



Universidad de Bogotá JORGE TADEO LOZANO

LABORATORIO DE QUÍMICA ANALÍTICA E INSTRUMENTAL 502503

GUIA No 3.2- DETERMINACIÓN DE HIERRO Y SUSTANCIAS PECTICAS POR GRAVIMETRIA

I. EL PROBLEMA.

Determinar el contenido de hierro de una muestra de agua por medio del análisis gravimétrico. Y determinar el contenido de pectina en un material vegetal.

II. FUNDAMENTO TEORICO.

El análisis gravimétrico depende de medir un peso, para determinar la cantidad de analito en la muestra, la pureza química y la homogeneidad del material que se pesa es la limitante de la presión de los análisis gravimétricos. Los cuales, gracias a los avances tecnológicos, están en el orden de 1 parte por 10.000 o de 1 parte por 100.000.

Existen al menos dos formas de utilizar la masa como señal analítica, una de ellas, y la más lógica, es medir la masa del analito directamente en una balanza (ej: sólidos suspendidos), y a veces es más fácil eliminar el analito y usar el cambio de masa como señal analítica (ej: humedad).

Los métodos gravimétricos se pueden clasificar en:

- gravimetría de precipitación
- electrogravimetría
- gravimetría de volatilización o termogravimetría
- gravimetría de partículas

III. BÚSQUEDA DE INFORMACIÓN.

- Cómo se distribuye el hierro en la naturaleza? (abundancia)
- Cuáles son las reacciones que hacen parte del análisis gravimétrico de hierro?
- Explique la razón por la cual el precipitado de óxido férrico no puede ser calentado a temperaturas superiores a los 700°C y como esto influiría en el resultado final.
- Que es la pectina?
- Realice una ficha técnica de los siguientes reactivos: hidróxido de amonio, cloruro férrico y nitrato de plata.

IV. MATERIALES Y REACTIVOS.

Materiales por grupo:

- Dos vasos de precipitados de 250ml
- Un vaso de precipitados de 500ml

- Un erlenmeyer de 250ml
- Una pipeta aforada de 25ml
- Una probeta de 100ml
- Una varilla de vidrio
- Un tubo de ensayo
- Una placa calefactora
- Un aro con nuez
- Un embudo de vidrio
- Una hoja de papel de filtro cuantitativo
- Un crisol de porcelana mediano
- Un triangulo de porcelana.

Materiales y reactivos generales:

- Una pipeta graduada de 5ml
- Acido nítrico concentrado
- Acido clorhídrico 6N
- Etanol al 70%
- Etanol amoniacal
- Solución problema de hierro
- Solución de hidróxido de amonio al 10%
- Solución de nitrato de plata
- agua destilada
- mufla a 600°C
- Papel tornasol rojo
- Cáscaras de naranja
- Gasa
- Estufa a 60°C

V. PROCEDIMIENTO.

1. Determinación de hierro.

En un vaso de precipitados de 250ml adicione 25ml de la solución que contiene hierro medidos por medio de una pipeta aforada, luego con una probeta adicione 100ml de agua destilada y con una pipeta graduada adicione 1ml de ácido nítrico concentrado. Deje hervir la solución por unos cinco minutos con agitación constante.

Retire la solución de la llama y adicione lentamente y con agitación 40ml de la solución de hidróxido de amonio; compruebe con papel tornasol rojo que la solución este básica. Vuelva a hervir la solución con agitación constante por unos cinco minutos y deje enfriar y reposar.

Filtre la solución por medio de un papel de filtro cuantitativo (banda negra), primero pasando el sobrenadante y finalmente el precipitado, transfiriéndolo completamente. Lave el precipitado varias veces con agua caliente hasta fin de cloruros

La determinación de cloruros se realiza recogiendo algunas gotas de las aguas de lavado del precipitado en un tubo de ensayo y se adiciona dos gotas de nitrato de plata, la formación de un precipitado blanco es prueba positiva para cloruros.

Pase el papel de filtro con el precipitado a un crisol de porcelana previamente marcado, tarado y pesado, colóquelo directamente a la llama de un mechero para secarlo y eliminar el papel de filtro. Luego transfiera el crisol a una mufla para calcinar el residuo a una temperatura de 600°C por una hora (o hasta peso constante, no calcinar a mayor temperatura), colocar el crisol en un desecador hasta que se enfríe y pesar.

2. Determinación de pectina:

Material vegetal que puede utilizar: Cáscara de naranja (alveolo), cáscara de maracuyá (alveolo), guayaba no muy madura (pintona) o verde, mora no muy madura, manzana verde.

Pese 10g del material vegetal y colóquelos en un vaso de precipitados de 500ml. Agregue 100ml de agua destilada caliente o coloque a ebullición por dos minutos; deseche el agua en la cual se han disuelto las sales. Repita el lavado.

Agregue a la pulpa 100ml de agua destilada caliente y adicione gota a gota HCl 6N, agitando y controlando el pH con papel indicador universal, hasta alcanzar un pH 2. Observe el nivel del líquido, tape el vaso con un vidrio de reloj y coloque a ebullición por 15min. Si observa que se ha evaporado mucha agua, agregue agua caliente destilada hasta el nivel inicial y hervir unos tres minutos más.

Filtre sobre gasa, recoja el filtrado en un vaso de 250ml y lave el residuo unas cinco veces con 20ml (cada una) de agua caliente acidulada con HCl, ajustada a pH 2.0. Agregue al filtrado una cantidad de etanol del 70% cuyo volumen es 1,5 veces el volumen obtenido del filtrado, y agite con una varilla de vidrio para precipitar la pectina. (Si es necesario, concentre el filtrado por evaporación antes de adicionar el etanol).

Pese una gasa doble sobre un vidrio de reloj, filtre la pectina obtenida sobre ella y lave con dos porciones de 5ml de etanol-amoniaco para neutralizar el ácido que ha quedado en la pectina. Traslade la gasa al vidrio de reloj y se seca en la estufa a 60°C, dejar enfriar y pesar.

VI. TABLA DE DATOS.

Diseñe una tabla de datos apropiada, la cual debe estar en el cuaderno del laboratorio antes de comenzar con la práctica.

VII. PARA EL ANÁLISIS DE LA PRACTICA.

El informe debe contener entre otros aspectos:

- Datos y observaciones del experimento realizado
- Explique la razón de la adición de ácido nítrico concentrado a la solución de hierro, antes de proceder a la precipitación con hidróxido de amonio.
- Calcule la concentración de hierro en la solución problema, en las siguientes unidades de concentración: % (p/v) Fe ; % (p/v) FeCl₃ ; % (p/v) Fe₂O₃ ; M (FeCl₃)
- Cuál es la concentración máxima de hierro permitida para las aguas potables y las aguas de mar?
- Cuales son los requerimientos nutricionales de hierro en el humano y en que estado o condición se debe proveer?
- Calcule el porcentaje de pectina que contiene el alvéolo de la cáscara de naranja e investigue sus usos a nivel industrial.
- Revise de nuevo los objetivos de la práctica, evalúe si se cumplieron total o parcialmente y redacte unas conclusiones en donde exprese en forma explícita lo aprendido en esta práctica.

VIII. BIBLIOGRAFÍA.

- Estándar Methods for the examination of water and wastewater editado por Arnold E. Greenbers y otros. 1992. Publicado por Publication office American Public Health Association, 18th edición, U.S.A.
- Official methods of analysis of AOAC International. 1998. Editado por Patricia Conniff. Publicado por AOAC International, 16th edición, volumen 1 y 2, U.S.A.
- The Merck Index: an encyclopedia of chemical. Drugs and Biologicals. Budavari S. Guide for safety in the Chemical Laboratory.
- Rubinson, J; Rubinson, K. Química Analítica contemporánea. 2000. Pearson Educación. México.
- Skoog D.A, West D.M. 2000, Química analítica, séptima edición, Mc Graw Hill. México.