestos puede llevarse a cabo aprovechando la diferencia de solubilidad entre los compuestos sólidos.
2. Identificación de iones (Análisis químico cualitativo): La presencia de una determinada especie química puede ponerse de manifiesto por la aparición de un determinado compuesto sólido.
3. Análisis químico cuantitativo: Algunas reacciones químicas de precipitación son la base de procedimientos volumétricos para la determinación de ciertos aniones y cationes

El ion cloruro (Cl^-), es uno de los aniones inorgánicos principales en el agua natural y residual y los contenidos de cloruros de las aguas son variables y se deben principalmente a la naturaleza de los terrenos por donde corre. Habitualmente, el contenido de ion de cloruro de las aguas naturales es inferior a 50 mg/l, mientras que en el agua potable, el sabor salado producido por el Cl^- es variable y depende de la composición química del agua.

Los métodos del Mohr y Volhard son ejemplos de volumetrías de precipitación, en donde se mide el volumen de solución tipo, necesario para precipitar completamente un catión o anión del compuesto

que se analiza.

MÉTODO DE MOHR: El método se utiliza para determinar iones cloruro y bromuro de metales alcalinos, magnesio y amonio.

La valoración se hace con solución patrón de $AgNO_3$. El indicador es el ion cromato $CrO_4^{=}$, que comunica a la solución en el punto inicial una coloración amarilla y forma en el punto final un precipitado rojo ladrillo de cromato de plata, Ag_2CrO_4, que aparece cuando la precipitación de AgCl es completa Las reacciones que ocurren en la determinación de iones cloruro son:

$$Cl^- + Ag+ \rightarrow AgCl \downarrow (Precipitado\ blanco)$$

$$CrO_4^{=} + 2Ag^+ + \rightarrow Ag_2CrO_4 \downarrow (Precipitado\ rojo\ ladrillo)$$

La solución debe tener un pH neutro o cercano a la neutralidad. Un pH de 8,3 es adecuado para la determinación. La valoración de método de Mohr debe llevarse a cabo a valores de pH comprendidos entre 7 y 10, ya que a pH>10, el ión Ag+ precipita como AgOH antes que como Ag_2CrO_4 no detectándose el color rojo de indicación del punto final. Por otro lado, si pH<7, el Ag_2CrO_4 se solubiliza al protonarse los iones cromato.

La solución patrón de $AgNO_3$ se puede preparar por el método directo dado que el nitrato de plata es un reactivo tipo primario; con el objeto de compensar los errores en la precipitación del punto final se prefiere el método indirecto y la solución se valora con NaCl químicamente puro. Cuando la solución tipo se prepara por el método indirecto no es necesario el ensayo en blanco, porque el exceso empleado en la valoración de la sustancia problema se compensa con el empleado en la valoración del $AgNO_3$. Ver video explicativo experimental en https://www.youtube.com/watch?v=laT7Q4N3uQY

MÉTODO DE VOLHARD: Este método de titulación se usa para la determinación de plata y compuestos de plata, aniones que se precipitan con plata como Cl^-, Br^-, I^-, SCN^- y $AsO4^{-4}$. Una aplicación importante que tiene el método de Volhard, es la determinación y análisis del cloruro en medio ácido, ya que los haluros no pueden titularse en medio fuertemente ácido por el método de Mohr por ejemplo.

Para el caso de determinación de un anión, se acidula con HNO_3, se agrega un exceso de solución tipo de $AgNO_3$ para precipitar el anión y se valora por retroceso el exceso de Ag^+, con solución patrón de tiocianato de potasio; el indicador es el Fe^{+3}, que proporciona color rojo a la solución.

Las reacciones que ocurren en la determinación de iones cloruro son:

$$Ag + + Cl^- \rightarrow AgCl \downarrow$$

$$Ag + + SCN^- \rightarrow AgSCN$$

$$Fe^{+3} + SCN^- \rightarrow FeSCN^{+2}$$

MATERIAL

1 Pipeta aforada de 5 ml

1 Espátula
1 Pipeta aforada de 10 ml
1 Bureta de 25 ml
2 Matraces Erlenmeyer de 250 ml
1 Probeta de 50 ml
1 Agitador de vidrio
1 Frasco lavador
Papel indicador universal.

MATERIAL DEL APRENDIZ

Bata de laboratorio
Cofia
Guantes de nitrilo
Mono-gafas
Cinta de enmascarar
Marcador indeleble.

EQUIPOS

Balanza analítica.

REACTIVOS

Nitrato de Plata: Solución de $AgNO_3$ 0.01 N
Cromato de Potasio: Solución de al 5 %
Carbonato de Calcio: $CaCO_3$

METODO DE MOHR

PROCEDIMIENTO PREVIO

Valoración de la solución de $AgNO_3$, aproximadamente 0,01 N.

Secar una cierta cantidad de cloruro de sodio puro durante dos horas a 110 °C. Dejar enfriar en un desecador. Pesar 15,00 g de NaCl puro y seco, disolver en agua desionizada y diluir a 250,0 mL en un matraz aforado

$$[NaCl] = \frac{\frac{15g}{58.443\ g/mol}}{0.250\ l} = 1.027\text{M}$$

Tomar, con una pipeta adecuada, 5,00 mL de la disolución nº 1, pasarlos a un matraz aforado de 250,0 ml y diluir con agua desionizada hasta el aforo.

$$V_1N_1 = V_2N_2$$

$$[NaCl] = \frac{5ml * 1.027M}{0.250\ l} = 0.0205\text{M}$$

Preparar una solución de Nitrato de Plata 0.1M pesando alrededor de 1,70 g de nitrado de plata, para luego disolverlos en agua desionizada y diluirlos a 100,0 mL en un matraz aforado. Esta disolución se puede guardar en un bote de vidrio opaco para preservarla de la luz.

Para lograr una concentración más diluida (0.01M), tomar con una pipeta de 25 ml de la solución anterior y pasarlos a un matraz aforado de 250 ml y diluir con agua desionizada hasta el aforo.

Para preparar el indicador, disolver 5 g de cromato potásico en 100 ml de agua desionizada

Enrasar la bureta de 50 ml, asegurándose de que la punta inferior está llena de solución de Nitrato de Plata.

Tomar una alícuota de 10,00 ml de la disolución de cloruro sódico (0,0205 M) y llevarlos a un matraz Erlenmeyer de 250 mL. Diluir con 25 mL de agua desionizada medidos con una probeta y añadir como indicador 1 mL disolución de cromato de potasio al 5 % p/v. La disolución tomará color amarillo.

Comenzar a añadir nitrato de plata gota a gota sobre la disolución, agitando continuamente hasta que el color rojo que se forma por la adición de cada gota comience a desaparecer más lentamente.

En un segundo matraz preparar el ensayo en blanco añadiéndole 1 mL del indicador y el mismo volumen de agua desionizada que el que hay contenido en el primero (35 mL de agua desionizada más lo que se haya gastado de la disolución de nitrato de plata). Después, con la ayuda de una punta de espátula, añadir al ensayo en blanco suficiente carbonato cálcico libre de cloruro para que la turbiedad en ambos matraces parezca que es la misma. Continúa la valoración de la muestra problema hasta que tiene lugar un cambio débil, si bien marcado, motivado por la presencia de un vestigio de cromato de plata. Para asegurarse de que el punto final es permanente, mantener la agitación un minuto. Al ensayo en blanco se añade suficiente nitrato de plata, de manera que el color de los dos líquidos (blanco y problema) resulte exactamente igual. El volumen consumido en el ensayo en blanco se debe restar del consumido en el líquido problema

Determinar el volumen de $AgNO_3$, como el promedio de dos valoraciones que no difieran en más de 0.2 ml; calcule la normalidad de solución de nitrato de plata. El procedimiento de la valoración se hace del mismo modo con la muestra que con el blanco.

Calcular la normalidad:

$$V_1N_1 = V_2N_2$$

$$N_2 = \frac{V_1 * N_1}{V_2}$$

Donde:

V_1 = Volumen de la solución de NaCl
N_1 = Normalidad de la solución de NaCl
V_2 = Volumen de la solución de $AgNO_3$ gastado en la titulación
N_2 = Normalidad de la solución de $AgNO_3$

PROCEDIMIENTO

Cargar la bureta de 25 ml con la disolución de $AgNO_3$ obtenida anteriormente.
Introducir 100mL de agua del grifo medidos con una probeta en un matraz Erlenmeyer de 250 ml.
Medir el pH usando unas tiras indicadoras y se ajusta en torno a 8 utilizando $CaCO_3$
Adicionar 1mL de K_2CRO_4 y agitar.
Verter gota a gota hasta que observemos un cambio de color persistente rojo ladrillo durante 15-20 segundos.
Registrar el volumen de $AgNO_3$ gastado.
Repetir el proceso exactamente igual y promediar los volúmenes encontrados
Calcular la concentración de cloruros de la muestra.

CALCULOS

CLORUROS

$$\frac{meq}{l}\ de\ CO_3 = \frac{2\ V\ x\ N\ x\ 1000}{ml\ de\ muestra}$$

Donde:

V = ml de $AgNO_3$L gastados
N = normalidad del HCl usado

Reportar los resultados de las muestras juntos con los cálculos

METODO DE VOLHARD

PROCEDIMIENTO PREVIO

Valoración de la solución de KSCN aproximadamente 0.1N.

Calcular la normalidad:

$$V_1N_1 = V_2N_2$$

$$N_2 = \frac{V_1 * N_1}{V_2}$$

Donde:

V_1 = Volumen de la solución de NaCl
N_1 = Normalidad de la solución de NaCl
V_2 = Volumen de la solución de $AgNO_3$ gastado en la titulación
N_2 = Normalidad de la solución de $AgNO_3$

PROCEDIMIENTO

Verter 10mL de la solución tipo de nitrato de plata en un erlenmeyer de 250 ml
Agregar 15mL de agua destilada, 1 mL de HNO3 concentrado y 2 mL de nitrato férrico
Titular con la solución de tiocianato hasta que aparezca color rojo.

CALCULOS

CLORUROS

$$V_1 N_1 = V_2 N_2$$

$$N_2 = \frac{V_1 * N_1}{V_2}$$

Reportar los resultados de las muestras juntos con los cálculos

Valoración de la solución de KSCN con patrón de AgNO3

Realizar los mismos pasos de una titulación.

El indicador alumbre férrico nos permitirá ver un cambio de color al final de la titulación (rojizo) producto de la unión del hierro con el tiocianato.
También se observa un color blanco casi al inicio de la titulación, que corresponde a la formación de tiocianato de plata. Y luego un precipitado de color blanco al final de la titulación.

Reacciones:

$AgNO_3 + KSCN \longrightarrow AgSCN + KNO_3$

PRECIPITADO BLANCO

$FeNH_4(SO_4)_2 + 3KSCN \longrightarrow Fe(SCN)_3 + K_3NH_4(SO_4)_2$

ROJO

Finalmente observamos la formación del precipitado blanco y la solución pardo rojiza; como podemo ver en las fotografías.