

GUÍA DE LABORATORIO

Estandarización de Soluciones Volumétricas

HCl 0.5 M y NaOH 0.1 M (muestra problema)

| Parámetro | Detalle |
|-------------------|---|
| Asignatura | Química Analítica |
| Programa | Tecnología en Química Aplicada a la Industria |
| Tema | Análisis Volumétrico - Acidimetría y Alcalimetría |
| Duración estimada | 3 horas |
| Tipo de actividad | Estandarización + Determinación de muestra problema |

ESQUEMA GENERAL DE LA PRÁCTICA

| Etapas | Actividad | Quien la realiza |
|--------|--|--------------------|
| 1 | Preparar y estandarizar HCl 0.5 M con Na_2CO_3 | Docente / Aprendiz |
| 2 | Preparar y estandarizar NaOH 0.1 M con KHP | Docente / Aprendiz |
| 3 | Entregar NaOH como muestra problema secreta | DOCENTE |
| 4 | Titular la muestra problema con HCl estandarizado | APRENDIZ |
| 5 | Calcular la concentración real del NaOH problema | APRENDIZ |

1. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

1.1 Punto de Equivalencia vs Punto Final

En una titulación es esencial distinguir estos dos conceptos:

- **Punto de Equivalencia:** Punto TEÓRICO donde los moles del analito han reaccionado estequiométricamente de forma completa con el titulante. Se calcula, no se observa directamente.
- **Punto Final:** Punto OBSERVADO experimentalmente donde el indicador cambia de color, indicando que se debe detener la titulación.

La diferencia entre ambos genera el *error de titulación*:

$$\text{Error (\%)} = [(V_{\text{punto_final}} - V_{\text{punto_equiv.}}) / V_{\text{punto_equiv.}}] \times 100$$

Este error se minimiza eligiendo un indicador cuyo intervalo de viraje incluya el pH del punto de equivalencia.

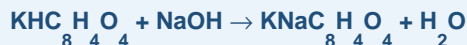
1.2 Indicadores y su Intervalo de Viraje

| Indicador | Rango pH | Medio básico | Medio ácido | Viraje (punto final) | Aplicación |
|-------------------|----------|--------------|--------------|-------------------------|--|
| Fenolftaleína | 8.2–10.0 | Rosa/Fucsia | Incoloro | Incoloro → Rosa pálido | Estandarización NaOH/KHP |
| Naranja de metilo | 3.1–4.4 | Amarillo | Rojo/Naranja | Amarillo → Rojo-Naranja | Estandarización HCl/Na ₂ CO ₃ y muestra NaOH |

■ **NARANJA DE METILO:** La solución en el erlenmeyer inicia **AMARILLA** (medio básico: Na₂CO₃ o NaOH). Al agregar HCl el pH baja y vira a **ROJO-NARANJA** en el punto final. El viraje es siempre **AMARILLO → ROJO/NARANJA**.

1.3 Miliequivalentes del KHP (Estándar primario para NaOH)

- Fórmula: KHC₈H₄O₄
- Peso Molecular (PM): 204.22 g/mol
- Protones cedidos (n = 1): cede exactamente 1 H⁺ por molécula
- Peso Equivalente (PE): 204.22 / 1 = 204.22 g/eq = 0.20422 g/meq



Como n = 1, moles y equivalentes coinciden, lo que simplifica los cálculos.

$$\text{meq de KHP} = \text{masa (mg)} / 204.22 \text{ (mg/meq)}$$

1.4 Cálculo de Normalidad en la Estandarización

$$N = g_{\text{estándar}} / (\text{mL}_{\text{titulante}} \times \text{PE}_{\text{estándar}})$$

Ejemplo con datos de pizarrón: g KHP = 0.2080 g, mL NaOH = 10.5 mL, PE = 0.20422 g/meq

$$N = 0.2080 / (10.5 \times 0.20422) = 0.2080 / 2.1443 = 0.0970 \text{ N}$$

1.5 Desviación Estándar (s) v RSD — Verificación de Precisión

$$s = \sqrt{[\text{SUM}(N_i - N_{\text{prom}})^2 / (n-1)]}$$

$$\text{RSD (\%)} = (s / N_{\text{prom}}) \times 100 \rightarrow \text{Aceptable si RSD} < 0.2\%$$

Procedimiento: (1) Calcular promedio. (2) Calcular desviaciones (N_i – N_{prom}). (3) Elevar al cuadrado. (4) Sumar y dividir entre (n–1). (5) Sacar raíz cuadrada. (6) Calcular RSD.

2. PREPARACIÓN Y ESTANDARIZACIÓN DE HCl 0.5 M

2.1 Preparación de 100 mL de HCl 0.5 M

| Propiedad HCl conc. | Valor |
|---------------------|-------------|
| Densidad | 1.19 g/mL |
| Riqueza | 37% |
| PM | 36.46 g/mol |
| N calculada | ~12.07 N |

Cálculo del volumen a tomar:

$$N_{\text{conc}} = (1190 \text{ g/L} \times 0.37) / 36.46 \text{ g/eq} = 12.07 \text{ N}$$

$$V_1 = (C_2 \times V_2) / C_1 = (0.5 \times 100) / 12.07 = 4.14 \text{ mL de HCl concentrado}$$

■ **SEGURIDAD:** Agregar SIEMPRE el ÁCIDO sobre el AGUA, nunca al revés. Usar guantes, bata y gafas.

Procedimiento:

- Colocar ~80 mL de agua destilada en matraz aforado de 100 mL
- Medir con pipeta aforada exactamente 4.14 mL de HCl concentrado
- Agregar el HCl lentamente sobre el agua
- Aforar a 100 mL con agua destilada y homogenizar

2.2 Estandarización del HCl con Na₂CO₃

- Fórmula: Na₂CO₃ | PM: 105.99 g/mol | n = 2 | PE: 52.99 g/eq = 0.05299 g/meq
- Secar a 105°C por 2 horas antes de usar



Masa de Na₂CO₃ a pesar (para gastar ~10 mL de HCl):

$$g \text{ Na}_2\text{CO}_3 = N_{\text{HCl}} \times V_{\text{HCl}}(\text{mL}) \times \text{PE} = 0.5 \times 10 \times 0.05299 = 0.2650 \text{ g}$$

Procedimiento de titulación:

- Pesar ~0.2650 g de Na₂CO₃ en erlenmeyer de 250 mL (por triplicado)
- Disolver en ~50 mL de agua destilada
- Agregar 2-3 gotas de Naranja de metilo → solución queda AMARILLA
- Llenar la bureta con la solución de HCl
- Titular hasta viraje de AMARILLO a ROJO-NARANJA (punto final)
- Registrar volumen gastado y repetir por triplicado

$$N_{\text{HCl}} = g_{\text{Na}_2\text{CO}_3} / (\text{mL}_{\text{HCl}} \times 0.05299)$$

| Titulación | g Na ₂ CO ₃ | mL HCl gastados | N calculada |
|------------|-----------------------------------|-----------------|-------------|
| 1 | 0.2648 | 9.98 | 0.5003 |
| 2 | 0.2655 | 10.01 | 0.5002 |
| 3 | 0.2650 | 10.00 | 0.5001 |
| Promedio | --- | --- | 0.5002 N |

Verificación: Calcular s y RSD. Si RSD < 0.2% → resultado aceptable.

3. PREPARACIÓN Y ESTANDARIZACIÓN DE NaOH 0.1 M

3.1 Preparación de 100 mL de NaOH 0.1 M

$$g \text{ NaOH} = M \times V(L) \times PM = 0.1 \times 0.100 \times 40 = 0.40 \text{ g}$$

- Pesar 0.40 g de NaOH en balanza analítica
- Disolver en agua destilada en vaso de precipitados
- Transferir cuantitativamente a matraz aforado de 100 mL
- Aforar a 100 mL con agua destilada y homogenizar

NOTA: Esta solución es APROXIMADAMENTE 0.1 M. La concentración exacta se determina por estandarización con KHP.

3.2 Estandarización del NaOH con KHP

- Fórmula: KHC₈H₄O₄ | PM: 204.22 g/mol | n = 1 | PE: 0.20422 g/meq
- Indicador: Fenolftaleína

Masa de KHP a pesar (para gastar ~10 mL de NaOH):

$$g \text{ KHP} = N_{\text{NaOH}} \times V_{\text{NaOH}}(\text{mL}) \times PE = 0.1 \times 10 \times 0.20422 = 0.2042 \text{ g}$$

Procedimiento de titulación:

- Pesar ~0.2042 g de KHP en erlenmeyer de 250 mL (por triplicado)
- Disolver en ~50 mL de agua destilada
- Agregar 2-3 gotas de Fenolftaleína → solución queda INCOLORA
- Llenar la bureta con la solución de NaOH
- Titular hasta viraje de INCOLORO a ROSA PÁLIDO PERSISTENTE (> 30 segundos)
- Registrar volumen gastado y repetir por triplicado

$$N_{\text{NaOH}} = g_{\text{KHP}} / (\text{mL}_{\text{NaOH}} \times 0.20422)$$

| Titulación | g KHP | mL NaOH gastados | N calculada |
|------------|--------|------------------|-------------|
| 1 | 0.2038 | 9.98 | 0.1000 |
| 2 | 0.2045 | 10.01 | 0.1001 |
| 3 | 0.2041 | 10.00 | 0.1000 |
| Promedio | --- | --- | 0.1000 N |

3.3 Cálculo de s y RSD — Ejemplo paso a paso

Datos: N₁ = 0.1000, N₂ = 0.1001, N₃ = 0.1000

$$N_{\text{prom}} = (0.1000 + 0.1001 + 0.1000) / 3 = 0.10003$$

| Titulación | Ni | Ni - N _{prom} | (Ni - N _{prom}) ² |
|------------|--------|------------------------|--|
| 1 | 0.1000 | -0.00003 | 0.0000000009 |
| 2 | 0.1001 | +0.00007 | 0.0000000049 |
| 3 | 0.1000 | -0.00003 | 0.0000000009 |
| Σ | --- | --- | 0.0000000067 |

$$s = \sqrt{(0.0000000067 / 2)} = 0.0000578$$

$$RSD = (0.0000578 / 0.10003) \times 100 = 0.058\% (< 0.2\% \text{ ACCEPTABLE})$$

4. DETERMINACIÓN DE LA MUESTRA PROBLEMA (NaOH)

4.1 Descripción de la actividad

El docente entrega a cada aprendiz una solución de NaOH de concentración DESCONOCIDA (muestra secreta). El aprendiz debe titular esta muestra usando el HCl previamente estandarizado para determinar su concentración real.

PARA EL DOCENTE: Preparar la solución de NaOH problema a una concentración distinta de 0.1 M (ej: 0.08 M, 0.12 M, 0.095 M) sin informar al aprendiz. El aprendiz deberá encontrar esa concentración.

4.2 Fundamento del cálculo

$$\begin{aligned} \text{meq} &= \text{meq} \\ N_{\text{NaOH}} \times V_{\text{NaOH}} &= N_{\text{HCl}} \times V_{\text{HCl}} \\ N_{\text{NaOH}} &= (N_{\text{HCl}} \times V_{\text{HCl}} \text{ gastados}) / V_{\text{NaOH}} \text{ tomado} \end{aligned}$$

4.3 Volúmenes de trabajo recomendados

Para gastar ~10 mL de HCl en la bureta (mayor precisión), tomar 50 mL de muestra:

$$V_{\text{HCl}} = (0.1 \times 50) / 0.5002 = \sim 10 \text{ mL} <- \text{RECOMENDADO}$$

4.4 Procedimiento de titulación de la muestra problema

- Tomar con pipeta volumétrica 50 mL de NaOH problema
- Colocar en erlenmeyer de 250 mL y agregar ~20 mL de agua destilada
- Agregar 2-3 gotas de Naranja de metilo → solución queda AMARILLA
- Titular con HCl 0.5002 N desde la bureta
- Detener al viraje de AMARILLO a ROJO-NARANJA
- Registrar el volumen gastado de HCl — Repetir por TRIPLICADO

4.5 Tabla de resultados del aprendiz

| Titulación | V NaOH (mL) | N HCl estand. | mL HCl gastados | N NaOH calculada |
|------------|-------------|---------------|-----------------|------------------|
| 1 | 50.00 | 0.5002 | _____ | _____ |
| 2 | 50.00 | 0.5002 | _____ | _____ |
| 3 | 50.00 | 0.5002 | _____ | _____ |
| Promedio | --- | --- | --- | _____ |

Tabla para cálculo de s y RSD:

| Titulación | Ni | Ni - N_prom | (Ni - N_prom) ² |
|------------|-------|-------------|----------------------------|
| 1 | _____ | _____ | _____ |
| 2 | _____ | _____ | _____ |
| 3 | _____ | _____ | _____ |
| Σ | --- | --- | _____ |

$$\begin{aligned} s &= \sqrt{[\text{SUM}(N_i - N_{\text{prom}})^2 / 2]} = \text{_____} \\ \text{RSD} &= (s / N_{\text{prom}}) \times 100 = \text{_____} \% \end{aligned}$$

Conclusión: La concentración real de la muestra problema de NaOH es N = _____ N

5. RESUMEN COMPARATIVO DE LA PRÁCTICA

| Parámetro | HCl 0.5 M | NaOH 0.1 M (estándar) | NaOH (muestra problema) |
|-------------------------|---|------------------------|-------------------------|
| Estándar primario | Na ₂ CO ₃ | KHP | N/A |
| PM del estándar | 105.99 g/mol | 204.22 g/mol | N/A |
| n del estándar | 2 | 1 | N/A |
| PE del estándar | 52.99 g/eq | 204.22 g/eq | N/A |
| Indicador | Naranja de metilo | Fenolftaleína | Naranja de metilo |
| pH punto equiv. | ~ 4.0 | ~ 9.1 | ~ 4.0 |
| Color inicial (erlenm.) | Amarillo | Incoloro | Amarillo |
| Viraje (punto final) | Amarillo → Rojo/Naranja | Incoloro → Rosa pálido | Amarillo → Rojo/Naranja |
| Preparación | 4.14 mL HCl conc. | 0.40 g NaOH | --- |
| g estándar/titulación | ~0.2650 g Na ₂ CO ₃ | ~0.2042 g KHP | --- |
| N obtenida (ejemplo) | 0.5002 N | 0.1000 N | Por determinar |
| Criterio RSD | < 0.2% | < 0.2% | < 0.2% |

6. FÓRMULAS CLAVE DE REFERENCIA RÁPIDA

| Fórmula | Expresión | Uso |
|---------------------|--|---------------------------------|
| Normalidad estand. | $N = g / (mL \times PE)$ | Calcular N exacta del titulante |
| Punto equivalencia | $N_{\text{muestra}} = N_{\text{titulante}}$ | Relacionar titulante y analito |
| Miliequivalentes | $meq = g / PE$ | Convertir masa a equivalentes |
| N muestra problema | $N_m = (N_t \times V_t) / V_m$ | Calcular concentración muestra |
| Desviación estándar | $s = \sqrt{\text{SUM}(x_i - \bar{x})^2 / (n-1)}$ | Medir dispersión entre réplicas |
| RSD | $RSD(\%) = (s / \bar{x}) \times 100$ | Verificar precisión (< 0.2%) |
| Dilución | $C_m V_m = C_n V_n$ | Preparar soluciones diluidas |

Recuerde: precisión, limpieza y seguridad son la base del buen químico analítico.