



Trabajo Práctico de Laboratorio

Titulación de Precipitación -Argentometría- Determinación de cloruros en Alimentos.

Objetivo: Adiestrar al estudiante en las técnicas volumétricas de análisis basadas en reacciones de precipitación.

I. Fundamentos Teóricos:

Los métodos volumétricos basados en la formación de un producto poco soluble (precipitado) se denominan *titulaciones de precipitación* y particularmente aquellas en las que el ión precipitante es el catión Ag^+ , titulaciones argentométricas. La aplicación más importante de estos métodos está referida a la cuantificación de haluros: Cl^- , Br^- , I^- , CN^- , en general.

El punto final en estas técnicas se determina usando un sistema de indicación apropiado, siendo dos, los tipos de indicadores que se emplean con mayor frecuencia.

1. **Indicadores que reaccionan con el titulante:** dan origen a dos métodos muy usados: a) Método de Mohr; b) Método de Volhard. En el primero se forma un segundo precipitado coloreado en el entorno del punto de equivalencia (precipitación fraccionada). En el segundo, se forma un complejo coloreado soluble en las proximidades del punto de equivalencia.

2. **Indicadores de adsorción:** la reacción se verifica en la superficie del precipitado, y el indicador existe en forma ionizada en la solución. El Método de Fajans usa un indicador de este tipo, la fluoresceína para cuantificar haluros a un $\text{pH} = 7$.

Método de Mohr

Se trata de un método directo para valorar haluros (cloruros y bromuros) mediante la adición de una solución estándar de AgNO_3 0,1 N y como indicador se emplea una solución soluble de cromatos, el K_2CrO_4 que imparte coloración amarilla a la solución problema.

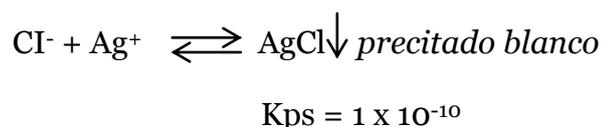


Lo que se pretende es que reaccionen en primer lugar los cloruros dando un precipitado blanco de AgCl (cloruro de plata) y que al consumirse éstos, el primer exceso de ión plata reaccione con el indicador dando un precipitado de Ag₂CrO₄ (cromato de plata) rojo, indicativo del final de la titulación.

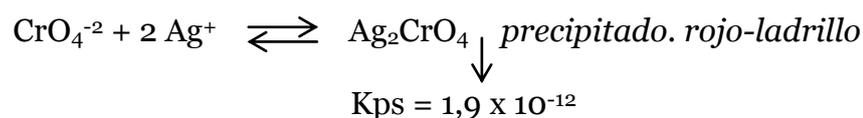
Los fenómenos que se producen en esta titulación pueden ser encuadrados en lo que conocemos como precipitación fraccionada. Si en una solución coexisten dos iones capaces de precipitar con el mismo reactivo, el hecho de que precipite en primer término uno u otro, será función no sólo del valor del producto de solubilidad de cada uno de los precipitados susceptibles de formarse, sino también de la relación de concentraciones de aquellos iones precipitables. Dicho de otro modo, no es cierto que precipite primero aquella sustancia de menor producto de solubilidad, sino la que satisfaga primero el valor de su constante del producto de solubilidad.

De lo anterior, resultará claro que si deseamos que el agregado de nitrato de plata produzca primero la precipitación de cloruro de plata, mientras que el precipitado de cromato de plata aparezca justamente una vez que se haya precipitado todo el ión cloruro deberá regularse convenientemente la concentración del indicador.

El método de Mohr permite la determinación de cloruros por el procedimiento directo, ya que precipitan los haluros correspondientes por adición de un cierto volumen de solución normalizada de AgNO₃:



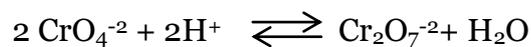
La solución problema que contiene al ión cloruro se ajusta a un pH entre 6,5 y 10 y se añade algo de K₂CrO₄ (cromato de potasio) que en concentraciones bajas actúa como indicador, señalando el punto final por la aparición permanente de un precipitado color rojo-ladrillo.



El intervalo del pH = 6,5 a 10 se explica así:



Para un valor inferior a 6,5 se inhibe la acción del indicador, puesto que el ión cromato es bastante soluble en soluciones ácidas transformándose en ión dicromato:



Por encima de un pH = 10 se precipita Ag_2O hidratado de color marrón café, antes de terminar la titulación.

El pH se regula añadiendo NaHCO_3 ó HNO_3 diluido, dependiendo del pH que presente la muestra.