Código del Ensayo	**QAI-ATI-007**		
Nombre del ensayo	Titulaciones ácido-base (Estandarización de soluciones)		
Programa	Química Aplicada a la Industria		
Norma de Competencia	Aplicación de técnicas instrumentales de análisis de acuerdo a los protocolos y naturaleza de la muestra		
Resultado de Aprendizaje	Cuantificar analitos según técnica analítica y requerimientos del ensayo		
Actividad de proyecto	Realizar ensayos y análisis físicos, químicos y microbiológicos a materia prima, producto en proceso y producto terminado	Fase	Ejecución

1. *Principios*

Se considera acidez total de un vinagre a la suma de todos los ácidos titulables, cuando el vinagre se lleva a pH 8,2 por adición de una disolución alcalina previamente valorada. Esta valoración es una acidimetría, más exactamente, un caso típico de valoración de un ácido débil con una base fuerte.

En el transcurso de la valoración, el ácido acético se va transformando en acetato de sodio, y éste a su vez, se hidroliza liberando iones OH^-, de tal manera que la disolución es ligeramente básica en el punto de equivalencia.

Esta valoración se puede ilustrar mediante las siguientes reacciones:

$$CH_3COOH + NaOH \rightleftharpoons CH_3COONa + H_2O \text{ (neutralización)}$$

$$CH_3COONa \rightleftharpoons CH_3COO^- + Na^+ \text{ (ionización)}$$

$$CH_3COO^- + H_2O \rightleftharpoons CH_3COOH + OH^- \text{ (hidrólisis)}$$

En las valoraciones de ácidos o bases débiles el punto final es menos abrupto que en las determinaciones efectuadas con ácido y bases fuertes. Como el pH en el punto de equivalencia es superior a 7, se recomienda el uso de la fenolftaleína cono indicador [1].

2. *Muestreo*

No aplica. Esta práctica se realiza con reactivos puros.

3. Materiales

a. Para el desarrollo de la práctica

Los materiales relacionados en la tabla 1 **corresponden a un grupo de trabajo**. Organice grupos de trabajo de dos o tres aprendices por grupo. Al solicitar los materiales, multiplique la cantidad de cada material por el número de grupos conformados.

Tabla 1. Materiales para el desarrollo de la práctica

Material	Cantidad
Frasco lavador	1
Vidrio de reloj	1
Agitador de vidrio	2
Microespátula	2
Vaso de precipitados de 50 mL	3
Erlenmeyer de 150 mL	3
Bureta de 25 mL, escala 0,05 mL, franja Schellbach	1
Pinza para bureta	1
Soporte universal	1
Vaso de precipitados de 100 mL	2
Matraz aforado de 100 mL	2
Pipeta Pasteur	2

b. Para la preparación de reactivos y disoluciones

Los materiales listados en la tabla 2 corresponden a los materiales adicionales, necesarios para que el instructor o un grupo de trabajo asignado por el instructor prepare los reactivos y las disoluciones de trabajo para todo el grupo. **NOTA**: Si desea que cada grupo de trabajo prepare sus propios reactivos y disoluciones, defina los materiales a utilizar y la cantidad.

Tabla 2. Materiales para la preparación de reactivos y disoluciones

Material	Cantidad
Espátula grande	1
Probeta de vidrio de 50 mL	1

4. Instrumental

- Balanza analítica, con precisión de 0,0001 g.
- Balanza de platillo externo.
- Horno de secado con control de temperatura o termobalanza.

5. 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

6. Condiciones de seguridad

a. Lea las fichas de seguridad (FDS) antes de manipular cualquier sustancia química.

b. Manipulación del hidróxido de sodio.

- **Indicaciones de peligro**. Sustancia muy corrosiva. Provoca quemaduras graves en la piel y lesiones oculares graves. En caso de contacto con los ojos, lávese inmediatamente con abundante agua y acuda a un médico. En caso de accidente o malestar, acuda inmediatamente al médico.
- **Consejos de prudencia**. Evite la inhalación de polvo. Evite el contacto con la sustancia. Asegure una ventilación apropiada. Use guantes de nitrilo y gafas de seguridad. **NUNCA** adicione agua sobre esta sustancia. Cuando se requiera disolver o diluir, adicione el hidróxido de sodio lentamente sobre el agua, con agitación constante. Realice esta operación dentro de cabina de extracción.

c. Manipulación del biftalato de potasio (KHP).

- **Indicaciones de peligro.** Esta sustancia no es clasificada como peligrosa según la legislación de la Unión Europea.
- **Consejos de prudencia**. Usar gafas de seguridad y guantes de nitrilo.

d. Manipulación de la fenolftaleína en disolución al 0,5% en etanol.

- **Indicaciones de peligro.** Puede provocar cáncer. Líquido y vapores inflamables. Provoca irritación ocular grave. Se sospecha que provoca defectos genéticos. Mantenga alejado de fuentes de calor. No respire los vapores.
- **Consejos de prudencia**. Use gafas de seguridad y guantes de nitrilo.

e. Manipulación del etanol.

- **Indicaciones de peligro.** Líquido y vapores muy inflamables. Provoca irritación ocular grave. Mantenga alejado de calor, de superficies calientes, de chispas, de llamas abiertas y de cualquier otra fuente de ignición.
- **Consejos de prudencia**. Evite el contacto con la sustancia. Asegurar una ventilación apropiada. Use gafas de seguridad y guantes de nitrilo.

7. Reactivos y preparación

Las cantidades de reactivos y disoluciones de trabajo relacionadas en este instructivo están calculadas para un total de 20 aprendices, organizados en 10 grupos de trabajo. Ajuste las cantidades según el número de aprendices de su grupo.

a. Agua desionizada tipo 1 y 2.

b. Biftalato de potasio (KHP), grado estándar primario.

c. NaOH grado R.A. en lentejas

⚠ [1]**Advertencia**

Riesgo de ceguera. Irritación y corrosión, tos, insuficiencia respiratoria, colapso, muerte.

d. Disolución indicadora de fenolftaleína 0,5% en etanol

- Pese 500 mg de fenolftaleína en un vidrio de reloj.
- Transfiera el contenido del vidrio de reloj a un vaso de precipitados de 100 mL que contenga 50 mL de etanol al 95%.

  ⚠ **Precaución**

  Mantenga el etanol lejos de fuentes de ignición y puntos de calor.
- Agite vigorosamente hasta disolución completa.
- Adicione 50 mL de agua tipo 1 y homogenice con agitador de vidrio.
- Rotule.

e. Etanol al 96%

⚠ **Advertencia**

Líquido y vapores muy inflamables. Provoca irritación ocular grave. Mantenga lejos de fuentes de ignición y puntos de calor.

8. Procedimientos

a. Preparación 100 mL de disolución de NaOH 0,1 N a partir del reactivo sólido

- Realice los cálculos para determinar la cantidad de soluto a pesar.
- Pese el NaOH en un vidrio de reloj.
- Transfiera el contenido del vidrio de reloj a un vaso de precipitados de 100 mL que contenga aproximadamente 50 mL de agua tipo 2.

  ⚠ **Precaución**

  Realice este procedimiento en cabina de extracción, usando gafas de seguridad y guantes de nitrilo.

  ⚠ **Advertencia**

  El NaOH libera gran cantidad de calor cuando entra en contacto con el agua. Adicione el NaOH lentamente sobre el agua, con agitación constante. Nunca, al contrario.

[1] ⚠ https://www.labelident.com/images/static_content/w00.jpg

- Disuelva completamente con agua tipo 2.
- Transfiera cuantitativamente a un balón (matraz) aforado de 100 mL.
- Lleve a volumen con agua tipo 2.
- Homogenice por inversión.
- Estandarice frente a KHP.
- Rotule.

b. Estandarización de una disolución de NaOH 0,1 N con KHP (realice este ensayo por triplicado)

- Realice los cálculos para determinar la cantidad de estándar primario a pesar.
- Pese el KHP seco en un vaso de precipitados de 50 mL.
- Disuelva completamente en aproximadamente 30 mL agua tipo 1.
- Transfiera cuantitativamente a un erlenmeyer de 150 mL.
- Adicione tres (3) gotas de disolución indicadora de fenolftaleína.
- Titule con disolución de NaOH hasta viraje del indicador de incoloro a rosado pálido.
- Registre el volumen de disolución de NaOH gastado.
- Calcule la normalidad de la solución de NaOH.



[2]**Aspectos a tener en cuenta.** Cuando considere que alcanzó el punto final de la titulación, agite la mezcla durante 30 segundos. El color rosado pálido debe permanecer durante este tiempo. Si el color rosado desaparece, continúe titulando hasta nuevo viraje a rosado pálido, estable por 30 segundos.

c. Determinación de la acidez total en un vinagre comercial (realice el ensayo por triplicado)

- Tome una alícuota de 2 mL de vinagre comercial.
- Transfiera cuantitativamente a un erlenmeyer de 150 mL.
- Adicione aproximadamente 30 mL de agua tipo 1.
- Adicione tres (3) gotas de disolución indicadora de fenolftaleína.
- Titule con disolución patrón de NaOH hasta viraje del indicador de incoloro a rosado pálido.
- Registre el volumen gastado.
- Realice los cálculos para determinar la acidez total en la muestra, según la normatividad.



Aspectos a tener en cuenta. Cuando considere que alcanzó el punto final de la titulación, agite la mezcla durante 30 segundos. El color rosado pálido debe permanecer durante este tiempo. Si el color rosado desaparece, continúe titulando hasta nuevo viraje a rosado pálido, estable por 30 segundos.

d. Determinación de la acidez total en un vinagre comercial por titulación potenciométrica

- Tome una alícuota de 2 mL de vinagre comercial.
- Transfiera cuantitativamente a un vaso de precipitados de 100 mL.

2  https://www.muywindows.com/wp-content/uploads/2009/12/buscar.jpg

- Adicione aproximadamente 50 mL de agua tipo 1.
- Coloque el vaso de precipitados con la muestra sobre una plancha con agitación magnética. Coloque el imán dentro de vaso de precipitados.
- Introduzca el electrodo del pH-metro dentro del vaso de precipitados. Asegúrese que la membrana del electrodo quede completamente sumergida en la disolución.
- Encienda la agitación magnética, evitando que el imán toque el electrodo.
- Adicione gota a gota la disolución patrón de NaOH desde la bureta al vaso de precipitados, tomando lecturas de pH cada 1,0 mL.
- Cuando llegue cerca del punto de equivalencia, tome lecturas de pH cada 0,5 mL. Realice este procedimiento hasta que el valor del pH salte a valores iguales o superios a pH 8,0.
- A partir de este punto, tome cinco lecturas más de pH, cada 1,0 mL adicionado.
- Construya la curva potenciométrica con los datos obtenidos.
- Realice los cálculos para determinar la acidez total en la muestra, utilizando el método de la primera y segunda derivada.

9. Formato para recolección de datos

Registre los datos derivados del ensayo en la tabla 3, siguiendo las recomendaciones de Buenas Prácticas de Laboratorio (BPL).

Tabla 3. Formato para registrar los datos derivados del ensayo

Preparación de una disolución de NaOH 0,1 N			
Masa de NaOH pesada (g)		Volumen a preparar (mL)	
Estandarización de una disolución de NaOH con KHP			
Masa de KHP pesada (g)		Volumen de NaOH gastado (mL)	
Masa de KHP pesada (g)		Volumen de NaOH gastado (mL)	
Masa de KHP pesada (g)		Volumen de NaOH gastado (mL)	
Determinación de la acidez total en un vinagre comercial			
Masa de vinagre pesada (g)		Volumen de NaOH gastado (mL)	
Masa de vinagre pesada (g)		Volumen de NaOH gastado (mL)	
Masa de vinagre pesada (g)		Volumen de NaOH gastado (mL)	

Tabla 4. Formato para registrar los datos derivados de la titulación potenciométrica

Volumen de NaOH	**pH**

10. Cálculos

Realice los cálculos para:

a. Preparación de 100 mL de disolución de NaOH a partir del reactivo sólido.
b. Estandarización de una disolución de NaOH con KHP.
c. Determinación de la acidez total del vinagre comercial.
d. Calcule el promedio, la desviación estándar y el coeficiente de variación de las tres (3) estandarizaciones y de las tres (3) valoraciones.
e. Determinación de la acidez total del vinagre comercial utilizando el método de la primera y segunda derivada.
f. Compare los resultados obtenidos por los dos métodos analíticos.

PROMEDIO

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^{n} x_i}{n}$$

DEVIACIÓN ESTÁNDAR

$$s = \sqrt{\frac{\Sigma(x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

COEFICIENTE DE VARIACIÓN

$$CV = \frac{S_x}{\bar{X}} \cdot 100$$

11. Disposición de residuos

Recolecte los residuos de esta práctica en una jarra, dentro del laboratorio. Para su disposición final, siga el procedimiento establecido en su Centro de Formación.

12. Documentos de referencia

[1] CASAS, J. y GARCÍA, T. *Técnicas de laboratorio químico 2.2. Análisis químico cualitativo y cuantitativo.* Ediciones Don Bosco. Barcelona, 1978. pp. 227.

[2] SKOOG, WEST, HOLLER y CROUCH. *Fundamentos de química analítica*. Editorial Thomsom. México, 2005. pp. 344, 345, 374.

[3] http://www.grupoprevenir.es/fichas-seguridad-sustancias-quimicas/0360.htm

[4] https://www.merckmillipore.com/INTERSHOP/web/WFS/Merck-CO-Site/es_ES/-/COP/ProcessMSDS-Start?PlainSKU=MDA_CHEM-106482&Origin=SERP

13. Anexos

Responsables de la logística: Grupo 1
Cabínas: *Mónica Silva*
Reactivos: *Diego Lara*
Material: *Valentina Paniza*
Balanzas: *Diego Lara*
Equipos: *Liz Moyano*
Mesones: *Liz Moyano*
Pocetas: *Mónica Silva*
Pisos: *Grupo1*