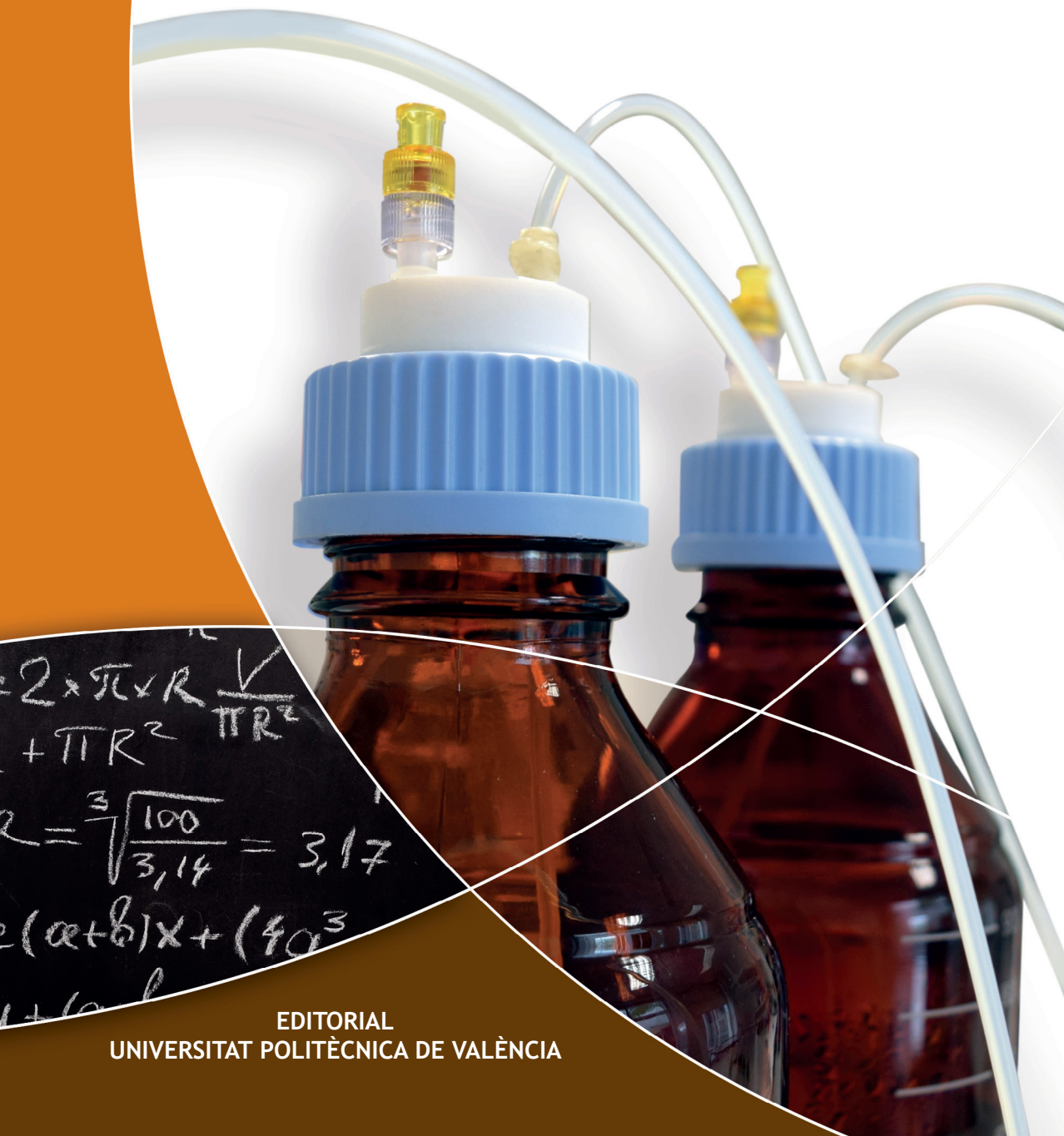


a  
acadèmica

# Análisis instrumental

## Manual de laboratorio

Carmen Gómez Benito  
Sagrario Torres Cartas



EDITORIAL  
UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE VALÈNCIA

Carmen Gómez Benito  
Sagrario Torres Cartas

# **Análisis instrumental**

## **Manual de laboratorio**

EDITORIAL  
UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE VALÈNCIA

Colección *Académica*

Los contenidos de esta publicación han sido revisados por el Departamento de Química de la Universitat Politècnica de València

Para referenciar esta publicación utilice la siguiente cita:

Gómez Benito, C. , Torres Cartas, S. (2017). *Análisis instrumental: manual de laboratorio*. Valencia: Editorial Universitat Politècnica de València

© Carmen Gómez Benito  
Sagrario Torres Cartas

© 2017, Editorial Universitat Politècnica de València  
*distribución:* [www.lalibreria.upv.es](http://www.lalibreria.upv.es) / Ref.: 0736\_04\_01\_01

Imprime: Byprint Percom, sl

ISBN: 978-84-8363-891-0  
Impreso bajo demanda

La Editorial UPV autoriza la reproducción, traducción y difusión parcial de la presente publicación con fines científicos, educativos y de investigación que no sean comerciales ni de lucro, siempre que se identifique y se reconozca debidamente a la Editorial UPV, la publicación y los autores. La autorización para reproducir, difundir o traducir el presente estudio, o compilar o crear obras derivadas del mismo en cualquier forma, con fines comerciales/lucrativos o sin ánimo de lucro, deberá solicitarse por escrito al correo [edicion@editorial.upv.es](mailto:edicion@editorial.upv.es).

Impreso en España

# Presentación

Este libro nace con una intención muy concreta, ser un texto de apoyo al trabajo experimental de la asignatura *Análisis Instrumental* que se imparte en el Grado en Ciencias Ambientales. Supone una revisión profunda del libro *Técnicas Instrumentales. Manual de laboratorio* publicado en esta editorial, que estaba pensado especialmente para los estudiantes de la licenciatura, y ahora se ve enriquecido al recoger la experiencia de las autoras en todo este tiempo.

Dada su naturaleza introductoria, el texto también será útil para cualquier estudiante que realice análisis cuantitativos básicos por primera vez. En él, los estudiantes encontrarán un abanico de prácticas de laboratorio que les permitirá adquirir experiencia en los análisis más habituales. Ello implica un conocimiento previo de los conceptos básicos de análisis químico, así como de las técnicas instrumentales más utilizadas.

Cada una de las prácticas descritas en este libro está estructurada en seis apartados: en primer lugar los objetivos que se pretenden alcanzar con el desarrollo del experimento. Tras ellos se incluye un breve y conciso fundamento teórico de la técnica analítica empleada y sus aplicaciones. A continuación, se enumera el material y los reactivos necesarios para la realización de la práctica, incluyendo la forma de prepararlos en determinados los casos. Por último, se detalla el procedimiento experimental, seguido de un apartado de resultados en el que se pretende que el alumno anote los datos obtenidos en la experiencia y que le permitirán resolver las cuestiones planteadas. La idea es que tanto los fundamentos teóricos básicos como los procedimientos experimentales, queden reflejados en un mismo libro, de forma que éste pueda ser útil para una mejor comprensión de la asignatura e incluso para aquellos alumnos que en el futuro ejercicio de su profesión, necesiten realizar análisis de sencillas muestras ambientales. Aquí hay que hacer una salvedad, y es el tema de la toma de muestras, etapa clave de cualquier análisis y de la que no se hace mención debido a su alta especificidad. Como primer apéndice se ha incluido información sobre seguridad en el laboratorio y proce-

dimientos de actuación en caso de accidente, información que es importante conocer antes de iniciarse en el trabajo experimental.

En las etiquetas de los productos químicos viene la información sobre los peligros y las precauciones a considerar en su manejo, en este sentido se incorpora información relativa a la normativa europea 1272/2008 CLP (acrónimo de clasificación, etiquetado y envasado de sus siglas en inglés)

Como segundo apéndice aparece un pequeño apartado dedicado a esbozar los pasos iniciales en la gestión de residuos en un laboratorio. El estudiante será participante activo en la gestión de los residuos producidos en el laboratorio y aprenderá también a interpretar y usar las etiquetas de identificación de residuos peligrosos.

En el último, se explica cómo se realiza el ajuste de los datos experimentales a una recta por mínimos cuadrados de una forma muy sencilla, haciendo uso de una hoja de cálculo, en particular la hoja de cálculo del LibreOffice, una suite de oficina libre y de código abierto.

Termina el texto con un capítulo de bibliografía que recoge las referencias consultadas para preparar este libro y que, por tanto, pueden ayudar a profundizar en los distintos aspectos aquí tratados.

20 de julio de 2017

Carmen Gómez Benito

Sagrario Torres Cartas

# Índice general

Presentación.....	III
Índice General.....	V
Capítulo 1. Determinación potenciométrica de un ácido poliprótico .....	1
1.1. Objetivos .....	1
1.2. Introducción.....	1
1.3. Material .....	5
1.4. Reactivos .....	6
1.5. Procedimiento experimental .....	6
1.6. Cuestiones y resultados .....	7
Capítulo 2. Determinación conductimétrica de una mezcla de ácidos.....	9
2.1. Objetivos .....	9
2.1. Introducción.....	9
2.2. Material .....	13
2.3. Reactivos .....	13
2.4. Procedimiento experimental .....	13
2.5. Corrección de la conductividad por el efecto de la dilución.....	15
2.6. Cuestiones y resultados .....	16
Capítulo 3. Determinación de la humedad de un suelo.....	17
3.1. Objetivos .....	17
3.2. Introducción.....	17
3.3. Material .....	17
3.4. Procedimiento experimental .....	18
3.5. Cuestiones y resultados .....	18
Capítulo 4. Introducción a los métodos de análisis instrumental.....	19
4.1. Introducción.....	19
4.2. Ajuste de los puntos experimentales a una recta por mínimos cuadrados.....	21
4.3. Métodos de absorción de radiación UV-visible.....	23

Capítulo 5. Determinación espectrofotométrica de nitritos en agua.....	25
5.1. Objetivos.....	25
5.2. Introducción.....	25
5.3. Material.....	26
5.4. Reactivos.....	26
5.5. Procedimiento experimental .....	27
5.5.1. Construcción de la curva de calibrado .....	27
5.5.2. Preparación de la muestra .....	27
5.5.3. Desarrollo del color .....	27
5.5.4. Medida en el espectrofotómetro.....	27
5.5.5. Tratamiento de datos.....	27
5.6. Cuestiones y resultados.....	28
Capítulo 6. Parámetros de calidad de un método instrumental .....	31
6.1. Objetivos.....	31
6.2. Introducción.....	31
6.2.1. Turbidimetría .....	31
6.2.2. Parámetros de calidad de un método.....	32
6.3. Material.....	40
6.4. Reactivos.....	40
6.5. Procedimiento experimental .....	41
6.5.1. Obtención de la curva de calibrado.....	41
6.5.2. Preparación de la muestra .....	41
6.5.3. Preparación de la disolución certificada de sulfatos .....	41
6.5.4. Preparación de las disoluciones para establecer el intervalo útil .....	42
6.6. Cuestiones y resultados.....	42
Capítulo 7. Determinación simultánea de los componentes de una mezcla .....	45
7.1. Objetivos.....	45
7.2. Introducción.....	45
7.3. Material.....	47
7.4. Reactivos.....	47

---

7.5. Procedimiento experimental .....	48
7.5.1. Preparación de las disoluciones de calibrado .....	48
7.5.2. Localización de los máximos de absorción .....	48
7.5.3. Medida de la absorbancia .....	49
7.6. Cuestiones y resultados .....	49
Capítulo 8. Determinación de fósforo mediante adición de patrón.....	51
8.1. Objetivos .....	51
8.2. Introducción.....	51
8.2.1. Método del color amarillo del complejo fosfomolibdovanadato .....	52
8.2.2. Método de adición de patrón o estándar .....	52
8.3. Material .....	53
8.4. Reactivos .....	54
8.5. Procedimiento experimental .....	54
8.6. Cuestiones y resultados .....	55
Capítulo 9. Determinación de sodio en agua por emisión atómica .....	57
9.1. Objetivos .....	57
9.2. Introducción.....	57
9.3. Material .....	58
9.4. Reactivos .....	58
9.5. Procedimiento experimental.....	59
9.5.1. Preparación de la curva de calibrado .....	59
9.5.2. Medida en el fotómetro.....	59
9.6. Cuestiones y resultados .....	59
Capítulo 10. Determinación de potasio en suelo por emisión atómica.....	61
10.1. Objetivos .....	61
10.2. Introducción.....	61
10.3. Material .....	62
10.4. Reactivos .....	62
10.5. Procedimiento experimental .....	62
10.5.1. Extracción del potasio del suelo .....	62



10.5.2. Preparación de la curva de calibrado .....	63
10.5.3. Medida en el fotómetro .....	63
10.6. Cuestiones y resultados.....	63
Capítulo 11. Uso de electrodos selectivos mediante calibrado directo y adición de patrón.....	65
11.1. Objetivos.....	65
11.2. Introducción.....	65
11.2.1. Calibrado directo.....	66
11.2.2. Método de adición de patrón o estándar .....	66
11.3. Material.....	69
11.4. Reactivos.....	69
11.5. Procedimiento experimental .....	70
11.5.1. Determinación de nitrato mediante calibrado .....	70
11.5.2. Determinación de amonio por el método de adición estándar .....	70
11.6. Cuestiones y resultados.....	71
11.6.1. Determinación de la concentración de nitrato.....	71
11.6.2. Determinación de amonio .....	72
Apéndice 1. Seguridad en el laboratorio .....	73
1.1. Objetivos.....	73
1.2. Precauciones en el laboratorio químico .....	73
1.3. Protocolo a seguir en caso de accidente.....	75
1.3.1. Salpicaduras.....	75
1.3.2. Quemaduras .....	75
1.3.3. Cortes.....	76
1.3.4. Ingestión de productos químicos: .....	76
1.3.5. Incendio .....	76
1.4. Riesgos específicos de los productos químicos .....	76
1.4.1. Pictogramas de seguridad .....	79
Apéndice 2. Gestión de residuos químicos.....	83
2.1. Objetivos.....	83
2.2. Pautas generales.....	83

2.3. Identificación y clasificación de residuos.....	84
Apéndice 3. Ajuste por mínimos cuadrados con una hoja de cálculo .....	87
3.1. Introducción.....	87
3.2. Ajuste por mínimos cuadrados mediante la hoja de cálculo.....	87



# Capítulo 1

## Determinación potenciométrica de un ácido poliprótico

### 1.1. Objetivos

Valorar un ácido poliprótico, el ácido fosfórico ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ), con NaOH utilizando como indicador del punto final la medida del pH.

Usar la técnica potenciométrica (medida del pH a lo largo del proceso de valoración) como un indicador del punto final.

Considerar las limitaciones del método: no se puede aplicar a bases o ácidos muy débiles o muy diluidos; tampoco permite diferenciar especies con constantes muy próximas.

### 1.2. Introducción

Los métodos potenciométricos se basan en la medida del potencial eléctrico de un electrodo sumergido en una disolución. A partir de este potencial se puede establecer la concentración de una especie electroactiva presente en la disolución.

Para llevar a cabo esta media es necesario disponer de:

1. Un potenciómetro, aparato capaz de medir la diferencia de potencial entre dos electrodos (fuerza electromotriz).
2. Electrodo de referencia, que genera un potencial fijo.
3. Electrodo indicador (selectivo), que genera un potencial variable en función de la cantidad de la especie electroactiva.

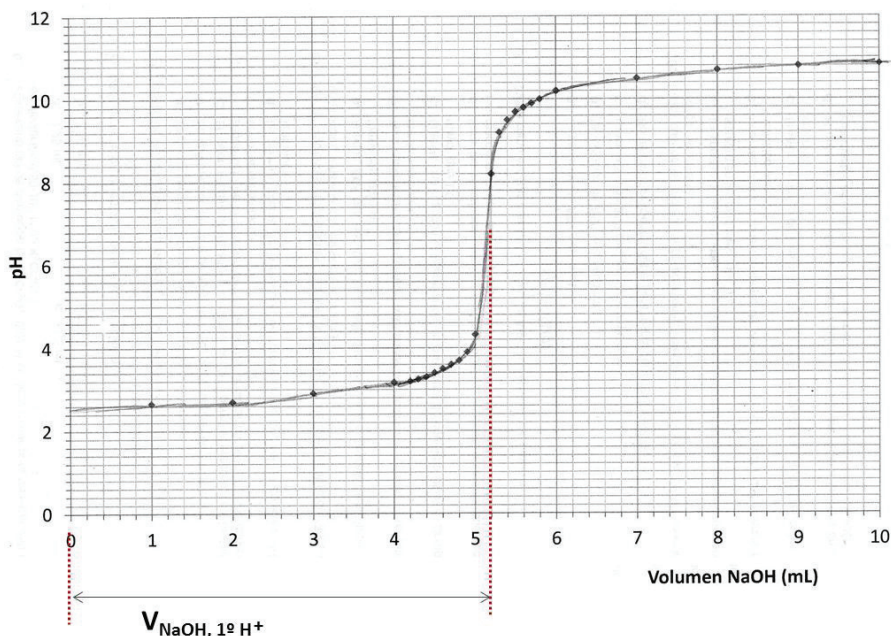
En la mayoría de pH-metros (potenciómetros) se utiliza un electrodo combinado que es un elemento que reúne el electrodo de referencia y el sensible a la concentración de  $H^+$  en una sola pieza. En la figura 1.1 se muestra una imagen de un electrodo de pH en el interior de una disolución.



**Figura 1.1.** Electrodo de pH en el interior de una disolución

El seguimiento de la variación del pH en una valoración de neutralización en función del volumen de añadido, permite visualizar los cambios bruscos de pH que pueden darse en el punto de equivalencia. Estos cambios son mayores cuanto más fuerte son el ácido y la base que participan, y son los que permite determinar el punto final, siendo éste el punto de inflexión de la curva.

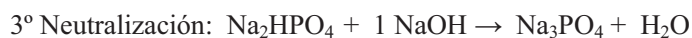
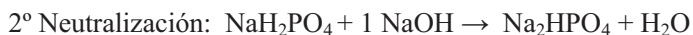
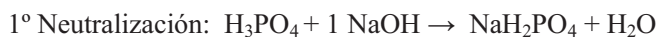
Así, en la valoración de un ácido monoprótico con una base fuerte se obtiene una curva de valoración con un salto, caracterizado por un punto de inflexión. En la figura 1.2 se muestra como ejemplo la variación del pH que se produce en la valoración del ácido clorhídrico, con hidróxido sódico. Como se observa en la gráfica, existe un cambio brusco que nos permite determinar el punto de final de la valoración.



**Figura 1.2.** Curva de valoración del ácido clorhídrico con NaOH. El punto de inflexión de la curva se corresponde con el punto final de la valoración.

Sin embargo, en la valoración de un ácido poliprótico o de una mezcla de ácidos, la gráfica mostrará generalmente varios saltos, más o menos definidos en función de los valores de pKa. Generalmente se necesita una diferencia de al menos cuatro unidades de pKa para obtener dos curvas netamente definidas en la valoración sucesiva de dos ácidos. La especie que se neutraliza en primer lugar es la más fuerte, y genera el cambio más brusco. De hecho, si el ácido es muy débil el salto es tan pequeño que no es posible usarlo para determinar el punto de final.

En nuestro caso queremos determinar la concentración del ácido fosfórico ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) en una muestra mediante la adición de un patrón de hidróxido sódico (NaOH). En esta valoración se producen sucesivas neutralizaciones:



**Para seguir leyendo haga click aquí**