



ISSN 1988-6047 DEP. LEGAL: GR 2922/2007 N° 14 – ENERO DE 2008

## “EJEMPLO DE ANÁLISIS POR RETROCESO: DETERMINACIÓN DEL SULFATO DE AMONIO PRESENTE EN UNA MUESTRA COMERCIAL”

AUTORÍA <b>JOAQUÍN RUIZ MOLINA</b>
TEMÁTICA <b>CIENCIAS EXPERIMENTALES, QUÍMICA</b>
ETAPA <b>BACHILLERATO, FORMACIÓN PROFESIONAL</b>

### Resumen

En las asignaturas como Física y Química de 1º de bachillerato o la Química de 2º de Bachillerato, muchas veces, nuestros alumnos se encuentran con carencias en las aplicaciones de los conceptos teóricos en prácticas usuales en el laboratorio.

Además, en muchos momentos de su formación estos alumnos no alcanzan a comprender el significado de los estudios que están realizando, ni la utilización que pueden hacer de los conocimientos adquiridos en clase para realizar pequeñas investigaciones en las que plasmar dichos conocimientos.

Por otro lado, en la Formación Profesional Específica de la Familia Química los alumnos necesitan además de realizar la práctica, aplicar los conocimientos teóricos de la química, así como aplicar contenidos de la quimiometría para poder ofrecer un resultado coherente y claro en su futura labor profesional.

Esta práctica, sencilla y fácil de realizar en un laboratorio de Química, pretende acercar al alumno al trabajo habitual de un analista químico, y a los conceptos de valoraciones de neutralización por retroceso.



ISSN 1988-6047 DEP. LEGAL: GR 2922/2007 N° 14 – ENERO DE 2008

**Palabras clave**

Valoraciones de neutralización por retroceso, análisis de piensos.

**Ejemplo de valoración por retroceso:**

**Determinación de la riqueza de un sulfato amónico comercial.**

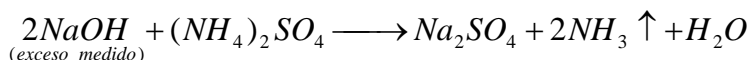
**1.- Objetivos**

- Determinar la riqueza de un sulfato amónico comercial.
- Familiarizarse con los cálculos que se hacen en para determinar la riqueza de una muestra por medio de volumetrías de neutralización por retroceso.
- Conocer las aplicaciones de las volumetrías de neutralización para determinar la cantidad de sales presentes en una muestra por previa transformación de la misma.
- Realizar los cálculos estadísticos necesarios para poder ofrecer un resultado con coherencia.

**2.- Fundamento.**

En esta práctica vamos a determinar la riqueza de un sulfato amónico comercial, en el que su etiqueta nos indica que es de calidad purísimo. Estos productos son productos que contienen la suficiente cantidad de impurezas para no ser considerados PRA, por lo que son productos para síntesis.

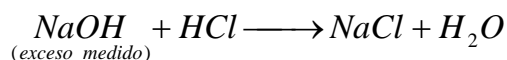
La técnica utilizada es válida para numerosa cantidad de sales, y es una volumetría por retroceso, valorando la cantidad de hidróxido sódico que hay en exceso una vez que se produce la reacción:





ISSN 1988-6047    DEP. LEGAL: GR 2922/2007    Nº 14 – ENERO DE 2008

Para ello, nos hemos asegurado de que todo el amonio haya desaparecido. Por lo que la reacción de neutralización será:



$$n^\circ \text{ eq bases} = n^\circ \text{ eq ácidos}$$

Como sabemos existen dos formas de realizar una volumetría de neutralización.

La más común es la de las valoraciones directas en las cuáles ponemos en contacto el agente valorante y la sustancia a valorar en un solo paso.

La segunda, es la que nosotros vamos a realizar en esta práctica, que son las valoraciones por retroceso. Este tipo de **valoraciones por retroceso** son aquellas en las que a veces hay que añadir un exceso de disolución patrón y después valorar ese exceso con un segundo patrón (retrovaloración).

En este caso, el punto de equivalencia correspondería al punto en el que el número de equivalentes de valorante inicial es igual al número de equivalentes de la muestra, más el número de equivalentes del valorante añadido en la retrovaloración.

Este procedimiento se podría usar para determinar la riqueza de abonos nitrogenados, y para cualquier sal en la que tengamos el catión amonio.

### 3.- Material.



Matraz aforado



Frasco lavador



Matraz Erlenmeyer



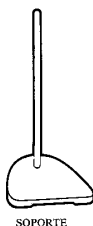
Pera de Richardson



Pipeta Pasteur



Pipeta graduada



SOPORTE



PINZA



Bureta



Trípode y rejilla



Mechero Bunsen



Vaso precipitados

### 13.4.- Reactivos.

- HCl como patrón secundario 0´1M.
- Fenoftaleína al 0´1% como indicador.
- NaOH como patrón secundario 0´1M.
- Anaranjado de metilo como indicador.
- Sulfato amónico reactivo.
- Agua destilada.



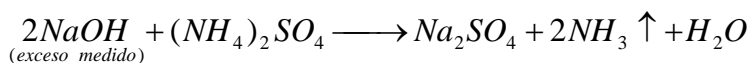
ISSN 1988-6047 DEP. LEGAL: GR 2922/2007 N° 14 – ENERO DE 2008

**13.5.- Procedimientos.**

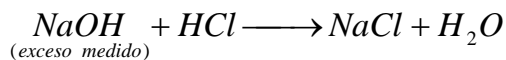
- 1.- Pesar 0´2000 g de sulfato amónico reactivo y disolverlo en unos 50 mL de agua destilada.
- 2.- Agregar 50 mL de disolución de NaOH patrón secundario 0´1 N, lo que constituye un exceso de álcali.
- 3.- Calentar suavemente para descomponer la sal amónica y proseguir la calefacción hasta que los vapores no den reacción alcalina con un papel pH, y hasta perder olor de amoníaco.
- 4.- Dejar enfriar y agregar unas gotas de fenoltaleína como indicador. El medio tomará color rosa por el exceso de base.
- 5.- Titular con HCl patrón secundario hasta desaparición de color.
- 6.- Anotar el volumen gastado.
- 7.- Repetir el proceso dos veces más.

**13.6.- Cálculos y resultados.**

- La reacción que tiene lugar durante el calentamiento de la mezcla es:



- La reacción que tiene lugar durante la valoración es la siguiente:



$$n^\circ \text{ equiv}NH_4^+ + n^\circ \text{ equiv}HCl = n^\circ \text{ equiv}NaOH$$

Peso eq NH<sub>4</sub> = 1 eq /mol

Peso molecular ácido (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> = 132´37 g/mol



ISSN 1988-6047 DEP. LEGAL: GR 2922/2007 Nº 14 – ENERO DE 2008

### 1º Valoración

Volumen gastado HCl = 13,7 mL factor HCl = 0,989

Masa  $(NH_4)_2SO_4$  = 0,2019 g factor NaOH = 0,952

$$n^{\circ} \text{ eq HCl} = 0,1 \frac{\text{eq}}{\text{L}} \text{HCl} \cdot 0,989 \cdot 13,7 \cdot 10^{-3} = 1,3411 \cdot 10^{-3} \text{ eq HCl}$$

$$n^{\circ} \text{ eq NaOH} = 0,1 \frac{\text{eq}}{\text{L}} \text{NaOH} \cdot 0,952 \cdot 50 \cdot 10^{-3} = 4,761 \cdot 10^{-3} \text{ eq NaOH}$$

$$n^{\circ} \text{ equiv } NH_4^+ = 4,761 \cdot 10^{-3} \text{ equiv NaOH} - 1,3411 \cdot 10^{-3} \text{ equiv HCl} = 3,4199 \cdot 10^{-3} \text{ equiv } NH_4^+$$

$$3,4199 \cdot 10^{-3} \text{ eq } NH_4^+ \cdot \frac{1 \text{ mol } NH_4^+}{1 \text{ eq } NH_4^+} \cdot \frac{1 \text{ mol } (NH_4)_2SO_4}{2 \text{ mol } NH_4^+} \cdot \frac{132,17 \text{ g } (NH_4)_2SO_4}{1 \text{ mol } (NH_4)_2SO_4} =$$

$$= 0,2063 \text{ g } (NH_4)_2SO_4$$

$$\% (NH_4)_2SO_4 = \frac{\text{g calculados}}{\text{g pesados}} \cdot 100 = \frac{0,2063 \text{ g}}{0,2019 \text{ g}} \cdot 100 = 102,11\%$$

### 2º Valoración

Volumen gastado HCl = 13,9 mL factor HCl = 0,989

Masa  $(NH_4)_2SO_4$  = 0,2022 g factor NaOH = 0,952

$$n^{\circ} \text{ eq HCl} = 0,1 \frac{\text{eq}}{\text{L}} \text{HCl} \cdot 0,989 \cdot 13,9 \cdot 10^{-3} = 1,3607 \cdot 10^{-3} \text{ eq HCl}$$

$$n^{\circ} \text{ eq NaOH} = 0,1 \frac{\text{eq}}{\text{L}} \text{NaOH} \cdot 0,952 \cdot 50 \cdot 10^{-3} = 4,761 \cdot 10^{-3} \text{ eq NaOH}$$

$$n^{\circ} \text{ eq } NH_4^+ = 4,761 \cdot 10^{-3} \text{ eq NaOH} - 1,3607 \cdot 10^{-3} \text{ eq HCl} = 3,4003 \cdot 10^{-3} \text{ eq } NH_4^+$$

$$3'4003 \cdot 10^{-3} \text{ eq } NH_4^+ \cdot \frac{1 \text{ mol } NH_4^+}{1 \text{ eq } NH_4^+} \cdot \frac{1 \text{ mol } (NH_4)_2SO_4}{2 \text{ mol } NH_4^+} \cdot \frac{132'37 \text{ g } (NH_4)_2SO_4}{1 \text{ mol } (NH_4)_2SO_4} =$$

$$= 0'2051 \text{ g } (NH_4)_2SO_4$$

$$\% (NH_4)_2SO_4 = \frac{\text{g calculados}}{\text{g pesados}} \cdot 100 = \frac{0,2051 \text{ g}}{0,2022 \text{ g}} \cdot 100 = 101,30\%$$

### 3º Valoración

Volumen gastado HCl = 13'8 mL

factor HCl = 0'989

Masa  $(NH_4)_2SO_4 = 0'2015 \text{ g}$

factor NaOH = 0'952

$$n^\circ \text{ eq } HCl = 01 \frac{\text{eq}}{\text{L}} HCl \cdot 0'9789 \cdot 13'8 \cdot 10^{-3} = 1'3509 \cdot 10^{-3} \text{ eq } HCl$$

$$n^\circ \text{ eq } NaOH = 01 \frac{\text{eq}}{\text{L}} NaOH \cdot 0'952 \cdot 50 \cdot 10^{-3} = 4'761 \cdot 10^{-3} \text{ eq } NaOH$$

$$n^\circ \text{ equiv } NH_4^+ = 4'761 \cdot 10^{-3} \text{ eq } NaOH - 1'3509 \cdot 10^{-3} \text{ eq } HCl = 3'4101 \cdot 10^{-3} \text{ eq } NH_4^+$$

$$3'4101 \cdot 10^{-3} \text{ eq } NH_4^+ \cdot \frac{1 \text{ mol } NH_4^+}{1 \text{ eq } NH_4^+} \cdot \frac{1 \text{ mol } (NH_4)_2SO_4}{2 \text{ mol } NH_4^+} \cdot \frac{132'37 \text{ g } (NH_4)_2SO_4}{1 \text{ mol } (NH_4)_2SO_4} =$$

$$= 0'2070 \text{ g } (NH_4)_2SO_4$$

$$\% (NH_4)_2SO_4 = \frac{\text{g calculados}}{\text{g pesados}} \cdot 100 = \frac{0,2070 \text{ g}}{0,2015 \text{ g}} \cdot 100 = 102,01\%$$

Media y coeficiente de variación.

$$\bar{x} = \frac{\sum x}{3} = 1018061 \approx 1018\% \quad (NH_4)_2SO_4 \qquad S = 0'440 \approx 0'4\% \quad (NH_4)_2SO_4$$

$$C.V. = \frac{S}{\bar{x}} \cdot 100 = \frac{0'440}{1018} \cdot 100 = 0'44\%$$

Valoración	Masa sal amónica (g)	V NaOH (mL)	V HCl (mL)	% $(NH_4)_2SO_4$
1º	0'2019	50'00	13'7	102'11
2º	0'2022	50'00	13'9	101'30
3º	0'2015	50'00	13'8	102'01
$\bar{x}$				<b>101'8</b>

**13.7.- Conclusión.**

- Nuestro resultado sale ligeramente superior al 100%, lo cual nos indica que está bastante próximo a lo que se esperaba.



### 13.8.- Observaciones.

1.- No pipetear directamente de las botellas, sino que lo hacemos desde un vaso de precipitados que tendremos correctamente rotulado. En el caso del NaOH debe de ser un vaso de precipitados de plástico.

2.- Cuando observemos que se va a producir el viraje de color, anotaremos el volumen gastado que indique la bureta y luego añadiremos 1 gota más de HCl para comprobar que se ha producido el viraje. Dejaremos como guía o testigo ese matraz Erlenmeyer para el resto de valoraciones de esta práctica.

3.- Calentamos el matraz hasta que observamos que el pH de los vapores era neutro con tiras de pH que sujetábamos encima del matraz con unas pinzas de madera para no quemarnos. Además, nos asegurábamos también oliendo los vapores que se desprendían, nunca directamente, sino con la mano. Si seguían oliendo a amoníaco significaba que todavía tenía que calentar un poco más.



4.- Poner los matraces a una llama lenta, es decir, una llama azul pero muy pequeña para no quemar la disolución ni tampoco perder una gran cantidad de agua.

5.- El indicador usado es la fenolftaleína al 0´1% (no necesitamos una concentración mayor porque el color se aprecia bien), que tiene un viraje de color entre 8´2 – 9´8 unidades de pH, es decir, vira de transparente (pH “ácido”) a rosado (pH “básico”).



ISSN 1988-6047    DEP. LEGAL: GR 2922/2007    Nº 14 – ENERO DE 2008

6.- Aunque el resultado de nuestro análisis sea un porcentaje mayor al 100%, si hubieran salido resultados por debajo del 100%, significaría que no hemos sido capaces de quitar todo el amoníaco que había. Porque al valorar con HCl, éste reacciona con todas las bases que haya en la disolución, indiferentemente que sea amoníaco o sea hidróxido sódico. Como estamos realizando una valoración por retroceso lo que nos interesa es sólo medir el exceso de NaOH. Otra razón por lo que el % sea inferior a 100 es que la sal esté impura.

#### Autoría

---

- Nombre y Apellidos: Joaquín Ruiz Molina
- Localidad: Granada
- E-mail: [jruizmolina@mixmail.com](mailto:jruizmolina@mixmail.com)