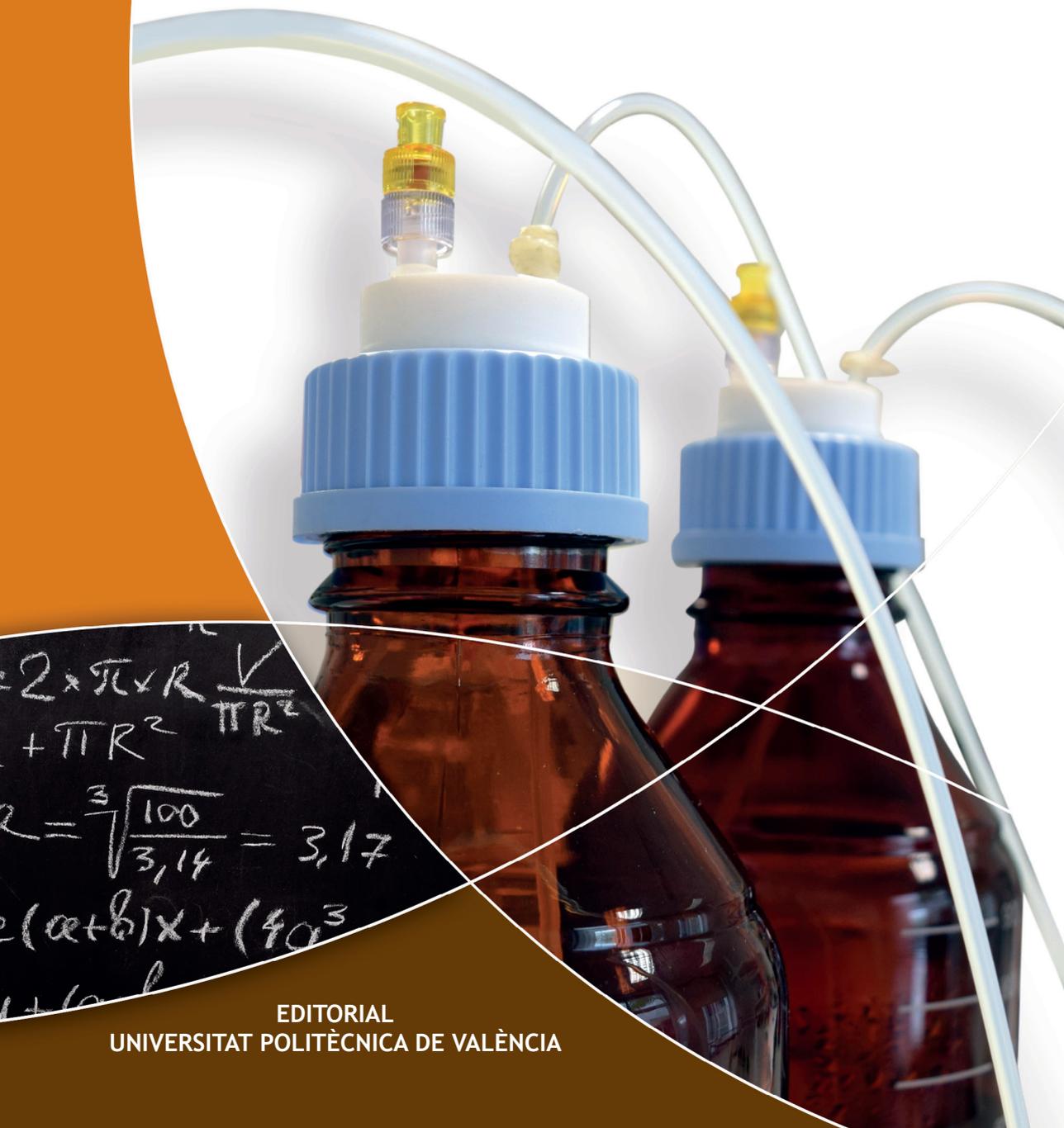


a
acadèmica

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 / 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.

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 simultanea 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 (H_3PO_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.

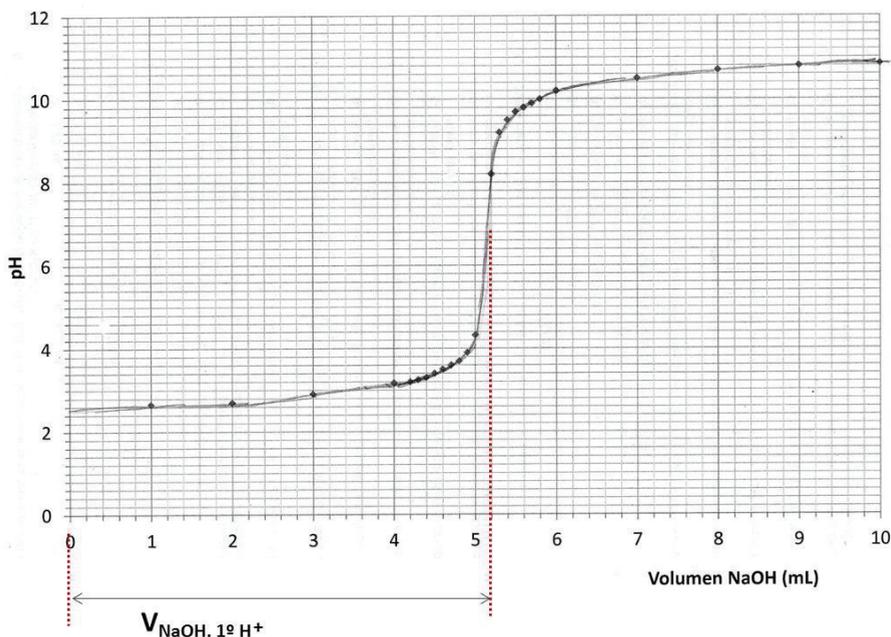
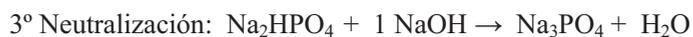
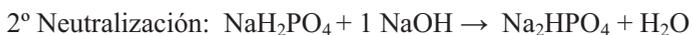
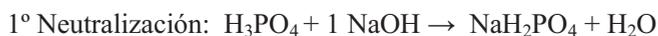


Figura 1.2. Curva de valoración del ácido clorhídrico con NaOH. El punto de inflexión de la curva se corresponde con el punto final de la valoración.

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 (H_3PO_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