

Química Analítica Experimental

Virginia Sánchez Molina • Juan Valdés González
Juana María Coto Campos • Efraín Solís Montiel
José Francisco Fernández Araya • Moisés Mendelewicz Goldwaig

QUÍMICA ANALÍTICA EXPERIMENTAL





© EUNA
Editorial Universidad Nacional
Heredia, Campus Omar Dengo
Costa Rica
Teléfono: (506) 2277-3825
Correo electrónico: euna@una.cr
Apartado postal: 86-3000. Heredia, Costa Rica

© Química Analítica Experimental
Virginia Sánchez Molina, Juan Valdés González, Juana María Coto Campos,
Efraín Solís Montiel, José Francisco Fernández Araya,
Moisés Mendelewicz Goldwaig
Primera edición EUNA 2008
Primera reimpresión 2016

Producción editorial: Alexandra Meléndez C. amelende@una.cr
Diseño de portada: Carlos Fernández A.

543
Q6q Química analítica experimental / Virginia Sánchez
Molina... [et al.] – 1ª. ed. – Heredia, C.R.: EUNA,
2008. 1 reimpresión 2016.
197 p. : il ; 28 cm

ISBN 978-9977-65-292-4
1. ANÁLISIS QUÍMICO. 2. QUÍMICA.
3. EXPERIMENTOS CIENTÍFICOS. 4. MÉTODOS
ANALÍTICOS. I. Sánchez Molina, Virginia. II. Título

CONTENIDO

| | | | | |
|---|----|---|---|----|
| PRÓLOGO | 11 | 2.3 | Determinación de residuo sólido. Sólidos totales, disueltos, suspendidos y sedimentables..... | 39 |
| PREFACIO A LA PRIMERA EDICIÓN REVISADA | 13 | 2.3.1 | Introducción..... | 39 |
| AGRADECIMIENTOS | 15 | 2.3.2 | Fundamento teórico | 40 |
| EXPERIMENTOS | | 2.3.3 | Sólidos totales..... | 40 |
| I parte. Principios fundamentales | | 2.3.4 | Sólidos disueltos..... | 40 |
| 1.1 Trabajo en el laboratorio | 19 | 2.3.5 | Sólidos sedimentables | 40 |
| 1.1.1 Comportamiento | 19 | 2.3.6 | Sólidos totales.Procedimiento | 41 |
| 1.1.2 Medidas de seguridad | 19 | 2.3.7 | Sólidos disueltos. Procedimiento . | 41 |
| 1.1.3 Algunas normas de trabajo | 20 | 2.3.8 | Sólidos sedimentables. Procedimiento | 41 |
| 1.2 La balanza analítica | 22 | 2.3.9 | Cálculos | 41 |
| 1.2.1 Introducción..... | 22 | | | |
| 1.2.2 Fundamento teórico | 22 | III parte. Métodos volumétricos | | |
| 1.2.3 Procedimiento de manejo de la balanza | 24 | 3.1 | Introducción | 43 |
| 1.2.4 Cálculos | 28 | 3.1.1 | Generalidades | 43 |
| 1.2.5 Cuestionario..... | 28 | 3.1.2 | Técnicas y aparatos | 45 |
| | | 3.1.3 | Cálculos | 50 |
| II parte. Métodos gravimétricos | | Volumetrías de neutralización | | |
| 2.1 Introducción | 29 | 3.2 | Preparación y valoración de disoluciones de ácido sulfúrico e hidróxido de sodio..... | 52 |
| 2.1.1 Operaciones y técnicas | 29 | 3.2.1 | Introducción..... | 52 |
| 2.1.2 Cálculos | 34 | 3.2.2 | Fundamento teórico | 52 |
| 2.2 Análisis gravimétrico de sulfatos..... | 35 | 3.2.3 | Procedimiento | 55 |
| 2.2.1 Introducción..... | 35 | 3.2.4 | Cálculos | 55 |
| 2.2.2 Fundamento teórico | 35 | 3.2.5 | Cuestionario..... | 55 |
| 2.2.3 Procedimiento | 37 | Aplicaciones de la volumetría ácido base | | |
| 2.2.4 Datos preliminares y cálculos..... | 38 | 3.3 | Determinación de la acidez total del vinagre | 56 |
| 2.2.5 Cuestionario..... | 38 | 3.3.1 | Introducción..... | 56 |
| | | 3.3.2 | Fundamento teórico | 57 |

| | | | | | |
|---|---|----|-------------------------------------|---|----|
| 3.3.3 | Procedimiento..... | 57 | 3.10.4 | Cálculos..... | 81 |
| 3.3.4 | Cálculos..... | 57 | 3.11 | Análisis de hipoclorito y de peróxido de hidrógeno presentes en un blanqueador comercial..... | 81 |
| 3.4 | Determinación de la concentración de $Mg(OH)_2$ en leche de magnesia..... | 58 | 3.11.1 | Fundamento teórico..... | 81 |
| 3.4.1 | Fundamento teórico..... | 58 | 3.11.2 | Introducción..... | 81 |
| 3.4.2 | Procedimiento..... | 58 | 3.11.3 | Ecuaciones para la valoración del tiosulfato de sodio..... | 82 |
| 3.4.3 | Cálculos..... | 58 | 3.11.4 | Procedimiento..... | 82 |
| 3.5 | Determinación de la acidez en una muestra de refresco gaseoso..... | 59 | 3.11.4.1 | Opción a..... | 82 |
| 3.5.1 | Fundamento teórico..... | 59 | 3.11.4.2 | Opción b..... | 82 |
| 3.5.2 | Procedimiento..... | 59 | 3.11.5 | Cálculos..... | 82 |
| 3.5.3 | Cálculos..... | 59 | 3.11.6 | Notas..... | 83 |
| 3.6 | Determinación de nitrógeno orgánico..... | 60 | 3.12 | Demanda química de oxígeno (DQO)..... | 83 |
| 3.6.1 | Introducción..... | 60 | 3.12.1 | Introducción..... | 83 |
| 3.6.2 | Fundamento teórico..... | 61 | 3.12.2 | Fundamento teórico..... | 83 |
| 3.6.3 | Procedimiento..... | 62 | 3.12.3 | Procedimiento..... | 84 |
| 3.6.4 | Datos preliminares y cálculos..... | 63 | 3.12.4 | Cálculos..... | 85 |
| 3.6.5 | Cuestionario..... | 63 | 3.12.5 | Cuestionario..... | 85 |
| Volumetrías de precipitación | | | | | |
| 3.7 | Determinación de cloruros. Método de Mohr..... | 64 | 3.13 | Preparación de disoluciones de dicromato de potasio y de sulfato ferroso amónico..... | 86 |
| 3.7.1 | Introducción..... | 64 | 3.13.1 | Introducción..... | 86 |
| 3.7.2 | Fundamento teórico..... | 66 | 3.13.2 | Fundamento teórico..... | 86 |
| 3.7.3 | Procedimiento..... | 67 | 3.13.3 | Procedimiento..... | 86 |
| 3.7.4 | Datos preliminares y cálculos..... | 68 | 3.13.4 | Cálculos..... | 87 |
| 3.7.5 | Cuestionario..... | 68 | 3.14 | Determinación de la materia orgánica en el suelo..... | 87 |
| Volumetrías de oxidación-reducción | | | | | |
| 3.8 | Preparación y valoración de una disolución de tiosulfato de sodio..... | 68 | 3.14.1 | Introducción..... | 87 |
| 3.8.1 | Introducción..... | 68 | 3.14.2 | Fundamento teórico..... | 88 |
| 3.8.2 | Fundamento teórico..... | 73 | 3.14.3 | Procedimiento..... | 89 |
| 3.8.3 | Procedimiento..... | 75 | 3.14.4 | Cálculos..... | 89 |
| 3.8.4 | Datos preliminares y cálculos..... | 75 | 3.14.5 | Cuestionario..... | 89 |
| 3.8.5 | Cuestionario..... | 75 | Volumetrías complejométricas | | |
| 3.9 | Determinación de oxígeno disuelto..... | 76 | 3.15 | Determinación de la dureza del agua..... | 90 |
| 3.9.1 | Introducción..... | 76 | 3.15.1 | Introducción..... | 90 |
| 3.9.2 | Fundamento teórico..... | 77 | 3.15.2 | Fundamento teórico..... | 91 |
| 3.9.3 | Procedimiento..... | 78 | 3.15.3 | Procedimiento..... | 92 |
| 3.9.4 | Datos preliminares y cálculos..... | 78 | 3.15.4 | Cálculos..... | 92 |
| 3.9.5 | Cuestionario..... | 79 | 3.15.5 | Cuestionario..... | 92 |
| 3.10 | Demanda bioquímica de oxígeno (DBO)..... | 79 | 3.16 | Determinación de cloruros con nitrato de mercurio (II)..... | 93 |
| 3.10.1 | Introducción..... | 79 | 3.16.1 | Introducción..... | 93 |
| 3.10.2 | Fundamento teórico..... | 79 | 3.16.2 | Fundamento teórico..... | 94 |
| 3.10.3 | Procedimiento..... | 80 | 3.16.3 | Procedimiento..... | 94 |
| | | | 3.16.4 | Cálculos..... | 95 |

IV parte. Métodos potenciométricos

| | | |
|-------|------------------------------------|-----|
| 4.1 | Generalidades | 97 |
| 4.1.1 | Tipos de electrodos | 97 |
| 4.1.2 | Electrodo de hidrógeno gaseoso ... | 99 |
| 4.1.3 | Potenciómetro | 99 |
| 4.1.4 | El pH metro | 100 |

A. Métodos potenciométricos directos

| | | |
|-------|---|-----|
| 4.2 | Determinación de pH en agua..... | 101 |
| 4.2.1 | Introducción..... | 101 |
| 4.2.2 | Fundamento teórico | 102 |
| 4.2.3 | Procedimiento..... | 103 |
| 4.2.4 | Cuestionario..... | 104 |
| 4.3 | Determinación de pH en suelos | 104 |
| 4.3.1 | Introducción..... | 104 |
| 4.3.2 | Fundamento teórico | 105 |
| 4.3.3 | Procedimiento..... | 106 |
| 4.3.4 | Cuestionario..... | 107 |
| 4.4 | Determinación de la alcalinidad en agua de mar | 107 |
| 4.4.1 | Introducción..... | 107 |
| 4.4.2 | Fundamento teórico | 108 |
| 4.4.3 | Procedimiento..... | 108 |
| 4.4.4 | Datos preliminares y cálculos..... | 108 |
| 4.4.5 | Cuestionario..... | 108 |

B. Métodos potenciométricos indirectos

| | | |
|-------|--|-----|
| 4.5 | Titulación potenciométrica de una mezcla de H_3PO_4 y HCl | 109 |
| 4.5.1 | Introducción..... | 109 |
| 4.5.2 | Fundamento teórico | 110 |
| 4.5.3 | Procedimiento..... | 111 |
| 4.5.4 | Datos preliminares y cálculos..... | 111 |
| 4.5.5 | Cuestionario..... | 113 |
| 4.6 | Preparación de disoluciones amortiguadoras | 114 |
| 4.6.1 | Introducción..... | 114 |
| 4.6.2 | Fundamento teórico | 114 |
| 4.6.3 | Capacidad amortiguadora | 115 |
| 4.6.4 | Preparación de disoluciones amortiguadoras | 115 |
| 4.6.5 | Procedimiento..... | 115 |
| 4.6.6 | Cálculos | 116 |

| | | |
|-------|---|-----|
| 4.6.7 | Cuestionario..... | 116 |
| 4.7 | Titulación potenciométrica de una mezcla de Na_2CO_3 y $NaHCO_3$ con HCl ... | 117 |
| 4.7.1 | Fundamento teórico | 117 |
| 4.7.2 | Procedimiento | 117 |
| 4.7.3 | Cálculos y confección de la curva de titulación potenciométrica | 118 |
| 4.7.4 | Cuestionario..... | 118 |

V parte. Métodos ópticos

| | | |
|-------|---|-----|
| 5.1 | Introducción | 119 |
| 5.2 | Métodos espectrofotométricos | 121 |
| 5.2.1 | Principios..... | 121 |
| 5.2.2 | Instrumentación | 124 |
| 5.3 | Conocimiento y manejo del espectrofotómetro | 127 |
| 5.3.1 | Introducción..... | 127 |
| 5.3.2 | Fundamento teórico | 127 |
| 5.3.3 | Procedimiento | 129 |
| 5.3.4 | Tratamiento de los resultados | 130 |
| 5.3.5 | Cuestionario..... | 131 |
| 5.4 | Determinación espectrofotométrica de hierro (II) | 131 |
| 5.4.1 | Introducción..... | 131 |
| 5.4.2 | Fundamento teórico | 132 |
| 5.4.3 | Procedimiento | 133 |
| 5.4.4 | Cálculos | 133 |
| 5.4.5 | Cuestionario..... | 133 |
| 5.5 | Determinación de fósforo reactivo | 134 |
| 5.5.1 | Introducción..... | 134 |
| 5.5.2 | Fundamento teórico | 135 |
| 5.5.3 | Procedimiento | 135 |
| 5.5.4 | Cálculos | 136 |
| 5.5.5 | Cuestionario..... | 136 |
| 5.6 | Determinación de amoníaco | 137 |
| 5.6.1 | Introducción..... | 137 |
| 5.6.2 | Fundamento teórico | 138 |
| 5.6.3 | Procedimiento | 138 |
| 5.6.4 | Cálculos | 139 |
| 5.6.5 | Cuestionario..... | 139 |
| 5.7 | Determinación de nitritos | 139 |
| 5.7.1 | Introducción..... | 139 |
| 5.7.2 | Fundamento teórico | 140 |
| 5.7.3 | Procedimiento | 140 |

| | | |
|-------|---------------------------------|-----|
| 5.7.4 | Cálculos | 141 |
| 5.7.5 | Cuestionario..... | 141 |
| 5.8 | Determinación de nitratos..... | 142 |
| 5.8.1 | Introducción..... | 142 |
| 5.8.2 | Fundamento teórico | 142 |
| 5.8.3 | Procedimiento..... | 143 |
| 5.8.4 | Cálculos | 144 |
| 5.8.5 | Cuestionario..... | 144 |
| 5.9 | Determinación de manganeso..... | 144 |
| 5.9.1 | Introducción..... | 144 |
| 5.9.2 | Fundamento teórico | 145 |
| 5.9.3 | Procedimiento..... | 145 |
| 5.9.4 | Cálculos | 146 |
| 5.9.5 | Cuestionario..... | 146 |

Métodos de absorción ultravioleta

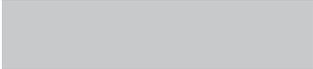
| | | |
|--------|---|-----|
| 5.10 | Introducción | 147 |
| 5.11 | Análisis de aspirina por absorción ultravioleta | 151 |
| 5.11.1 | Introducción..... | 151 |
| 5.11.2 | Fundamento teórico | 151 |
| 5.11.3 | Procedimiento..... | 152 |
| 5.11.4 | Cálculos | 152 |
| 5.11.5 | Cuestionario..... | 153 |

APÉNDICES

| | | |
|-------|--|-----|
| I. | Conductas de entrada al curso de Química Analítica | 157 |
| II. | Preparación del cuaderno de laboratorio | 157 |
| III. | Guía de Cálculo de la Incertidumbre..... | 164 |
| IV. | Masas atómicas con su incertidumbre.... | 180 |
| V. | Valores de la t-Student a niveles de confianza..... | 181 |
| VI. | Masas atómicas internacionales | 162 |
| VII. | Masas y fórmulas de las sustancias más usadas en Química Analítica | 183 |
| VIII. | Constantes de ionización de ácidos débiles | 185 |
| IX. | Constantes de ionización de bases débiles | 186 |
| X. | Potenciales normales de electrodo (semicelda) | 187 |
| XI. | Productos de solubilidad | 189 |
| XII. | Conversión de % T en A..... | 193 |
| XIII. | Errores en materiales volumétricos | 194 |
| XIV. | Composición de algunos reactivos concentrados de uso común..... | 195 |
| XV. | Logaritmos de los números | 195 |



PRÓLOGO



Este manual es una recopilación de experiencias de laboratorio producto de la investigación bibliográfica y experimental de los profesores de la Cátedra de Química Analítica de la Escuela de Química de la Universidad Nacional.

Se planeó para ser utilizado en un curso básico de Química Analítica Cuantitativa y se ha tratado de mantener el compromiso entre los fundamentos teóricos y la aplicación directa de los métodos de análisis, sin perder de vista la adquisición de las destrezas necesarias que debe desarrollar el estudiante para dicha aplicación.

Se han escogido análisis de utilidad para la formación de estudiantes en los campos de la química, las ciencias biológicas, ambientales, agrarias y de la salud, tomando en cuenta que la labor profesional será una mezcla de ejecución del análisis químico y de la interpretación de los resultados analíticos. Se pretende que los estudiantes analicen muestras reales y no sustancias químicas puras, con la intención de mostrar algunos efectos propios de la matriz analizada y las posibles interferencias que se podrían obtener. Entre otras matrices usadas como muestras se tienen: fertilizantes, vinagres, productos blanqueadores caseros, gaseosas, algunos medicamentos, harina de pescado, suelos, agua dulce y salada.

Los métodos empleados son fáciles de ejecutar, no requieren de instrumental sofisticado y son bastante específicos para las especies químicas de interés, evitando en el análisis, en la medida de las posibilidades, la etapa de separación del analito.

A través del desarrollo del curso se pretende familiarizar al estudiante con los métodos de análisis más utilizados, desde los tradicionales métodos gravimétricos y volumétricos hasta los métodos

instrumentales sencillos de potenciometría y espectrofotometría. Esto se logra por medio de la combinación del estudio de los fundamentos teóricos y la parte práctica de dichos métodos.

Cada práctica incluye los objetivos, que se deberán traducir en conocimientos y habilidades que el estudiante debe poseer al finalizar la práctica de laboratorio, así como los principios básicos necesarios para la comprensión y desarrollo de la práctica, y un cuestionario final para que el alumno investigue y recapitule, ayudado por la bibliografía citada.

Con el fin de evitar en lo posible el experimento tipo “receta de cocina”, se insertan algunas preguntas en el procedimiento, las cuales deben ser contestadas por el estudiante antes de seguir adelante, y así se le induce a razonar y evitar que realice el experimento mecánicamente.

Nuestro deseo ha sido integrar en la medida de lo posible la parte teórica del curso con la parte experimental, para que sea el laboratorio un núcleo generador de la teoría.

Sería inapropiado pretender crear una obra absolutamente original y ese no ha sido nuestro propósito. Nos ha motivado el objetivo de proporcionar a los estudiantes un manual que se adapte a las necesidades de la enseñanza de la Química Analítica Cuantitativa en nuestro país. Por esa razón esta obra se complementa con los numerosos textos que existen para tal efecto.

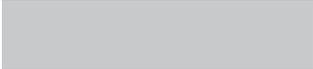
En la medida en que esta obra ayude a profesores y estudiantes en su trabajo y aprovechamiento del curso, nuestros objetivos se habrán cumplido.

Agradecemos las sugerencias y correcciones, así como la comunicación de las ventajas y dificultades que se presenten con el uso de este manual.

Los autores



PREFACIO A LA PRIMERA EDICIÓN REVISADA



Me complació leer este manual escrito por un grupo de profesores que enseñan Química Analítica. Lo diseñaron para utilizarlo como un manual de laboratorio que combina eficazmente los aspectos teóricos y la parte experimental de un curso básico de Química Analítica, dirigido a contemplar el programa de las carreras de Química Industrial, Ciencias Ambientales, Agrarias, Biológicas y Ciencias de la Salud.

Las muestras analizadas son reales, lo que conduce al estudiante a interesarse más de lo normal por lo que está aprendiendo; presiente que no es un curso más de Química Analítica sino que está muy vinculado con su carrera.

Se hacen preguntas a lo largo de los experimentos, lo cual obliga al estudiante a prepararse con antelación; el experimento deja de ser un mero sistema de adquisición de habilidades y técnicas y se transforma en una actividad que se asemeja a una investigación científica.

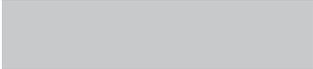
Al final de cada experimento se describe la información bibliográfica necesaria para que el interesado resuelva las preguntas y dudas que suelen aparecer en todo experimento científico.

En el texto, los autores prepararon una serie de unidades de teorías relacionadas con las prácticas descritas a lo largo de la obra, constituidas por contenidos, objetivos, asignaciones y la bibliografía que debe consultar el estudiante.

Juan A. Solano Herrera
(de grata memoria)
Catedrático y Profesor Emérito
Escuela de Química
Universidad de Costa Rica



AGRADECIMIENTOS



Nuestra más profunda y especial gratitud a nuestros profesores Lic. Juan Antonio Solano H. (d.g.m.), al Dr. Sherman Thomas J. por el interés mostrado en la revisión de la primera impresión de esta obra, así como por aportar valiosas sugerencias al Lic. Leonardo Mena Rivera, miembro de la Cátedra de Química Analítica, por su aporte en el documento de ejemplos de cálculo de las incertidumbres para algunas prácticas del curso. Ese documento será un nuevo apéndice.

Los autores

