

CURSO EXPERIMENTAL EN QUÍMICA ANALÍTICA

PROYECTO EDITORIAL
BIBLIOTECA DE QUÍMICAS

Director:
Carlos Seoane Prado



Queda prohibida, salvo excepción prevista en la ley, cualquier forma de reproducción, distribución, comunicación pública y transformación de esta obra sin contar con autorización de los titulares de la propiedad intelectual. La infracción de los derechos mencionados puede ser constitutiva de delito contra la propiedad intelectual (arts. 270 y sigs., Código Penal). El Centro Español de Derechos Reprográficos (www.cedro.org) vela por el respeto de los citados derechos.

CURSO EXPERIMENTAL EN QUÍMICA ANALÍTICA

Jacinto Guiteras
Roser Rubio
Gemma Fonrodona



Consulte nuestra página web: www.sintesis.com
En ella encontrará el catálogo completo y comentado

Reservados todos los derechos. Está prohibido, bajo las sanciones penales y el resarcimiento civil previstos en las leyes, reproducir, registrar o transmitir esta publicación, íntegra o parcialmente, por cualquier sistema de recuperación y por cualquier medio, sea mecánico, electrónico, magnético, electroóptico, por fotocopia o por cualquier otro, sin la autorización previa por escrito de Editorial Síntesis, S. A.

© Jacinto Guiteras, Roser Rubio y Gemma Fonrodona

© EDITORIAL SÍNTESIS, S. A.
Vallehermoso, 34 - 28015 Madrid
Teléf.: 91 593 20 98
<http://www.sintesis.com>

Depósito Legal: M. 50.412-2007
ISBN: 978-84-975607-2-6

Impreso en España - Printed in Spain

ÍNDICE

PRESENTACIÓN	11
PRÓLOGO	13
INTRODUCCIÓN	15
1. MATERIAL Y REACTIVOS.....	19
1.1. Material de uso frecuente en el laboratorio analítico	20
1.2. Reactivos	27
2. SEGURIDAD Y RESIDUOS	29
3. CONSIDERACIONES GENERALES.....	39
3.1. Esquema general del procedimiento analítico.....	40
3.2. Diario de laboratorio	41
3.3. Limpieza del material de laboratorio	42
3.4. Expresión de la concentración	44
3.5. Cálculos previos	46
3.6. Pesada de la muestra	47
3.7. Tratamiento de la muestra	48
3.8. Análisis volumétrico	50
3.9. Análisis gravimétrico	52
3.10. Electroanálisis	54
3.10.1. Métodos potenciométricos	54
3.10.2. Métodos voltamperométricos	61

3.10.3. Electrogravimetría	64
3.10.4. Conductimetría	65
3.11. Espectrometría atómica	65
3.12. Espectrometría molecular	68
3.13. Determinaciones cromatográficas	72
3.13.1. Cromatografía de gases	73
3.13.2. Cromatografía de líquidos de alta eficacia (HPLC)	74
3.14. Análisis de trazas	76
4. ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD EN EL LABORATORIO DE ANÁLISIS	79
4.1. Introducción	80
4.2. Calibración	81
4.2.1. Calibración directa	81
4.2.2. Verificación de equipos	81
4.2.3. Calibración indirecta	82
4.3. Documentos	83
4.3.1. Procedimientos Normalizados de Trabajo (PNT)	83
4.4. Validación	84
4.4.1. Precisión	84
4.4.2. Exactitud	85
4.4.3. Límites de detección y de cuantificación	85
4.4.4. Intervalo de linealidad	85
4.5. Ejercicios de intercomparación	86
4.6. Preparación y redacción de informes de análisis	86
4.7. Ejemplos para llevar a cabo ejercicios de intercomparación en un laboratorio de prácticas	87
4.7.1. Diseño de los ejercicios	87
4.8. Ejemplos prácticos	90
5. MÉTODOS DE CUANTIFICACIÓN	91
5.1. Recta de calibrado externa	92
5.2. Adición estándar	94
5.3. Patrón interno	95
5.4. Normalización interna	96
6. PREPARACIÓN DE DISOLUCIONES	97
6.1. Disoluciones patrón para volumetrías	98
6.1.1. Disolución patrón de ácido sulfúrico 0,1 eq l ⁻¹ (0,05 mol l ⁻¹) y de ácido clorhídrico 0,1 eq l ⁻¹ (0,1 mol l ⁻¹)	98
6.1.2. Disolución patrón de hidróxido de sodio 0,1 eq l ⁻¹ (0,1 mol l ⁻¹)	99

6.1.3. Disolución patrón de ácido perclórico 0,1 eq l ⁻¹ (0,1 mol l ⁻¹) en ácido acético concentrado	101
6.1.4. Disolución patrón de ácido etilendiaminotetraacético 0,1 mol l ⁻¹ y 0,02 mol l ⁻¹	102
6.1.5. Disolución de permanganato de potasio 0,1 eq l ⁻¹ (0,02 mol l ⁻¹)	104
6.1.6. Disolución patrón de dicromato de potasio 0,1 eq l ⁻¹ (0,0167 mol l ⁻¹)	106
6.1.7. Disolución de tiosulfato de sodio 0,1 eq l ⁻¹ (0,1 mol l ⁻¹)	106
6.1.8. Disolución de nitrato de plata 0,1 mol l ⁻¹	109
6.1.9. Disolución patrón de tiocianato 0,1 mol l ⁻¹	110
6.2. Disoluciones patrón para análisis instrumental	111
6.3. Disoluciones auxiliares	112
6.4. Indicadores	112
7. DETERMINACIONES VOLUMÉTRICAS	113
7.1. Ácido-base	114
7.1.1. Determinación de la acidez de una leche en polvo	114
7.1.2. Determinación de la acidez total de un vinagre	115
7.1.3. Determinación de la acidez total de un vino	116
7.1.4. Determinación de ácido acetilsalicílico en analgésicos	117
7.1.5. Determinación del índice o grado de acidez de un aceite.....	118
7.1.6. Determinación de la alcalinidad de un agua	119
7.1.7. Determinación del índice de saponificación de un aceite	120
7.1.8. Determinación de nitrógeno por el método de Kjeldahl	121
7.1.9. Determinación de la pureza de una muestra de amoxicilina de sodio	125
7.1.10. Determinación de antipirina en medio no acuoso	126
7.2. Complejación	127
7.2.1. Determinación de la dureza del agua	127
7.2.2. Determinación de cobalto en una sal de cobalto con EDTA	128
7.2.3. Determinación de cobre (II) en una sal de cobre con EDTA	129
7.2.4. Determinación de níquel en una sal de níquel con EDTA	130
7.2.5. Determinación de plomo en una sal de plomo soluble en ácido nítrico con EDTA	132
7.2.6. Determinación de sulfato en una sal soluble en agua con EDTA	133
7.3. Oxidación-reducción	135
7.3.1. Determinación de ácido ascórbico	135
7.3.2. Determinación de cloro activo	136
7.3.3. Determinación yodométrica de cobre (II)	137
7.3.4. Determinación de la demanda química de oxígeno (DQO) de una muestra de agua contaminada	140
7.3.5. Determinación volumétrica de hierro	142
7.3.6. Determinación de oxígeno disuelto en agua por el método de Winkler	145
7.3.7. Determinación del índice de yodo de una grasa (aceite de oliva)	146
7.3.8. Determinación del índice de peróxidos de una grasa (aceite comestible).....	148
7.4. Precipitación	149
7.4.1. Determinación volumétrica de cloruros con nitrato de plata	149
7.4.2. Determinación volumétrica de bromuros con nitrato de plata	152
7.4.3. Determinación volumétrica de yoduros con nitrato de plata	154

8. GRAVIMETRÍAS	157
8.1. Gravimetrías de calcinación	158
8.1.1. Determinación gravimétrica de magnesio o de cinc	158
8.1.2. Determinación gravimétrica de estaño	159
8.1.3. Determinación gravimétrica de hierro en una sal de hierro exenta de interfe- rencias	160
8.1.4. Determinación gravimétrica de sílice	162
8.1.5. Determinación gravimétrica de sulfatos en una sal exenta de interferencias ...	164
8.2. Gravimetrías de desecación	166
8.2.1. Determinación gravimétrica de aluminio en una sal de aluminio exenta de in- terferencias	166
8.2.2. Determinación gravimétrica de cobre	168
8.2.3. Determinación gravimétrica de níquel	170
8.2.4. Determinación gravimétrica de plomo en una sal de plomo	172
 9. TÉCNICAS ÓPTICAS DE ANÁLISIS.....	 175
9.1. Absorción molecular UV-visible	176
9.1.1. Determinación colorimétrica de amoníaco en una disolución exenta de inter- ferencias	176
9.1.2. Determinación colorimétrica de cromo (VI) con difenilcarbocida en una diso- lución exenta de interferencias	178
9.1.3. Determinación colorimétrica de hierro (III) en una disolución exenta de inter- ferencias	179
9.1.4. Determinación colorimétrica de nitritos en una disolución exenta de interfe- rencias	181
9.1.5. Determinación colorimétrica de fosfatos en una disolución exenta de interfe- rencias	183
9.1.6. Determinación de la estequiometría de complejos. Método de Job o de las variaciones continuas	184
9.1.7. Determinación del pK_a de un indicador mediante un método espectrométrico	186
9.1.8. Determinación espectrométrica de aluminio (III) en una disolución exenta de interferencias, mediante análisis por inyección en flujo (FIA)	190
9.1.9. Calibración de la longitud de onda y la absorbancia de un espectrómetro UV-visible	192
9.1.10. Determinación espectrométrica de ftalato de dietilo en etanol marcado	195
9.2. Turbidimetría	196
9.2.1. Determinación turbidimétrica de sulfato	196
9.3. Fluorescencia molecular	197
9.3.1. Determinación fluorimétrica de clorquinaldol en preparados farmacéuticos...	197
9.3.2. Determinación fluorimétrica de riboflavina en un preparado farmacéutico.....	200
9.3.3. Determinación fluorimétrica de quinina en agua tónica.....	201
9.4. Espectrometría atómica con llama	203
9.4.1. Verificación de un espectrómetro de absorción atómica con llama	203
9.4.2. Determinación de impurezas de cinc en reactivos químicos	204

9.4.3. Determinación de los límites de detección y de cuantificación de cobre en vinos mediante espectrometría de absorción atómica con llama	206
9.4.4. Determinación de cobre y hierro en vino mediante espectrometría de absorción atómica con llama	207
9.4.5. Determinación de hierro en un latón por espectrometría de absorción atómica	210
9.4.6. Determinación de calcio en un fertilizante por espectrometría de absorción atómica	211
9.4.7. Determinación de magnesio en un fertilizante por espectrometría de absorción atómica	213
9.4.8. Determinación de potasio por espectrometría de emisión atómica	214
10. TÉCNICAS ELECTROANALÍTICAS	219
10.1. Valoraciones potenciométricas	220
10.1.1. Valoraciones potenciométricas ácido-base	220
10.1.2. Determinación de ácido fosfórico en bebidas de cola	223
10.1.3. Determinación del producto de solubilidad del cloruro de plata	225
10.1.4. Determinación de la constante de disociación de un ácido monoprótico mediante un método potenciométrico	228
10.1.5. Determinación de azúcares mediante volumetría de oxidación-reducción con detección potenciométrica del punto final	231
10.2. Determinaciones con electrodos selectivos	232
10.2.1. Determinación potenciométrica de cobre en agua	232
10.2.2. Determinación potenciométrica de fluoruro en un dentífrico	234
10.2.3. Determinación potenciométrica de nitratos	235
10.3. Valoraciones conductimétricas	238
10.3.1. Determinación de sulfato por volumetría de precipitación con detección conductimétrica del punto final	238
10.3.2. Determinación de grupos carboxílicos en una disolución de ácido poliacrílico por valoración conductimétrica	239
10.4. Polarografía	239
10.4.1. Determinación polarográfica de plomo, cadmio y cinc en agua	239
10.5. Voltamperometría	241
10.5.1. Determinación de plomo y cadmio en sal marina	241
10.6. Determinaciones electrogravimétricas	243
10.6.1. Determinación de cobre por electrogravimetría	243
11. TÉCNICAS DE SEPARACIÓN	245
11.1. Cromatografía de gases	246
11.1.1. Análisis de ácidos grasos mediante cromatografía de gases	246
11.1.2. Determinación del contenido de benceno en tolueno	247
11.1.3. Determinación de etanol en cerveza	248
11.2. Cromatografía de líquidos de alta eficacia (HPLC)	249
11.2.1. Test de columna	249
11.2.2. Determinación de paracetamol y ácido acetilsalicílico en un analgésico	251

11.2.3. Determinación de cafeína en café soluble y en té.....	253
11.3. Extracción líquido-sólido	255
11.3.1. Determinación del contenido de grasa en productos alimentarios y en piensos .	255
APÉNDICE 1. Tratamientos recomendados en caso de accidente	257
APÉNDICE 2. Contenido de los Anexos III y IV del R.D. 363/1995	261
ÍNDICE ALFABÉTICO	269