

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN

Química Analítica

(Prácticas de laboratorio para Ingeniería Química)

Autores:

Angélica Villegas González
Ruth Martínez Reséndiz
Dalia Bonilla Martínez
Pablo Hernández Matamoros



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN
DEPARTAMENTO DE CIENCIAS QUÍMICAS
SECCIÓN DE QUÍMICA ANALÍTICA

Química Analítica III

(Prácticas de laboratorio
para Ingeniería Química)

Asignatura: Química Analítica III
Clave: 1624

Carrera: Ingeniería Química
Clave: 118

Autores:
Angélica Villegas González
Ruth Martínez Reséndiz
Dalia Bonilla Martínez
Pablo Hernández Matamoros

Fecha de revisión: 21/07/2013
Vigencia: 2013-2014

Tabla de contenido

	Pág.
I. Introducción	7
II. Objetivos	9
III. Calendario de actividades del laboratorio de Química Analítica III (IQ)	11
IV. Evaluación	13
V. Reglamento interno de laboratorio	17
VI. PRÁCTICAS	19
Práctica 1. Absorción atómica. Determinación de Bi mediante curva de calibración de estándar externo y curva de adición patrón.	19
Práctica 2. Voltamperometría. Determinación de Pb(II) mediante polarografía clásica.	27
Práctica 3. Electrogravimetría. Electrodeposición de una mezcla de Cu(II) y Ni(II).	35
Práctica 4. Reparto de la ditizona (HDz) entre cloroformo y agua en función del pH.	43
Práctica 5. Extracción de Cu(II) y Mn(II) usando oxina como agente quelante.	51
Práctica 6. Cromatografía de intercambio iónico. Separación de Ni(II) y Zn(II) con una resina aniónica en forma de cloruros.	59
Práctica 7. Cromatografía de gases. Separación de alcoholes y análisis de licores por cromatografía de gases capilar.	67
Práctica 8. Cromatografía de líquidos de alta resolución (CLAR). Determinación de cafeína en muestras diversas.	77
Anexo	83
Fichas de seguridad de sustancias químicas	83

I. Introducción

Uno de los objetivos importantes en los cursos de Química Analítica a nivel licenciatura y sobre todo en los laboratorios de enseñanza experimental, es que el alumno adquiera la experiencia y el razonamiento crítico e independiente, necesarios para abordar los problemas de trabajo que se presentan en la práctica profesional.

Problemas comunes en los laboratorios de análisis químico son la separación, identificación y cuantificación de los componentes de una mezcla, el químico cuenta con una gran diversidad de métodos y técnicas de análisis que le permiten resolverlos; el éxito en la identificación y cuantificación de un componente en una muestra real se debe en gran porcentaje a que el analista seleccione la técnica adecuada. En la actualidad los métodos utilizados pueden ser clasificados como clásicos (volumetrías, gravimetrías, extracción, intercambio iónico, etc.) e instrumentales (cromatografía de gases o líquidos, absorción atómica, voltamperometrías, polarografía, etc.).

La asignatura de Química Analítica III considera en sus cursos de laboratorio una serie de prácticas que introducen al alumno en el estudio de métodos de separación como son: el intercambio iónico, la extracción líquido-líquido, la cromatografía, la electrogravimetría, que permiten al estudiante comprender como tratar una muestra para separarla en sus componentes individuales, esto con la finalidad de eliminar interferencias y/o separar al analito de interés. Además de conocer el manejo de algunas técnicas instrumentales que son utilizadas con frecuencia en la cuantificación de diversas sustancias como: la espectroscopia de absorción atómica, espectrofotometría molecular, la polarografía, la cromatografía de gases y líquidos de alta resolución, enfocando el conocimiento a los fundamentos teóricos, pero sobre todo al funcionamiento del equipo y el tipo de muestras que se analizan por cada técnica.

También se incluyen en las prácticas el manejo de métodos estadísticos básicos, como son: estadística descriptiva, regresión lineal, etc., que permite al estudiante inferir sobre la exactitud y precisión de sus análisis. Elaboración de curvas de calibración de patrón externo y adiciones patrón como métodos de cuantificación, así como discusiones sobre la utilidad de cada uno de ellos.

Todo esto ubica a la materia como una de las más importantes dentro de los programas de Química Analítica de la carrera de Ingeniería química, sin embargo,

ésta solo enseña al alumno un número muy limitado de técnicas instrumentales, el estudiante debe consultar la bibliografía que le permite adquirir un mayor conocimiento sobre los métodos instrumentales modernos como son: la electroforesis capilar, la cromatografía de gases capilar con diversos detectores, la electrocromatografía, la cronopotenciometría, la cronoamperometría, etc.

Es por lo anterior que este manual pretende ser una guía de apoyo a los estudiantes y profesores que imparten la asignatura de Química Analítica III. En lo que concierne a técnicas o procedimientos experimentales básicos, se pretende que el alumno aplique métodos y técnicas en el área de Química Analítica, que lo introduzcan a los métodos de separación y que comprenda la importancia que tiene los procesos de obtención e interpretación de datos experimentales, para la cuantificación de algunas sustancias de interés en el curso.

Además, el contenido de cada una de las prácticas del manual le sirvan al alumno para desarrollar habilidad operatoria en el manejo de algunos equipos instrumentales básicos; también, cuidar la exactitud en las observaciones, demostrar y resolver los problemas del planteamiento de un experimento, facilitar la comprobación experimental de hechos o fenómenos que son reproducibles, cuyos conceptos teóricos han sido establecidos de antemano y al mismo tiempo, mejorar la comprensión de esos conceptos. Así mismo se pretende reafirmar los conocimientos que se adquieren a la par con otras asignaturas y así obtener un óptimo desarrollo dentro del laboratorio.

II. Objetivos

Objetivo general

El programa de la asignatura Química Analítica III de la Carrera de Ingeniería química pretende que los estudiantes tengan la capacidad de describir los métodos de separación y técnicas de cuantificación instrumentales más utilizados en la industria; además adquirir el criterio para la adecuada selección del método analítico en función a las propiedades fisicoquímicas de la sustancia a analizar, e interpretar los resultados experimentales para la cuantificación de sustancias de interés mediante el tratamiento adecuado, para lo cual se requiere de métodos estadísticos básicos.

Objetivos del curso experimental

En las sesiones experimentales se pretende que el estudiante adquiera las siguientes habilidades y destrezas:

- Preparar soluciones de uso común empleando diferentes unidades de concentración.
- Conocer los métodos de separación de intercambio iónico, extracción líquido-líquido, cromatografía y electrogravimetría, que permitan al estudiante comprender el tratamiento adecuado de una muestra, para poder cuantificar posteriormente cada uno de los analitos.
- Conocer y manejar los instrumentos de uso más frecuente en las sesiones experimentales: potenciómetro, espectrofotómetro, cromatógrafo, polarógrafo, etc.
- Aplicar métodos estadísticos básicos que permitan el adecuado tratamiento a los resultados obtenidos.

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN
SECCIÓN DE QUÍMICA ANALÍTICA

III. Calendario de actividades del laboratorio de Química Analítica III (IQ)

Semestre:

Prof.:

El curso está programado de la siguiente forma:

ACTIVIDADES	SEMANA	FECHA
Presentación general del curso, manejo de equipo básico (balanza, potenciómetro, etc.), videos	1	
Práctica de absorción atómica. Determinación de Bi y asignación de proyecto	2	
Práctica de Polarografía	3	
Práctica de Electrodeposición	4	
1ª Revisión del proyecto	5	
Examen 1	6	
Práctica de extracción de la ditizona	7	
Práctica de extracción de Cu(II) y Mn(II) usando oxina como agente quelante	8	
Práctica de intercambio iónico	9	
Práctica de Cromatografía de gases (estándar interno), tutoriales de cromatografía	10	
Práctica de cromatografía de líquidos de alta resolución	11	
2ª Revisión del proyecto, tutoriales de cromatografía	12	
Examen 2	13	

1ª sesión de experimentación del proyecto	14	
2ª sesión de experimentación del proyecto	15	
Exposición y examen oral del proyecto	16	

El curso comprende prácticas demostrativas y/o convencionales que ayudarán al estudiante en la elaboración de un proyecto final de laboratorio. Cada una de las prácticas demostrativas y/o convencionales incluye la entrega de un cuestionario previo y la elaboración de un reporte.

El proyecto es propuesto por el asesor al inicio del curso, la revisión de los avances se hace durante el semestre en las fechas establecidas, incluye la entrega del siguiente material:

- Una revisión bibliográfica
- La entrega de un diseño experimental (Pre-proyecto)
- Elaboración de un reporte
- Exposición oral

Las calificaciones resultantes por bloque se promedian para dar la calificación final de laboratorio, debiéndose tener aprobado por lo menos uno de los dos exámenes escritos.

IV. Evaluación

El curso comprende 8 prácticas que ayudarán al estudiante en la elaboración de un **proyecto** final de laboratorio. Cada una de las prácticas incluye la entrega de un cuestionario previo y la elaboración de un reporte.

Las evaluaciones del curso se realizan por cada bloque de acuerdo con los siguientes porcentajes:

EVALUACIÓN	PORCENTAJE
Cuestionarios previos	5
Trabajo de laboratorio	5
Reportes	20
Exámenes	45
Proyecto	25

Las calificaciones resultantes por bloque se promedian para dar la calificación final de laboratorio, debiéndose tener aprobado por lo menos uno de los dos exámenes escritos.

Proyecto

Descripción

En la semana 2, el profesor asignará un tema de proyecto a cada equipo de estudiantes. El equipo de trabajo deberá responder con un protocolo, el cual tendrá dos revisiones de los avances que se realizan durante el semestre en las fechas establecidas e incluye la entrega del siguiente material:

- La entrega de un diseño experimental basado en una revisión bibliográfica (**Protocolo**)
- Elaboración de un **Reporte** o **Informe de trabajo**
- Exposición oral

El **protocolo** es un documento escrito que entregarán. En él se deben incluir los siguientes puntos:

1. **Planteamiento del problema.** Es el título del proyecto que hace referencia al tema asignado por el profesor; éste comprende el análisis de una muestra elegida entre los estudiantes y los profesores con la finalidad de emplear una técnica instrumental y un método de cuantificación comprendidos en el curso.

2. **Investigación bibliográfica.** El equipo de estudiantes podrá consultar cualquier fuente de información confiable para dar resolución al problema solicitado. No se aceptará información obtenida de sitios de poca seriedad de internet, sólo se permite la búsqueda de información de artículos de revistas de alto impacto.

En la introducción, fundamentos de la determinación, entre otros, se integrará la información o datos relevantes que justifican la propuesta experimental.

3. **Propuesta experimental.** Esto corresponde a la interpretación que los estudiantes dan a toda la información recopilada, la cual presentará en forma desglosada como a continuación se expresa:

- a) **Reactivos.** Es necesario verificar que los reactivos que se propongan estén disponibles en el laboratorio, o bien en el almacén de reactivos de la Sección de Química Analítica. De no ser así, discutir con los profesores la posibilidad de sustituirlo por otro equivalente.
- b) **Preparación de soluciones.** Considerar con extremo cuidado las cantidades que se utilizarán durante el desarrollo experimental, para evitar el desperdicio o la insuficiencia de volumen de las disoluciones que se requerirán. Deben incluirse el volumen por preparar, nombre de la sustancia y concentración.
- c) **Procedimiento experimental.** Basado en la información encontrada en la literatura, o bien, propuestas personales, se realizará la descripción detallada del experimento. Mencionar en detalle: la capacidad del material de vidrio por utilizar, especificando si debe ser volumétrico o graduado, entre otros.

- d) **Diagrama de flujo.** El diagrama de flujo deberá incluir la asignación de actividades para cada una de las personas que integran el equipo de trabajo, así como una estimación del tiempo que tomará cada actividad. No olvidar que existen actividades que se pueden realizar en forma paralela, esto permite optimizar el tiempo.
 - e) **Tablas o gráficos para la recolección de resultados.** Con la finalidad de que los resultados puedan ser transferidos durante el transcurso del desarrollo experimental, se propondrán tablas para ser completadas con la información experimental, y en caso de que amerite, incluir el gráfico en el que se puedan representar los datos tabulados.
 - f) **Resultados esperados o respuesta esperada.** En este sentido deberá manifestarse la tendencia que se espera gráficamente, si esto es posible, o un resultado analítico si la expectativa es un valor único.
4. **Referencias.** Para el informe de trabajo del proyecto, además de lo presentado anteriormente, se incluirán:
5. **Resultados y discusión.** Deben ir presentándose de manera simultánea los resultados y la discusión, recuérdese que en todo libro o artículo se discuten los resultados a la par en que éstos se presentan.
6. **Conclusiones.** Se caracterizan por ser concretas y están en relación directa con los objetivos del proyecto.
7. **Referencias (adicionales al protocolo).** En este punto se anexarán las consultas realizadas por el hecho de justificar los resultados experimentales o explicar los inconvenientes presentados durante el desarrollo empírico del proyecto.

V. Reglamento interno de laboratorio

- 1.** Es obligatorio el uso de bata y lentes de seguridad en el laboratorio. No se permite quitarse el equipo de seguridad durante la sesión experimental.
- 2.** Se deberán conservar limpias las instalaciones (en especial campanas de extracción, canaletas y tarjas de las mesas de laboratorio), el material y el equipo de trabajo (incluyendo balanzas analíticas) al inicio y al final de cada sesión experimental.
- 3.** Se deberá guardar orden y disciplina dentro del laboratorio y durante la sesión experimental, y queda prohibida la entrada a personas ajenas al mismo.
- 4.** Queda estrictamente prohibido fumar y consumir alimentos dentro del laboratorio, ya que muchas de las sustancias químicas que se emplean son inflamables y/o tóxicas.
- 5.** Es importante que antes de trabajar, el usuario conozca las características de las sustancias químicas que va a utilizar para que puedan ser manipuladas adecuadamente (consultar fichas de seguridad).
- 6.** Para la extracción de líquidos que contengan sustancias químicas, se deberán emplear perillas de hule y nunca succionar con la boca.
- 7.** Los reactivos químicos no deberán ser manipulados con las manos, se requerirá usar los implementos adecuados como pipetas, espátulas, cucharas, etc.
- 8.** Después de haber manipulado sustancias químicas es necesario lavarse las manos con agua y jabón.
- 9.** Si se utilizan mecheros, parrillas o cualquier otro aparato, se deberá estar atento en su manipulación para evitar un accidente.
- 10.** En caso de ingestión, derrame o algún accidente dentro del laboratorio, este deberá ser notificado al asesor o al laboratorista del grupo, con previa consulta de las fichas de seguridad.

- 11.** Al término de la sesión experimental, las disoluciones empleadas deberán regresarse a su lugar de resguardo ubicado en el anaquel.
- 12.** Los desechos resultantes de cada experimento deberán eliminarse adecuadamente, previa consulta de las fichas de seguridad y con el apoyo del asesor.
- 13.** Cuando el desecho no pueda ser eliminado, deberá resguardarse en un contenedor adecuado y debidamente etiquetado, posteriormente colocarlo en el anaquel destinado para ello.
- 14.** Antes de iniciar las actividades experimentales se le solicitará al laboratorista el material y equipo necesarios, para ello, una persona responsable del equipo dejará su credencial (de la UNAM) en depósito y firmará un vale por el material y equipo recibidos. En caso de que existiera un defecto en el material o equipo recibido, éste deberá ser anotado en el vale.
- 15.** Es responsabilidad del alumno revisar el estado en que recibe el material, ya que al término de la sesión experimental lo debe regresar en buenas condiciones y perfectamente limpio.
- 16.** En caso de extravío o daño del material o equipo de laboratorio, se extenderá un vale de adeudo con los nombres de todos los integrantes del equipo y quedará retenida la credencial del responsable del daño o extravío del material o equipo hasta su reposición.
- 17.** Los alumnos que adeuden material de laboratorio deberán reponerlo a la mayor brevedad posible, o a más tardar el último día de realización de prácticas, de lo contrario los deudores serán reportados al Departamento de Servicios Escolares y no podrán inscribirse en el siguiente semestre.
- 18.** El número máximo de alumnos que podrán permanecer en el cuarto de balanzas será el mismo que el número de balanzas disponibles.
- 19.** Cuando sea asignada una gaveta en el laboratorio a los alumnos, por razones de olvido o pérdida de la llave, queda prohibido forzarla; deberán hacer la solicitud de apertura al responsable del laboratorio, previa autorización del profesor del grupo en el que están inscritos los alumnos. La gaveta podrá usarse hasta la semana 15 del semestre, por lo cual se deberá desocupar en dicha semana.

VI. Prácticas

Práctica 1

Absorción atómica. Determinación de Bi mediante curva de calibración de estándar externo y curva de adición patrón

Introducción

La mayoría de los compuestos a temperatura suficientemente alta, se descomponen en átomos en fase de vapor. En espectroscopía atómica, las muestras se vaporizan y la concentración de átomos se determina midiendo la absorción o emisión a longitudes de onda característica. Dada su gran sensibilidad, su capacidad para distinguir un elemento de otro en muestras complejas, así como para realizar análisis multielemental simultáneo, y la facilidad con que se puede analizar automáticamente muchas muestras, la espectroscopía atómica es una técnica de gran importancia, especialmente en instalaciones industriales.

Objetivos

- Familiarizarse con los conceptos de absorción, emisión y fluorescencia atómica.
- Conocer los componentes y el manejo de un espectrofotómetro de absorción atómica.
- Cuantificar Bismuto en una muestra problema, empleando una curva de calibración de patrón externo y una curva de adiciones patrón.

Cuestionario previo

1. ¿En qué consisten los fenómenos de absorción, emisión y fluorescencia a nivel atómico?
2. ¿Cuál es el efecto de la temperatura en la absorción y emisión atómica?
3. ¿Cómo son los espectros en absorción atómica y qué relación tienen con el ancho de una línea espectral?

4. ¿Cómo se define la sensibilidad y el límite de detección en absorción atómica?
5. Describa los diferentes tipos de interferencia que existen en absorción atómica.
6. Dibuje y describa brevemente los componentes básicos de un espectrofotómetro de absorción atómica.
7. ¿Qué es y cómo funciona una lámpara de cátodo hueco?
8. ¿En qué consiste el método de adiciones patrón y cuál es su utilidad; en qué casos es conveniente utilizar este método?
9. Realicen los cálculos de las soluciones para la práctica, adicional a ello deberán traer 5 tabletas de Pepto-Bismol por equipo.

Parte experimental

Preparación de HNO_3 0.01M

- Realice los cálculos necesarios para 1 litro de disolución 0.01M de ácido nítrico aforado con agua desionizada (**disolución ácida**).

Preparación de la solución stock

- Preparar 100 mL de una solución estándar de 250 $\mu\text{g/mL}$ de **bis-muto elemental** a partir del reactivo analítico $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, utilizando para el aforo la disolución ácida.

Preparación de la muestra

- Se pesan 5 tabletas de Pepto-Bismol (subsalicilato de bismuto), calcule el peso promedio por tableta, posteriormente se trituran las tabletas en un mortero. Pesar la cantidad de 170 mg de polvo de tableta. Coloque el polvo en un vaso de precipitado, agregué aproximadamente 3 mL de HNO_3 del reactivo analítico, 10 mL de la disolución ácida, calentar y agitar aproximadamente de 5 a 10 minutos. Por último filtre hasta que la disolución se presente transparente y afore a 100 mL (utilizando para el aforo la disolución ácida).

Preparación de curva de calibración de estándar externo

La tabla 1 muestra los volúmenes necesarios de solución stock y de la muestra para la preparación de la curva:

Tabla 1. Preparación de la curva de calibración de estándar externo

Sistema	BCO	1	2	3	4	5	Problema
V_{STOCK} 250 ppm (mL)	0	1	2	3	4	5	0
V_{MUESTRA} (mL)	0	0	0	0	0	0	3
V_{AFORO} (mL)	25	25	25	25	25	25	25

*Recuerde que los volúmenes se miden con pipetas volumétricas. Todos los sistemas se aforan con la disolución ácida.

- Determinar la absorbancia de cada sistema en las condiciones de funcionamiento óptimo previsto en el manual del instrumento de absorción atómica para el bismuto, empleando flama como sistema de atomización. Anotar los datos de absorbancia en la tabla 3.
- Determinar la absorbancia de la solución problema.

Preparación de la curva de adición patrón

- A partir de la solución stock preparar una solución estándar de 125 ppm de Bi elemental.
- La tabla 2 muestra los volúmenes necesarios de solución estándar y de muestra para la preparación de la curva de adiciones patrón.

Tabla 2. Preparación de la curva de adición patrón

Sistema	BCO	0	1	2	3	4	5	6
$V_{\text{ESTÁNDAR}}$ 125 ppm (mL)	0	0	1	2	3	4	5	6
V_{PROBLEMA} (mL)	0	2	2	2	2	2	2	2
V_{AFORO} (mL)	25	25	25	25	25	25	25	25

*Recuerde que los volúmenes se miden con pipetas volumétricas. Todos los sistemas se aforan con la disolución ácida.

- Determinar la absorbancia de cada sistema y aspirar agua desionizada entre cada sistema. Anotar los datos de absorbancia en la tabla 4.

Medidas de seguridad y disposición de residuos

- Los sistemas obtenidos de ambas curvas se deben neutralizar con NaOH hasta valor de pH entre 5.5 y 10, verter en el desagüe con suficiente agua.

Resultados

Tabla 3. Resultados de curva por patrón externo

Sistemas	[Bi] _{estándar} (ppm)	Absorbancia
0		
1		
2		
3		
4		
5		
Muestra		
m =		
b =		
r =		

Cada tableta de Pepto-Bismol contiene__mg de subsalicilato de bismuto

Tabla 4. Resultados de curva de adición patrón

Sistemas	[Bi] _{estándar} (ppm)	Absorbancia
0		
1		

2		
3		
4		
5		
6		
m =		
b =		
r =		

Cada tableta de Pepto-Bismol contiene__mg de subsalicilato de bismuto

Informe de trabajo

Puntos mínimos que debe contener el reporte

Curva de calibración por patrón externo

1. Construir una curva de calibración de $A = f([Bi]_{Std})$.
2. Determinar si la curva de calibración presenta un comportamiento lineal, si no lo es, explicar las causas de la no-linealidad.
3. Determinar la concentración de bismuto en la muestra y determinar la cantidad de principio activo (subsalicilato de bismuto) por tableta.
4. Calcular la sensibilidad analítica de bismuto, es decir la concentración que daría una $A = 0.0044$ o transmitancia = 0.99 tomando como base la absorbancia la primer lectura de la curva de calibración.

Curva de calibración por adiciones patrón

5. Realizar el gráfico de $A = f([Bi]_{Std})$.
6. Decir si es lineal la curva de adiciones patrón, si no lo es, explicar las causas de la no-linealidad.
7. Determinar la concentración de bismuto en la muestra y determinar la cantidad de principio activo (subsalicilato de bismuto) por tableta.

8. Comparar ambos métodos de cuantificación. Discutir ampliamente sobre las ventajas y desventajas de cada método.
9. ¿Cuál es el % de pureza de subsalicilato de bismuto en la muestra?
10. ¿Cuál es el % de principio activo con respecto al marbete?
11. ¿Cuál de los dos resultados es importante para un análisis de control de calidad?

Bibliografía

1. Harris, D. C. (2001). *Análisis químico cuantitativo*. (2ª ed.). Barcelona: Reverté.
2. Skoog, D. A. & Leary, J. J. (1994). *Análisis instrumental*. (4ª ed.). España: McGraw Hill Interamericana de España.
3. Pietrzyk, D. J. (1983). *Química analítica*. (2ª ed.). México: Nueva Editorial Interamericana.
4. Sawyer, D. T. & Heineman, W. R. (1984). *Chemistry experiments for instrumental methods*. USA: John Wiley & Sons. Inc.
5. Christian, G. D. (1990). *Química analítica*. (2ª ed.). México: Limusa.
6. Bender, G. T. & Ph. D. (1987). *Métodos instrumentales de análisis en química analítica*. España: Acribia.
7. Willard, H. H. & Merritt L. L. Jr. (1991). *Métodos instrumentales de análisis*. México: Grupo Editorial Iberoamericana.
8. Strobel, H. A. (1974). *Instrumentación química*. México: Limusa.
9. Robinson, J. F. & Robinson, K. A. (2000). *Química analítica contemporánea*. México: Prentice- Hall Hispanoamericana.
10. Hargis, L. G. (1988). *Analytical chemistry. Principles and techniques*. Prentice Hall.

Anexo

Subsalicilato de bismuto ($\text{C}_6\text{H}_5\text{BiO}_4$) tiene un peso molecular de 362.11 g/mol.

Práctica 2

Voltamperometría. Determinación de Pb(II) mediante polarografía clásica

Introducción

La base de todos los métodos electroanalíticos, radica en el estudio profundo de las reacciones electroquímicas que involucran el intercambio de electrones (reacciones redox), por lo que cuando los electrones se hacen fluir por un circuito eléctrico, es posible obtener información acerca de la reacción. Todas las mediciones eléctricas básicas, como la corriente, resistencia y voltaje, se han empleado solas o en combinación para propósitos analíticos. Así el campo de la electroanalítica abarca una amplia variedad de técnicas, basadas en los diversos fenómenos que tienen lugar dentro de una celda electroquímica.

En la polarografía, tanto el electrodo como la solución permanecen casi sin movimiento, estáticos, en cuyo caso, después de iniciarse la electrólisis, los gradientes de concentración en los electrodos dependen del tiempo o están controlados por la difusión. Se realiza la electrólisis de la solución problema en una celda electroquímica que contiene un microelectrodo de gota de mercurio, y se sigue el proceso midiendo simultáneamente la corriente que circula por el circuito y el potencial aplicado. La relación intensidad-voltaje es graficada y se utiliza luego para determinar la identidad y la concentración de las especies químicas que reaccionan en el microelectrodo.

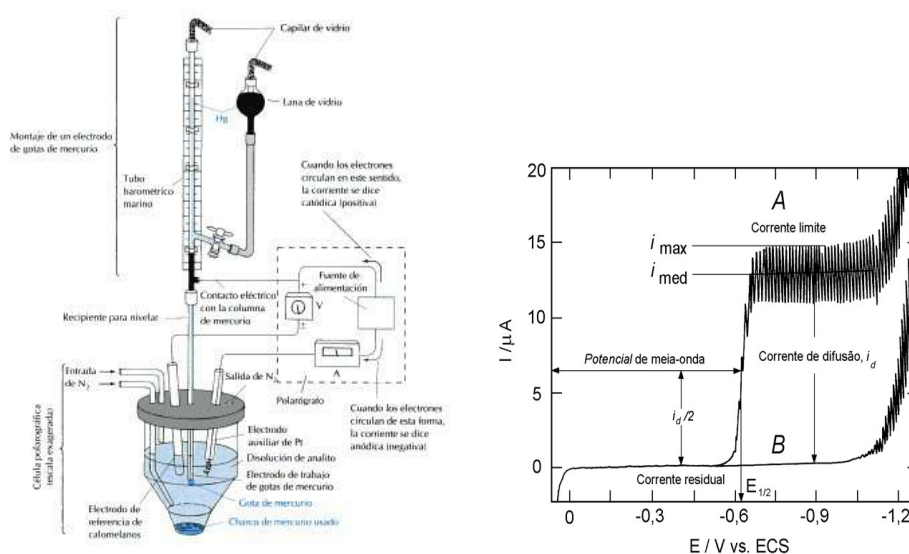


Figura 1. Aparato clásico de polarografía y polarograma

Objetivos

- Conocer el fundamento y el uso de un polarógrafo con electrodo goteante de mercurio.
- Identificar las reacciones electroquímicas asociadas a cada meseta y muro bajo las condiciones experimentales.
- Determinar el potencial de media onda y la corriente límite de difusión de una meseta en un polarograma experimental con fines analíticos.
- Determinar la concentración de una solución problema de plomo, mediante una curva de adiciones patrón.

Cuestionario previo

1. Definir la voltamperometría, y particularmente la polarografía clásica.
2. Explique lo que es una curva intensidad vs. potencial (i vs. E).
3. Explique si la polarografía clásica es una técnica de macro o micro electrólisis.
4. ¿Qué es la corriente residual y cuál es su naturaleza?

5. Defina: corriente de convección, corriente de migración, corriente de difusión y explique cuál de estas es proporcional a la concentración del analito.
6. Explique qué es un electrolito soporte y su función primordial.
7. ¿Qué es una onda polarográfica y qué factores la determinan?
8. ¿Qué es el potencial de media onda y su relación con el potencial normal?
9. Explique las formas de las curvas i vs. E para un sistema rápido y lento.
10. ¿Qué es un electrodo de gota de mercurio?

Parte experimental

Equipo

- Polarógrafo POL110
- Electrodo indicador: gota de mercurio
- Electrodo de referencia: electrodo de calomel saturado (ECS)
Contraelectrodo: electrodo de platino

Condiciones de operación del equipo

Tabla 1. Condiciones de operación del polarógrafo POL110

E_{inicial}	$E_{\text{intermedio}}$	E_{final}	I rango	ΔT	ΔE	Ciclo	Baudios
250 mV	0 mV	-1400 mV	100 μA	0.033 seg	10 mV	Simple	19200

Trazo de los polarogramas

1. Se trazarán los polarogramas de los diferentes sistemas descritos según la tabla 2.

Tabla 2. Soluciones de trabajo

Sistemas	Electrólito soporte HAc/Ac ⁻ 0.5 M pH = 5 (mL)	Solución problema (mL)	Solución estándar Pb(NO ₃) ₂ 0.1M (mL)
0	50	0	0
1	50	0.25	0
2	50	0.25	0.125

3	50	0.25	0.250
4	50	0.25	0.375
5	50	0.25	0.500
6	50	0.25	0.625

Obtención de los polarogramas

2. Se trazan los polarogramas del electrolito soporte (sistema 0), sin burbujear nitrógeno y después burbujearlo durante aproximadamente 10 minutos de 250 mV a - 1900 mV.
3. A partir del sistema 0 se van preparando en forma sucesiva los sistemas del 1 al 6 y se trazan los demás polarogramas de acuerdo con la tabla 2. Se burbujea nitrógeno aproximadamente 1 minuto después de cada adición.
4. Se identifica la meseta producida por el plomo y se elige un potencial adecuado para leer la corriente límite de difusión (i_{DPb}), restando previamente la corriente residual del sistema 0.
5. Trazar la curva de calibración de $i_{DPb} = f(\text{mL estándar})$ y calcular su correlación.
6. Calcular la concentración de plomo en la solución problema.

Medidas de seguridad y disposición de residuos

- El mercurio es un metal altamente tóxico; no lo toque con las manos ni lo vierta a la tarja. Vacíe los residuos en un contenedor.
- Antes de comenzar a correr la primera muestra, hay que tener cuidado de que el tubo de mercurio que se dirige a la muestra no forme burbujas.
- La solución obtenida de la curva de adiciones patrón contiene plomo, por lo que se deberá resguardar en un frasco perfectamente etiquetado.

Resultados

Tabla 3. Resultados de la curva de adiciones patrón

Sistemas	[Pb(II)] _{estándar} (M)	i_{DPb} (μA)
1		
2		
3		
4		
5		
6		
m =		
b =		
r =		

Informe de trabajo

Puntos mínimos que debe contener el reporte

1. Establecer las formas químicas predominantes del Pb(II) bajo las condiciones de amortiguamiento experimentales.
2. Asociar a cada muro y meseta la reacción electroquímica correspondiente.
3. Determinar los valores de potenciales de media onda para cada meseta.
4. Calcular los valores de potencial de media onda teóricos y compararlos con los obtenidos experimentalmente a partir de las curvas i vs. E (considerar el mismo sistema de referencia). Explicar las diferencias.
5. Calcular el potencial de media onda del par $PbY'/Pb(Hg)$.
6. Calcular la concentración de Pb(II) de la solución problema.

Datos:

Pb(II)/ Pb (Hg)	$E_{1/2} = - 0.405 \text{ V (HNO}_3 \text{ 1M con respecto a ECS)}$
Pb(OH)_n^{2-n}	$\text{Log } \beta_1 = 7.82, \text{ Log } \beta_2 = 10.85, \text{ Log } \beta_3 = 14.58$
Pb(Ac)_n^{2-n}	$\text{Log } \beta_1 = 2.52, \text{ Log } \beta_2 = 4.0, \text{ Log } \beta_3 = 6.4, \text{ Log } \beta_4 = 8.5$
PbY^{-2}	$\text{Log } \beta_1 = 18.0$
$\text{PbHY}^- / \text{PbY}^{-2}$	$\text{pKa} = 2.8$
HAc/Ac^-	$\text{pKa} = 4.76$
H_4Y	$\text{pKa's} = 2.07, 2.75, 6.24, \text{ y } 10.34$

Bibliografía

1. Charlot, G. (1971). *Curso de química analítica general*. Barcelona: Toray-Masson.
2. Charlot, G. (1975). *Química analítica general*. Tomos I al IV. Barcelona: Toray-Masson.
3. Charlot, G. & López, J. A. (1973). *Las reacciones electroquímicas*. Barcelona: Toray-Masson.
4. Ewing, G. W. (1978). *Métodos instrumentales de análisis químicos*. México: Mc Graw-Hill.
5. Harris, D. C. (1992). *Análisis químico cuantitativo*. México: Iberoamericana.
6. Robinson J. F. & Robinson K. A. (2000). *Química analítica contemporánea*. México: Pearson Education.
7. Sánchez, B. P. (1981). *Química electroanalítica (Fundamentos y aplicaciones)*. España: Alhambra.
8. Skoog D. A., Holler F.J. & Nieman T. A. (2001). *Principios de análisis instrumental* (5ª ed.). Madrid: Mc Graw Hill.
9. Vassos, B. H. & Ewing G. W. (1987). *Electroquímica analítica*. México: Limusa.

Práctica 3

Electrogravimetría. Electrodeposición de una mezcla de Cu(II) y Ni(II)

Introducción

El análisis electrogravimétrico o de electrodeposición, se basa en depositar electrolíticamente el analito en forma de sólido sobre la superficie del electrodo. El aumento de masa del electrodo nos indica cuánto analito había presente.

En esta técnica electroanalítica los equilibrios se establecen de manera efectiva con una agitación vigorosa de la solución, usando un agitador magnético o haciendo girar uno de los electrodos, de tal forma que los gradientes de concentración se eliminan por completo o casi por completo. Con ello, el potencial del electrodo está relacionado a la concentración del analito por medio de la ecuación de Nernst.

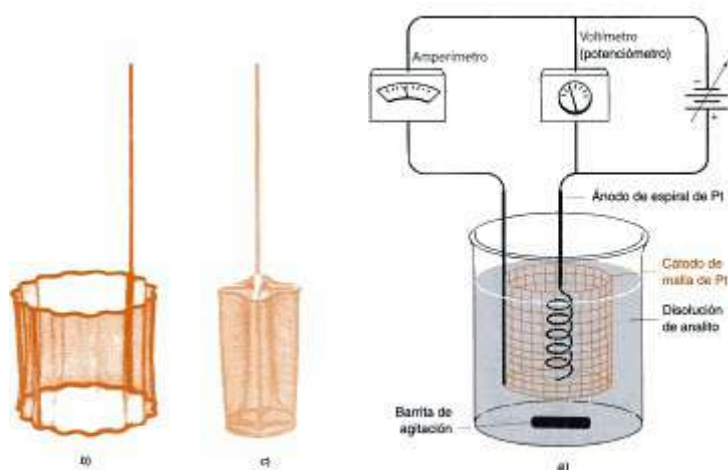


Figura 1. Aparato para análisis electrogravimétrico y electrodos de malla de platino

Típicamente, el analito se deposita sobre un cátodo de malla de Pt, químicamente inerte, que se ha limpiado cuidadosamente. Posteriormente se realizan ensayos para saber si la reacción ha sido completa, como pueden ser: observar la desaparición del color de una disolución de la que se ha eliminado la especie que la colorea; comprobar si sigue habiendo deposición en una nueva superficie del electrodo que antes no estaba sumergida en la disolución; o bien, sacar una pequeña muestra de la disolución y hacer un análisis cualitativo para ver si aún queda analito.

El análisis electrogravimétrico sería sencillo si sólo interviniese un analito en una disolución, sin embargo, en la práctica puede haber otras especies electroactivas que interfieran. El agua por ejemplo es electroactiva, y puede descomponerse a un voltaje determinado, produciendo burbujas de gases que interfieren en la deposición de sólidos. A causa de estas complicaciones, para realizar un buen análisis es importante controlar el potencial del electrodo.

Objetivos

- Identificar las diferentes técnicas para llevar a cabo una electrodeposición, así como los principios fundamentales en que se basan estas técnicas.
- Determinar el método electrogravimétrico que permita llevar a cabo la separación cuantitativa de una mezcla de cationes en disolución acuosa.
- Evaluar si la electrodeposición se realiza con rendimiento adecuado para fines cuantitativos.

Cuestionario previo

1. ¿Qué es una reacción electroquímica?
2. Enunciar la primera Ley de Faraday.
3. ¿Cuál es la diferencia entre una determinación electrogravimétrica y coulombimétrica?
4. ¿Qué es un sistema rápido o reversible y lento o irreversible?
5. Definir los conceptos de electrólisis, macro y micro electrólisis.
6. ¿Qué es una electrodeposición a potencial y a intensidad controlada; cuál es más selectiva? Explicar ampliamente.
7. ¿Qué es un dominio de electroactividad y de qué depende?
8. ¿Qué es una sustancia electroactiva?
9. Las reacciones electroquímicas del agua ¿son lentas o rápidas sobre electrodo de platino?

10. Expresar las reacciones electroquímicas de los muros de oxidación y reducción en medio ácido, neutro, básico, en medio acuoso y con un electrodo de platino. ¿Cómo afecta el pH la posición del muro en la curva i vs E en cada caso?
11. Mencione algunas aplicaciones de los procesos de electrodeposición.
12. Elabore Ios D.Z.P. $pNH_3 = f(pH)$ para los metales Ni(II) y Cu(II).

Parte experimental

Electrodeposición a intensidad controlada

a) Electrodeposición de cobre

1. En un vaso de precipitados de 100 mL se colocan 50 mL de una mezcla de Cu(II) y Ni(II) de concentraciones conocidas, y se añade 1 mL de H_2SO_4 1:1.
2. Introducir dos electrodos de rejilla de platino (limpios y pesados) dentro del vaso, y agregar agua destilada hasta que el nivel de la solución se encuentre aproximadamente 3.0 cm por debajo de la parte superior de las rejillas.
3. Se enciende el agitador, y si es necesario, se alinean los electrodos de tal manera que en la agitación no se toquen entre ellos. Se aplica intensidad a 0.5 amperes (A) durante todo el proceso (la deposición de cobre se observa por la aparición de un depósito rojizo).
4. Después de 20 minutos, añadir agua destilada para elevar el nivel de la solución y observar si continua el depósito de cobre en la superficie recién cubierta del electrodo; si es así, se continua el proceso por 10 minutos más o hasta que se demuestre la desaparición del cobre en la solución.
5. Al finalizar el proceso se sacan los electrodos de la solución y se lavan sin interrumpir la fuerza electromotriz. La solución resultante se conserva para efectuar el procedimiento de la siguiente sección (b).
6. Se interrumpe la fuerza electromotriz, se retira el cátodo, se lava con etanol, se seca en la estufa durante unos minutos a 110 °C, se enfría y se pesa.

7. Disolver el depósito introduciendo el electrodo en HNO_3 1:1. (En este proceso se desprenden óxidos de nitrógeno, por lo que debe realizarse en la campana de extracción). Finalmente, el electrodo se lava, se seca y se pesa.

b) Electrodeposición de níquel

8. La solución proveniente de la sección anterior se neutraliza con amoníaco concentrado (verificar con papel indicador de pH) y se agregan 15 mL en exceso.
9. Se le introducen los electrodos de rejilla de platino, se enciende el agitador, se aplica una intensidad de corriente de 0.6 amperes y se sigue el mismo procedimiento que en el caso de cobre, excepto que el proceso se detiene cuando la prueba de la dimetilglioxima* resulta negativa.
10. Lavar el cátodo con etanol, secarlo y pesarlo. Disolver el depósito de níquel con HNO_3 1:1 y nuevamente lavar, secar y pesar.

Electrodeposición a potencial controlado

a) Electrodeposición de cobre

1. En un vaso de precipitados de 100 mL, se colocan 50 mL de una mezcla de Cu(II) y Ni(II) de concentraciones conocidas y se añade 1 mL de H_2SO_4 1:1.
2. Introducir dos electrodos de rejilla de platino (limpios y pesados) dentro del vaso y agregar agua destilada hasta que el nivel de la solución se encuentre aproximadamente 3.0 cm por debajo de la parte superior de las rejillas.
3. Realizar el montaje experimental de la figura 1.
4. Se enciende el agitador y si es necesario, se alinean los electrodos de tal manera que en la agitación no se toquen entre ellos. Se enciende el agitador y se ajusta el potencial del cátodo a -300 mV (ECS). No permita que el potencial impuesto sea menor de - 300mV (ECS).

5. Después de 10 minutos, añadir agua destilada para elevar el nivel de la solución y observar si continúa el depósito de cobre en la superficie recién cubierta del electrodo. Si es así, se continua el proceso por 20 minutos más, o hasta que se demuestre la desaparición del cobre en la solución.
6. Al finalizar el proceso, se sacan los electrodos de la solución y se lavan sin interrumpir la fuerza electromotriz. La solución resultante se conserva para efectuar el procedimiento de la siguiente sección (b).
7. Se interrumpe la fuerza electromotriz, se retira el cátodo, se lava con etanol, se seca en la estufa durante unos minutos a 110 °C, se enfría y se pesa.
8. Disolver el depósito introduciendo el electrodo en HNO_3 1:1. (En este proceso se desprenden óxidos de nitrógeno, por lo que debe realizarse en la campana de extracción). Finalmente, el electrodo se lava, se seca y se pesa.

b) Electrodeposición de níquel

9. La solución proveniente de la sección anterior se neutraliza con amoníaco concentrado (verificar con papel indicador de pH) y se agregan 15 mL en exceso.
10. Se le introducen los electrodos de rejilla de platino, se enciende el agitador, se ajusta y se realiza el electro ajustando el potencial a -1350 mV (ECS) aproximadamente, y se sigue el mismo procedimiento que en el caso de cobre, excepto que el proceso se detiene cuando la prueba de la dimetilglioxima* resulta negativa.
11. Lavar el cátodo con etanol, secarlo y pesarlo. Disolver el depósito de níquel con HNO_3 1:1 y nuevamente lavar, secar y pesar.

***Nota:**

Cuando realice la prueba de la dimetilglioxima, tenga cuidado de que el pH de la solución se encuentre alcalino.

Medidas de seguridad y disposición de residuos

- La disolución resultante para el lavado de los electrodos de HNO_3 se debe neutralizar con NaOH hasta valor de pH entre 5.5 y 10, verter en el desagüe con suficiente agua.
- A las soluciones provenientes del estudio de electrodeposición a intensidad y potencial constante se les mide el pH y si este se encuentra entre 5.5 y 10 se desecha directamente en la tarja con suficiente agua.

Resultados

	% Cu recuperado	% Ni recuperado
Potencial controlado		
Intensidad impuesta		

Informe de trabajo

Puntos mínimos que debe contener el reporte

1. Establecer las reacciones electroquímicas que tienen lugar en cada uno de los electrodos durante el análisis electrogravimétrico, considere las condiciones de trabajo.
2. Justificar por qué mediante el control de pH (adición de H_2SO_4 y amoníaco) es posible llevar a cabo la electrodeposición de cada metal.
3. Explicar cada una de las condiciones experimentales seguidas en la técnica.
4. Explicar de qué manera influye la composición del electrolito en la cuantitatividad del electrodeposición.
5. En el método a potencial controlado, justificar los valores de potenciales a los que se controla el potencial del cátodo.
6. Calcular el porcentaje de metal electrodepositado.
7. Proponer un esquema sencillo y completo de los circuitos eléctricos empleados en las electrodeposiciones efectuadas en la práctica.
8. Conclusiones.

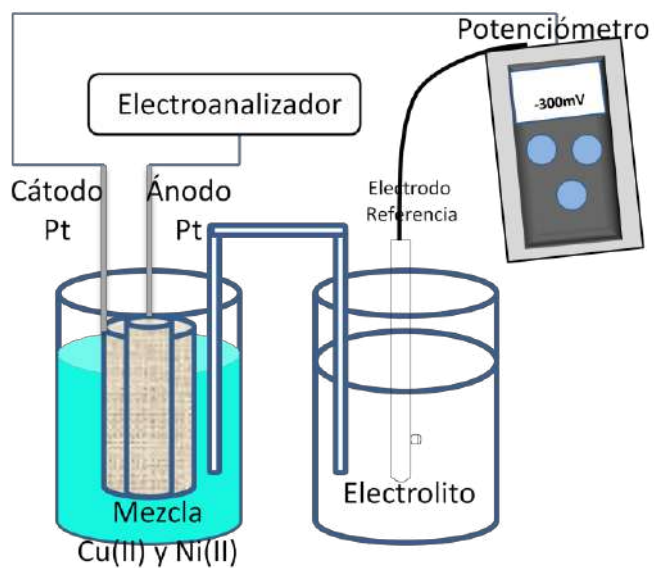


Figura 2. Montaje experimental para el estudio de electrodeposición a potencial constante

Bibliografía

1. Charlot, G. (1971). *Curso de química analítica general*, Barcelona: Toray-Masson.
2. Charlot, G. (1975). *Química analítica general*. Tomos I al IV. Barcelona: Toray-Masson.
3. Charlot, G. & López J. A. (1973). *Las reacciones electroquímicas*. Barcelona: Toray-Masson.
4. Ewing, G. W. (1978). *Métodos instrumentales de análisis químicos*. México: Mc Graw-Hill.
5. Harris, D.C. (1992). *Análisis químico cuantitativo*. México: Iberoamericana.
6. Robinson J.F. & Robinson K.A. (2000). *Química analítica contemporánea*. México: Pearson Education.
7. Sánchez, B. P. (1981). *Química electroanalítica (Fundamentos y aplicaciones)*. España: Alhambra.
8. Skoog D.A., Holler F.J. & Nieman T.A. (2001). *Principios de análisis instrumental*. (5ª ed.). Madrid: Mc Graw-Hill.
9. Vassos, B.H. & Ewing G.W. (1987). *Electroquímica analítica*. México: Limusa.

Práctica 4

Reparto de la ditizona (HDz) entre cloroformo y agua en función del pH

Introducción

La extracción líquido-líquido constituye uno de los métodos más importantes de separación y pre concentración analítica. Los procesos de extracción son utilizados como auxiliares en determinaciones cuantitativas y cualitativas. En los últimos años la extracción líquido-líquido se ha convertido en uno de los métodos de separación más usados en los laboratorios analíticos, debido a importantes ventajas tales como la rapidez, eficiencia, sencillez y gran campo de aplicación. La técnica puede llevarse a cabo a toda escala de trabajo, desde el microanálisis hasta procesos industriales.

Además se aplica tanto para componentes en alta concentración, como para trazas de elementos. Se emplea muy a menudo a escala de laboratorio e industrial con distintas finalidades como son:

- a) Técnica de concentración de trazas.
- b) Fines de separación de elementos interferentes.
- c) Facilitar la determinación analítica, que a veces no es factible o se dificulta en medio acuoso.
- d) Técnica de preparación y purificación de reactivos.
- e) Técnica para la determinación de constantes que rigen sistemas químicos.

La extracción líquido-líquido es una técnica de separación de los procesos de reparto o distribución, que se basan en la transferencia de una o más sustancias entre dos fases inmiscibles puestas en contacto íntimo entre sí, con la finalidad de incrementar la fracción molar de un componente de la mezcla inicial con relación a los demás. Estos procesos son fundamentalmente de tipo físico, basándose la separación en la diferencia de solubilidad de los solutos entre las dos fases y las fuerzas puestas en juego en procesos de partición, los cuáles comprenden equili-

brios de distribución a los que se le aplican relaciones termodinámicas, tales como la constante de distribución o reparto, la regla de las fases, las expresiones de Gibbs, Causius-Clapeyron, entre otras.

Desde el punto de vista operativo, la extracción líquido-líquido puede realizarse de tres maneras: a) simple, b) sucesiva y c) varias etapas; en este último caso la técnica se denomina extracción a contracorriente o reparto Craig.

Los factores esenciales de que se disponen para mejorar las separaciones por extracción son: la solubilidad de los compuestos minerales en los reactivos orgánicos, el pH de la disolución acuosa, la formación de complejos neutros, la variación de los disolventes, el cambio de los coeficientes de actividad y algunos otros.

Existe una variedad de condiciones técnicas para llevar a cabo el proceso de extracción, siendo necesario seleccionar las adecuadas para conseguir la separación completa del soluto. Algunas de estas condiciones técnicas son: relación de volúmenes de fase, tiempo y forma de agitación, separación de fases y temperatura.

Las dos características fundamentales de un método analítico son la selectividad y sensibilidad, sin embargo, no son suficientes para solucionar problemas reales. Las muestras contienen normalmente especies de características semejantes, que implican interferencias en la detección individual; la etapa previa de separación es indispensable para eliminar las especies perturbadoras o bien aislar la especie problema, por ello la aplicación de las técnicas de extracción es importante.

Objetivos

- Establecer espectrofotométricamente el reparto de la ditizona (HDz) entre cloroformo y agua en función del pH.
- Obtener la gráfica de % R_{DZ} experimental en función del pH y comparar con la gráfica teórica.

Cuestionario previo

1. Definir el reparto o distribución simple y explicar los factores que lo afectan.
2. ¿Cuáles son las características que deben de poseer los disolventes entre sí para ser utilizados en extracción líquido-líquido?

3. Mencionar tres pares de disolventes inmiscibles entre si y su densidad respectiva.
4. Definir el concepto de Rendimiento en extracción.
5. Describir las propiedades físicas y químicas de la ditizona que sean de interés para la práctica.

Parte experimental

Preparación de sistemas acuosos a diferentes pH's

1. Se colocan en un vaso de precipitado aproximadamente 100 mL de agua desionizada y se ajusta el pH a 1 con la cantidad necesaria de HCl o NaOH y la ayuda de un pHmetro.
2. Preparar 6 sistemas adicionales para los siguientes pH's = 3, 5, 7, 9, 11, 13 y se procede como se describió en el paso anterior.

Procedimiento

Parte I (Preparación de los sistemas de extracción)

1. Colocar en un embudo de separación de 60 mL limpio y seco, 10 mL de agua desionizada con pipeta volumétrica en la cual, previamente, el pH se ajustó a 1.0
2. Agregar 5 mL de ditizona/ CHCl_3 2.5×10^{-5} M con una pipeta volumétrica (en ese mismo embudo)
3. Agitar por 3 minutos y anotar las observaciones: color y apariencia de las fases. (Tabla 2).
4. Separar las fases guardando la fase orgánica en matraces volumétricos de 10 mL (asegurándose que estén perfectamente secos con acetona) y la fase acuosa en tubos de ensayo.
5. Repetir los pasos anteriores a los pH's faltantes (3, 5, 7, 9, 11, 13) ayudarse de la tabla 1.

Parte II (Obtención de espectros y datos experimentales)

6. Obtener el espectro de absorción de la fase acuosa (al sistema con pH = 13) entre 300-700 nm, utilizando el agua desionizada como blanco. (Determinar la $\lambda_{\text{máxima}}$).
7. Obtener el espectro de absorción de la fase orgánica (al sistema con pH = 1) entre 300-700nm, utilizando cloroformo como blanco. (Determinar la $\lambda_{\text{máxima}}$).
8. Medir la absorbancia de todas las fases acuosas en la longitud de onda, determinada en el paso 6. Anotar los valores obtenidos en la tabla 2.
9. Medir la absorbancia de todas las fases orgánicas en la longitud de onda, determinada en el paso 7. Anotar los valores obtenidos en la tabla 2.
10. Medir directamente la absorbancia de la solución de ditizona en cloroformo (A_{max}).
11. Medir el pH final de la fase acuosa para todos los sistemas. Anotar los valores en la tabla 2.

Tabla 1. Preparación de los sistemas

Sistema	pH exp	Volumen de Dz $2.5 \times 10^{-5} \text{M}$ (mL)	Volumen de fase acuosa (mL)
1	1	5	10
2	3	5	10
3	5	5	10
4	7	5	10
5	9	5	10
6	11	5	10
7	13	5	10

Notas:

- Lavar los embudos de separación con suficiente agua y quitando la llave para asegurar que las conexiones estén perfectamente limpias. Enjuagar enseguida con agua destilada y finalmente con agua desionizada.

- Verificar que la coloración verde de la ditizona en cloroformo no cambie en los embudos de separación. Si esto sucede, desechar la fase orgánica y lavar nuevamente el embudo.
- Para preparar la solución de ditizona y pesar la cantidad adecuada para una concentración 2.5×10^{-5} M, hay que tomar en cuenta que cada equipo utilizará aproximadamente 35 mL de esta solución, por lo que para un grupo de 4 equipos se requieren como mínimo 140 mL.
- El pH del agua desionizada se ajusta con soluciones de HCl y NaOH 1M.
- No utilizar celdas de plástico para la solución orgánica.

Medidas de seguridad y disposición de residuos

- Colocar los desechos de fase orgánica en un contenedor perfectamente etiquetado que se ubique en la campana de extracción y etiquetado como RESIDUOS DE CLOROFORMO. Así como los desechos de fase acuosa en donde haya residuos de cloroformo.

Resultados

Tabla 2. Datos obtenidos del reparto de ditizona en agua y cloroformo

(Antes de agitar)				(Después de agitar y separar fases)				
Sistema	pH _{inicial}	OBSERVACIONES*		pH _{inicial}	OBSERVACIONES*		Absorbancia	
		Fase acuosa	Fase orgánica		Fase acuosa	Fase orgánica	Fase acuosa	Fase orgánica
1								
2								
3								
4								
5								
6								
7								

La ditizona en fase orgánica tiene una Am_{ox} de : ____

* Anotar las coloraciones de las fases al inicio y después de la extracción.

Informe de trabajo

Puntos mínimos que debe contener el reporte

1. Construir en una misma gráfica $A = f(\text{pH}_{\text{experimental}})$ para la ditizona en ambas fases.
2. Justificar mediante los diagramas de $\text{Log } D_{\text{Dz}}' = f(\text{pH})$ y $p_{\text{Dz}}' = f(\text{pH})$ el reparto observado experimentalmente de la ditizona. El cuál previamente se construyó en la sesión de laboratorio.
3. Explicar ampliamente por qué cambia la concentración de la ditizona en fase orgánica y acuosa.
4. Construir el gráfico de % R experimental en función del pH; para ello utilice la expresión:

$$\% \text{ R experimental} = 100 * (A_{\text{org sistema}} / A_{\text{org max}})$$

5. Compararlo con el diagrama teórico y concluir.

Datos:

$$\text{Log } D_{\text{HDz}} = 5.7 \quad \text{HDz} \rightleftharpoons \text{HDz}$$

$$\text{HDz pKa} = 4.5$$

Bibliografía

1. CRC (1990). *Handbook of organic analytical reagents*. Boca Raton, Florida: CRC Press, Inc.
2. Day, R. A. Jr. & Underwood, A. L. (1989). *Química analítica cuantitativa*. (5ª ed.). México: Prentice-Hall.
3. King, C.J. (1988). *Procesos de separación*. México: Repla.
4. Paez H. M. E., Ramírez S. M. T. & Rojas H. A. (1997). *Temas selectos de extracción líquido-líquido para el análisis químico*. México: UAM-Iztapalapa.
5. Ringbom, A. (1979). *Formación de complejos en química analítica*. Madrid: Alhambra.
6. Trejo C. G., Rojas H. A. & Ramírez S. M. T. (1993). *Diagramas de zonas de predominio aplicados al análisis químico*. México: UNAM-Iztapalapa.
7. Valcárcel C. M. & Gómez H. A. (1988). *Técnicas analíticas de separación*. Barcelona: Reverté.
8. Valcárcel C. M. & Gómez H. A. (1988). *Teoría y práctica de extracción líquido-líquido*. Barcelona: Reverté.

Práctica 5

Extracción de Cu(II) y Mn(II) usando oxina como agente quelante

Introducción

Para que la extracción se lleve a cabo se necesita del contacto entre dos fases líquidas inmiscibles entre sí, con la finalidad de que ocurra el reparto de la especie a separar en el solvente de extracción. Sin embargo, muchas veces no es posible separar por extracción simple una especie química, por lo que se utiliza un agente quelante para éste proceso. Un agente quelante es una sustancia que forma complejos con iones de metales pesados.

La importancia de extracción empleando agentes quelantes radica en que al formarse los quelatos con los iones metálicos, se facilita el reparto de los iones en forma de complejos hacia la fase orgánica.

Este método de separación tiene un campo de gran importancia dentro del área de Química analítica, pues proporciona la posibilidad de llevar a cabo separaciones extremadamente selectivas.

Objetivos

- Analizar los factores que influyen en la separación de cationes metálicos con agentes quelantes, mediante extracción líquido-líquido.
- Establecer espectrofotométricamente el reparto de la oxina entre agua y cloroformo en función del pH.
- Establecer espectrofotométricamente la extracción de dos quelatos metálicos en función del pH.
- Determinar cualitativamente el intervalo de pH adecuado para la separación de una mezcla de Cu(II) y Mn(II), usando oxina como agente quelante.

Cuestionario previo

1. ¿En qué consiste la extracción con un agente quelante y cuál es su campo de aplicación?
2. ¿Qué factores influyen en este tipo de procesos de extracción?
3. Determinar las características físicas y químicas de la oxina.
4. Definir el concepto de selectividad en la separación de quelatos metálicos.
5. Realizar los cálculos necesarios para la preparación de todas las soluciones de la práctica considerando el material de laboratorio existente.

Parte experimental

Reparto de la oxina

Preparación de sistemas acuosos a diferentes pH's

1. Se colocan en un vaso de precipitado aproximadamente 100 mL de agua desionizada y se ajusta el pH con la cantidad necesaria de HCl o NaOH con la ayuda de un pHmetro.
2. Preparar los sistemas a los siguiente pH's 1, 3, 5, 7, 9, 11 y 13.

Parte I. Reparto de oxina

3. Colocar en un embudo de separación de 60 mL limpio y seco 10 mL de agua desionizada con pipeta volumétrica, a la cual previamente el pH se ajustó a 1.0.
4. Agregar 5 mL de oxina de conc. 0.01 M en cloroformo con una pipeta volumétrica (en ese mismo embudo).
5. Agitar por 3 minutos y anotar las observaciones: color y apariencia de las fases (Tabla 4).
6. Separar las fases guardando la fase orgánica en matraces volumétricos de 10 mL (asegurándose que estén perfectamente secos con acetona) y la fase acuosa en tubos de ensayo.

7. A la fase acuosa medir el pH. Medir la absorbancia de la fase orgánica a λ de 360 nm contra blanco cloroformo y la absorbancia de la fase acuosa a λ de 415 nm contra blanco de agua. Anotar los datos en la tabla 4.

8. Repetir los cinco pasos anteriores a los pH's faltantes (3, 5, 7, 9, 11 y 13) ayudarse de la tabla 1 para los demás sistemas.

Tabla 1. Sistemas del reparto de oxina/H₂O y cloroformo

Sistema	pH exp	Volumen de oxina en CHCl ₃ 0.01M (mL)	Volumen de fase acuosa (mL)
1	1	5	10
2	3	5	10
3	5	5	10
4	7	5	10
5	9	5	10
6	11	5	10
7	13	5	10

Parte II. Extracción de Cu(II)

9. Colocar en un embudo de separación de 60 mL limpio y seco, 9 mL de agua desionizada con pipeta volumétrica a la cual previamente se le ajustó el pH a 1.0. Adicionar 1 mL con pipeta volumétrica de CuSO₄ de conc. 4×10^{-4} M.

10. Agregar 5 mL de oxina con pipeta volumétrica (en ese mismo embudo).

11. Agitar por 3 minutos y anotar las observaciones: color y apariencia de las fases (Tabla 5).

12. Separar las fases guardando la fase orgánica en matraces volumétricos de 10 mL (asegurándose que estén perfectamente secos con acetona) y la fase acuosa en tubos de ensayo.

13. A la fase acuosa determinarle el pH y medir la absorbancia de la fase orgánica a longitud de onda máxima del complejo Cu(Ox)₂ ($\lambda = 400$ nm), utilizando como blanco el sistema orgánico de oxina a pH= 1. Anotar los datos en la tabla 5. (Cuidando de utilizar el blanco respectivo para los demás sistemas).

14. Repetir los cinco pasos anteriores a los pH's faltantes (3, 5, 7, 9, 11 y 13), ayudarse de la tabla 2 para los otros sistemas.

Tabla 2. Sistemas del reparto de $\text{Cu}(\text{Ox})_2/\text{H}_2\text{O}$ y cloroformo

Sistema	pH exp	Volumen de oxina 0.01M (mL)	Volumen de fase acuosa (mL)	Volumen de CuSO_4 $4 \times 10^{-4}\text{M}$ (mL)
1	1	5	9	1
2	3	5	9	1
3	5	5	9	1
4	7	5	9	1
5	9	5	9	1
6	11	5	9	1
7	13	5	9	1

Parte III. Extracción de Mn(II)

15. Colocar en un embudo de separación de 60 mL limpio y seco, 9 mL de agua desionizada con pipeta volumétrica, a la cual previamente se le ajusto el pH a 1.0. Adicionar 1 mL con pipeta volumétrica de MnSO_4 de conc. $4 \times 10^{-4}\text{M}$

16. Agregar 5 mL de oxina con pipeta volumétrica (en ese mismo embudo).

17. Agitar por 3 minutos y anotar las observaciones: color y apariencia de las fases (Tabla 6).

18. Separar las fases guardando la fase orgánica en matraces volumétricos de 10 mL (asegurándose que estén perfectamente secos con acetona) y la fase acuosa en tubos de ensayo.

19. A la fase acuosa determinarle el pH y medir la absorbancia de la fase orgánica a longitud de onda máxima del complejo $\text{Mn}(\text{Ox})_2$ ($\lambda = 410\text{ nm}$), utilizando como blanco el sistema orgánico de oxina a $\text{pH} = 1$. Anotar los datos en la tabla 6 (cuidando de utilizar el blanco respectivo para los demás sistemas).

20. Repetir los cinco pasos anteriores a los pH's faltantes (3, 5, 7, 9, 11 y 13) ayudarse de la tabla 3 para los otros sistemas.

Tabla 3. Sistemas del reparto de $\text{Mn}(\text{Ox})_2/\text{H}_2\text{O}$ y cloroformo

Sistema	pH exp	Volumen de Oxina 0.01M (mL)	Volumen de fase acuosa (mL)	Volumen de MnSO_4 $4 \times 10^{-4}\text{M}$ (mL)
1	1	5	9	1
2	3	5	9	1
3	5	5	9	1
4	7	5	9	1
5	9	5	9	1
6	11	5	9	1
7	13	5	9	1

Notas:

- De ser necesario obtener el espectro de absorción para los complejos con oxina, $\text{Cu}(\text{Ox})_2$, $\text{Mn}(\text{Ox})_2$ para las fases orgánicas a pH 13 y usando el blanco respectivo.
- Utilizar celdas de vidrio para medir las soluciones orgánicas.

Medidas de seguridad y disposición de residuos

- Al final de la práctica, coloque los desechos de la fase orgánica en un contenedor etiquetado DESECHO DE CLOROFORMO, que está en la campana de extracción.

Resultados**Tabla 4.** Datos obtenidos del reparto de oxina en agua y cloroformo

(Antes de agitar)				(Después de agitar y separar fases)				
Sistema	pH _{inicial}	OBSERVACIONES*		pH _{inicial}	OBSERVACIONES*		Absorbancia	
		Fase	Fase		Fase	Fase	Fase	Fase
		acuosa	orgánica		acuosa	orgánica	acuosa	orgánica
1								
2								
3								
4								

5								
6								
7								

*Anotar las coloraciones de las fases al inicio y después de la extracción.

Tabla 5. Datos obtenidos del reparto de $\text{Cu}(\text{Ox})_2$ en agua y cloroformo

(Antes de agitar)				(Después de agitar y separar fases)				
Sistema	$\text{pH}_{\text{inicial}}$	OBSERVACIONES*		$\text{pH}_{\text{inicial}}$	OBSERVACIONES*		Absorbancia	
		Fase acuosa	Fase orgánica		Fase acuosa	Fase orgánica	Fase acuosa	Fase orgánica ($\lambda=400\text{nm}$)
1								
2								
3								
4								
5								
6								

*Anotar las coloraciones de las fases al inicio y después de la extracción.

Tabla 6. Datos obtenidos del reparto de $\text{Mn}(\text{Ox})_2$ en agua y cloroformo

(Antes de agitar)				(Después de agitar y separar fases)				
Sistema	$\text{pH}_{\text{inicial}}$	OBSERVACIONES*		$\text{pH}_{\text{inicial}}$	OBSERVACIONES*		Absorbancia	
		Fase acuosa	Fase orgánica		Fase acuosa	Fase orgánica	Fase acuosa	Fase orgánica ($\lambda=400\text{nm}$)
1								
2								
3								
4								
5								
6								
7								

*Anotar las coloraciones de las fases al inicio y después de la extracción.

Informe de trabajo

Puntos mínimos que debe contener el reporte

1. Colores de las fases (resultados de todo el grupo en las tablas 4 a 6).
2. Trazar la gráfica $A = f(\text{pH})$ para la oxina y justificar mediante su diagrama de extracción el comportamiento de la misma.
3. Trazar la gráfica $A = f(\text{pH})$ para los oxinatos metálicos en la misma hoja.
4. Calcular y trazar los diagramas teóricos $\%R_M' = f(\text{pH})$ para los oxinatos metálicos en la misma hoja.
5. Comparar los gráficos teóricos y experimentales de los puntos 3 y 4. Concluir sobre la separación de una mezcla de ambos cationes. ¿Cuál es el intervalo de pH para la separación?

Datos:

$$\text{Log } D_{\text{Hox}} = 2.6$$

$$\text{H}_2\text{Ox}^+ \text{ pKa} = 5.0$$

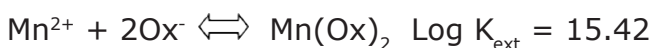
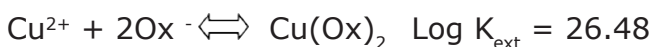
$$\text{HOx pKa} = 9.7$$

$$\text{Cu(OH)} + \text{Log } \beta_1 = 6.0$$

$$\text{Mn(OH)}^+ \text{ Log } \beta_1 = 3.4$$

$$\text{Cu(Ox)}^{+2-n} \quad \text{Log } \beta = 12.1 \quad \text{Log } \beta = 23.0$$

$$\text{Mn(Ox)}^{+2-n} \quad \text{Log } \beta = 6.8 \quad \text{Log } \beta = 12.6$$



Bibliografía

1. Bermejo, M. F. (1991). *Química analítica general cuantitativa e instrumental*, Vol. 1. España: Paraninfo.
2. CRC (1990). *Handbook of Organic Analytical Reagents*. Boca Raton, Florida: CRC Press, Inc.
3. Day, R. A. Jr. & Underwood, A. L. (1989). *Química analítica cuantitativa*. (5ª ed.). México: Prentice-Hall.
4. King, C.J. (1988). *Procesos de separación*. México: Repla.
5. Paez H. M. E., Ramírez S. M. T. & Rojas Hernández, A. (1997). *Temas selectos de extracción líquido-líquido para el análisis químico*. México: UAM-Iztapalapa.
6. Ringbom, A. (1979). *Formación de complejos en química analítica*, Madrid: Alhambra.
7. Trejo C. G., Rojas H. A. & Ramírez S. M. T. (1993). *Diagramas de zonas de predominio aplicados al análisis químico*. México: UNAM-Iztapalapa.
8. Valcárcel C. M. & Gómez H. A. (1988). *Técnicas analíticas de separación*. Barcelona: Reverté.
9. Valcárcel C. M. & Gómez H. A. (1988). *Teoría y práctica de extracción líquido-líquido*. Barcelona: Reverté.

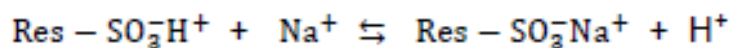
Práctica 6

Cromatografía de intercambio iónico. Separación de Ni(II) y Zn(II) con una resina aniónica en forma de cloruros

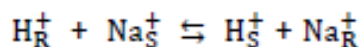
Introducción

En casi todos los procesos químicos a nivel industrial se requieren separaciones. Por ejemplo, en materias primas adquiridas que sean impuras, el diseñador de procesos químicos debe idear un método, ya sea para eliminar o separar contaminantes de las materias primas que puedan procesarse posteriormente. En este punto, adquiere importancia el intercambio iónico.

Los procesos de intercambio iónico son ejemplos de reacción sólido-disolución, ampliamente utilizados en el área de tratamiento de aguas (ablandamiento del agua dura, desionización, entre otros) y en un amplio número de procesamientos químicos (de bebidas, pegamento, gelatina, entre otros). El estado sólido está representado por una resina, la cual es una red orgánica que contiene ciertos grupos fijos cargados, los cuales pueden atraer y retener iones de carga contraria, que encuentran en la disolución de contacto. Por ejemplo, una resina de intercambio iónico puede representarse por la notación $\text{Res} - \text{SO}_3^- \text{H}^+$, en donde Res significa la estructura orgánica de la resina, que sirve de soporte de los grupos activos $-\text{SO}_3^-$. Los grupos $-\text{SO}_3^-$ pueden atraer a los iones que se encuentran en la disolución que son de carga contraria al grupo $-\text{SO}_3^-$ reteniéndolos sobre la superficie de la resina sólida. Supóngase que se tiene una disolución que contiene a los iones Na^+ , y se pone en contacto con una resina de intercambio catiónico (denominada así porque intercambia cationes) en su forma ácida, es decir, que contiene H^+ junto a los grupos $-\text{SO}_3^-$; los iones Na^+ , se intercambiarán en cierta proporción con los iones H^+ y se efectuará un proceso de intercambio iónico:



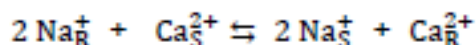
Nótese que la red inactiva de la resina no participa propiamente en el proceso de intercambio, por lo que puede expresarse en forma resumida así:



En donde, los subíndices R y S aluden a la resina y solución, respectivamente.

La fase de la resina es semejante en varios aspectos a una disolución concentrada de un electrolito, de modo que las leyes de acción de masas asociadas con la constante de equilibrio, son aplicables bajo ciertas condiciones en el estudio de este tipo de procesos.

Las resinas de intercambio, ya sean catiónicas o aniónicas, tienen cierta capacidad representada por el número de milimoles reemplazables de ion monovalente (miliequivalentes) por gramo de resina, usualmente 4 o 5 miliequivalentes por gramo. Debe considerarse que especies con diferente carga; es decir, que no sean monovalentes, es necesario realizar el balance de carga correspondiente, puesto que la disolución acuosa debe ser eléctricamente neutra. Así, para el caso de iones calcio (II) en solución acuosa que está en contacto con una resina de intercambio catiónico en forma sódica, el proceso balanceado del intercambio iónico es:



A causa de la carga 2+ del ion calcio, éste ocupará dos sitios o lugares cargados de la resina, y por tanto liberará dos moles del ion sodio a la solución.

En esta práctica, se apreciará la importancia del control sobre las condiciones químicas de la disolución para lograr la separación de dos **iones metálicos** en solución acuosa, mediante el uso de una resina de intercambio **aniónico** con capacidad suficiente.

Objetivos

- Reconocer los factores fisicoquímicos que intervienen en la cromatografía de intercambio iónico.
- Efectuar experimentalmente en forma correcta el empaque de la columna, la aplicación de la muestra, la elución de la misma y la cuantificación de cada una de las fracciones obtenidas en la separación.
- Comprobar si el sistema de separación es confiable y de buen rendimiento

Cuestionario previo

1. Explicar en términos generales qué es la cromatografía y mencionar por lo menos una clasificación.
2. ¿En qué se basa la cromatografía de intercambio iónico?
3. Describir en forma breve las clases de intercambiadores de iones (resinas, geles, intercambiadores inorgánicos, etc.).
4. Mencionar los diversos tipos de resinas aniónicas y catiónicas y clasificar en base a su fuerza.
5. ¿Cuál es y en qué se basa el orden de selectividad para un grupo de iones en intercambio iónico?
6. Identificar algunos de los parámetros que permiten obtener una buena separación en intercambio iónico (tipo de resinas, gradientes, dimensiones de la columna, pH, etc.).
7. ¿Cómo sería posible la separación de dos cationes empleando una resina de intercambio aniónico?
8. ¿Cómo determinaría la capacidad de intercambio para una resina?
9. Mencionar algunas de las aplicaciones de la cromatografía de intercambio iónico.
10. Realizar los cálculos necesarios para la preparación de todas las soluciones de la práctica, considerando el material de laboratorio existente.

Parte experimental

Empaque de la columna

1. Se suspenden 5 g de resina Dowex 1-X8 en forma de cloruros (fuertemente aniónica), en aproximadamente 40 mL de agua y se agitan durante 10 minutos para que la resina se hinche.
2. Por otra parte, se coloca en la parte inferior de una columna de vidrio (sobre la llave), un pedazo de algodón previamente humedecido, y se eliminan las burbujas de aire por presión con una varilla de vidrio. Se abre un poco la llave y al mismo tiempo se le agrega la mezcla resina-agua agitando y gol-

peando ligeramente con el fin de lograr un empaque uniforme. **NO PERMITA NUNCA QUE EL NIVEL DEL AGUA SEA MÁS BAJO QUE EL DE LA RESINA**, agregue el agua necesaria oportunamente.

3. Cuando se ha agregado toda la resina, se coloca un trozo de algodón en la parte superior de la columna para evitar el movimiento de la resina a cada adición y se eliminan las burbujas de aire presionando ligeramente con ayuda de la varilla de vidrio. Se cierra la llave.

Trabajo de la resina

4. Cuando la columna ha quedado empacada, deben efectuarse varios intercambios antes de la separación deseada para lograr la máxima eficiencia de la columna. Con este fin se hacen pasar sucesivamente 40 mL de $[\text{NaOH}] = 4\text{M}$, 15 mL de agua desionizada y 50 mL de $[\text{HCl}] = 6\text{M}$.

Aplicación de la muestra

5. Se abre la llave de la columna y se hace que el menisco del líquido quede justo en la superficie de la capa del algodón. Se miden con pipeta volumétrica 2 mL de la mezcla de níquel y zinc 10^{-1}M . Se introducen los 2 mL sin que se moje con ellos la pared interior de la columna, se abre la llave hasta que el menisco de la muestra quede justo en la superficie del algodón. Se repite el procedimiento con porciones de aproximadamente 1 mL de HCl 6 M hasta que el algodón quede incoloro.

Elución

6. Desde la aplicación de la muestra se empiezan a recolectar el efluente en un vaso de precipitado, para constituir la **Fracción 1**. Cuando han salido aproximadamente 30 mL se inicia la prueba de la dimetilglioxima* en una placa de toque (neutralizando previamente con amoníaco concentrado o hidróxido de sodio). Esta prueba se repite después de cada 5 mL de efluente. Cuando la prueba de la DMG resulte negativa, se cambia el eluyente por agua destilada (aproximadamente se utilizan 100 mL) y se comienza la recolección de la **Fracción 2**.

***Nota:**

La prueba de la dimetilglioxima (DMG) es positiva cuando aparece una coloración rosa en medio neutro o ligeramente básico, verifique que el medio sea suficientemente alcalino.

Análisis de las fracciones***Preparación de las curvas de calibración***

Realice los cálculos necesarios para realizar una curva de calibración con las siguientes concentraciones:

Para Zn^{2+} de 0.5 a 3 ppm

Para Ni^{2+} de 4 a 24 ppm

Mínimo preparar 6 sistemas para cada una y leer en el equipo de absorción atómica cada curva de calibración en las condiciones óptimas. Se puede ayudar de las tablas 1 y 2.

El análisis de las fracciones se llevara a cabo por absorción atómica utilizando las curvas de calibración previamente preparadas. Es necesario evaporar las fracciones 1 y 2 lo suficiente para que puedan ser aforadas en un matraz volumétrico de 100 mL por separado (fracción 1 y fracción 2). Posteriormente se realizan las siguientes diluciones:

- a) Tomar 2 mL de la fracción 1 y aforar a 25 mL (leer Ni)
- b) Tomar 0.2 mL de la fracción 1 y aforar a 25 mL (leer Zn)
- c) Tomar 2 mL de la fracción 2 y aforar a 25 mL (leer Ni)
- d) Tomar 0.2 mL de la fracción 2 y aforar a 25 mL (leer Zn)

Para conocer las concentraciones de Ni(II) y Zn(II) en la muestra inicial, tomar 2 mL de la muestra original, aforar a 50 mL y:

- a) Tomar 1 mL y aforar a 25 mL (leer Ni)
- b) Tomar 0.1 mL y aforar a 25 mL (leer Zn)

Estas últimas lecturas pueden efectuarse por grupo. Es importante realizar estas determinaciones para reportar el rendimiento de la resina.

Resultados

Tabla 1. Colocar los datos obtenidos de la curva de calibración de zinc

Sistema	Conc teórica ppm	Conc real ppm	Absorbancia
1	0.5		
2	1.0		
3	1.5		
4	2.0		
5	2.5		
6	3.0		

Tabla 2. Colocar los datos obtenidos de la curva de calibración de níquel

Sistema	Conc teórica ppm	Conc real ppm	Absorbancia
1	4		
2	8		
3	12		
4	16		
5	20		
6	24		

Medidas de seguridad y disposición de residuos

- Las fracciones recolectadas, así como las diluciones de las mismas y los sistemas que integran las curvas de calibración, se vierten directamente en la tarja con suficiente agua.

Informe de trabajo

Puntos mínimos que debe contener el informe

- Colocar los datos obtenidos en las tablas 1 y 2.
- Calcular las concentraciones de los cationes Ni y Zn en la mezcla inicial.

3. Explicar el funcionamiento de la separación en base a la información siguiente:

Zn – Cl

$$[ML]/[M][L] \log \beta_1 = 0.43 \quad [ML_2]/[M][L]^2 \log \beta_2 = 0.61$$

$$[ML_3]/[M][L]^3 \log \beta_3 = 0.50 \quad [ML_4]/[M][L]^4 \log \beta_4 = 0.20$$

Referencia: Dean, J. A. (1989). *Lange Manual de química*. Tomo II. (13ª ed.). McGraw Hill.

Nota: El Ni(II) no forma complejos con los cloruros.

4. Concluir sobre la composición de las fracciones I y II.
5. Calcular el rendimiento de la separación.
6. Discutir la posibilidad de realizar esta separación utilizando una resina catiónica en forma de H^+ , estando disuelta la mezcla de Ni(II) y Zn(II) en HCl 6 M.

Bibliografía

1. Bender G. T. (1987). *Métodos instrumentales de análisis en química analítica*. España: Acribia.
2. Hargis, L. G. (1988). *Analytical chemistry. Principles and techniques*. Prentice Hall.
3. Kenkel, J. (1991). *Analytical chemistry for technicians*. USA: Lewis Publishers, Inc.
4. Kennedy, J. H. (1990). *Analytical chemistry principles*. (2nd ed.). USA: Sauders College Publishing.
5. Robinson, J. W. (1974). *Principios de análisis instrumental*. España: Acribia.
6. Skoog, D. A. & Leary, J. J. (1994). *Análisis instrumental*. (4^a ed.). España: Mc Graw Hill Interamericana.
7. Willard, H. H. & Merritt, L. L. Jr. (1991). *Métodos instrumentales de análisis*. México: Iberoamericana.
8. Valcárcel, C. M. & Gómez, H. A. (1988). *Técnicas analíticas de separación*. Barcelona: Reverté.

Práctica 7

Cromatografía de gases. Separación de alcoholes y análisis de licores por cromatografía de gases capilar

Introducción

La técnica cromatográfica en la cual la fase móvil es un gas en movimiento y la fase estacionaria, ya sea un sólido o un líquido adsorbido sobre un sólido, recibe el nombre de cromatografía en fase gaseosa. Es un método de separación en multietapas, es decir, las separaciones se fundamentan en interacciones repetidas (reparto) de un soluto entre un gas o vapor en movimiento y una fase estacionaria.

Cuando ambas fases se han escogido en forma apropiada, los componentes de la muestra se separan gradualmente en bandas en la fase móvil. Al final del proceso, los componentes separados emergen en orden creciente de interacción con la fase estacionaria. El componente menos retardado emerge primero, el retenido más fuertemente eluye al último. El reparto entre las fases aprovecha las diferencias entre las propiedades físicas y/o químicas de los componentes de la muestra. Los componentes adyacentes (picos gaussianos), se separan cuando el pico que sale después es retardado lo suficiente para impedir la sobreposición con el pico que emergió antes. La representación gráfica de los compuestos eluidos de la columna, recibe el nombre de cromatograma y cada componente da lugar a un cromatograma, el cual aporta tres unidades de información: posición, altura y anchura de los picos; la posición da información cualitativa, la información cuantitativa se obtiene del ancho y altura del pico.

La columna de separación es el corazón del cromatógrafo, proporciona versatilidad en los tipos de análisis que pueden realizarse. Esta característica, debida a la amplia gama de selección de materiales para la fase móvil y estacionaria, permite separar moléculas que difieren muy poco en sus propiedades físicas y químicas.

La cromatografía comprende un grupo de métodos que permiten separar, identificar y cuantificar compuestos presentes en mezclas complejas que no podrían separarse de otra manera. Las separaciones se basan en la diferencia de velocidad de migración de los componentes a través del sistema. Tiene numerosas aplicacio-

nes en los campos químicos, es ampliamente usado en la investigación Bioquímica para la separación e identificación de compuestos químicos de origen biológico. En la industria del petróleo la técnica es empleada para analizar muestras complejas de hidrocarburos.

Como un método de separación, la cromatografía tiene un gran número de ventajas sobre otras técnicas más antiguas y tradicionales, por ejemplo, la cristalización, extracción con solventes y destilación. Es capaz de separar todos los componentes de una mezcla química compleja sin requerir de una completa información previa sobre la identidad, número, o cantidad relativa de las sustancias presentes.

Uno de los puntos a considerar en la cromatografía de gases es la resolución que pueda lograrse entre los componentes en una columna dada. Los factores que le afectan son: las dimensiones de la columna, la temperatura, velocidad del flujo del gas portador o acarreador, volumen de la muestra y caída de presión en la columna.

De los factores mencionados, el que se estudiará en esta práctica es la temperatura del horno sobre la separación e identificación de cinco alcoholes. Se analizará cómo puede modificarse la temperatura para que ésta ocasione que dos solutos no resueltos, bajo condiciones isotérmicas, puedan resolverse satisfactoriamente y por tanto determinarse en forma cuantitativa. Posteriormente, se aplicará el método del estándar interno como método de análisis en la cuantificación de componentes en una muestra.

Objetivos

- Señalar y reconocer cada una de las partes de un cromatógrafo de gases.
- Estudiar los parámetros que afectan la elusión, la resolución y la eficiencia de los picos en la cromatografía de gases.
- Separar, identificar y cuantificar etanol y metanol en licores comerciales por cromatografía de gases.

Cuestionario previo

1. ¿Cuál es el fundamento de la cromatografía de gases (gas-líquido y gas-sólido)? Explicar ampliamente.

2. Qué tipo de fase móvil y estacionaria se emplean en cromatografía de gases?
3. ¿Qué sustancias pueden separarse por cromatografía de gases?
4. Mencionar las ventajas y desventajas de la cromatografía de gases con respecto a otros métodos cromatográficos.
5. ¿Qué es resolución y tiempo de retención?
6. ¿Cuáles son los factores que afectan a la resolución y cómo lo hacen?
7. Mencione los componentes básicos de un cromatógrafo de gases y explique brevemente en qué consisten cada uno de estos.
8. Explique de forma breve el fundamento de cada uno de los tipos de detectores que existen para cromatografía de gases.
9. ¿Qué es el factor de respuesta y cuál es su utilidad?
10. Diga en qué consiste el método de patrón interno y cuál es su utilidad en la cromatografía de gases.
11. Establecer las diferencias existentes entre la cromatografía de líquidos de alta resolución y la cromatografía de gases, así como las ventajas y desventajas de cada una.

Parte experimental

Condiciones del equipo y del software

1. Abrir los gases del equipo (llave del tanque) y ajustar la presión a 40 psi para H_2 , 60 psi para aire y 80 psi para N_2 .
2. Abrir los gases de las válvulas de la parte frontal del equipo.
3. Encender la computadora y seleccionar el icono *Star* (aparecerá la ventana del programa). Entrar en la opción de *System Control*.
4. Subir la palanca del interruptor de la caja gris (colocado en la parte inferior de la mesa).
5. Encender el interruptor de la parte superior trasera del equipo.

6. En el software del equipo el icono al centro deberá cambiar a azul. Entonces se puede seleccionar el método 8 en el panel frontal del equipo, seleccionando *Método* y activar el número 8.
7. En el software ir a *Instrument* y seleccionar *CG 3800*. Aparecerán 4 pantallas, en caso de que NO aparezcan ir a *Instrument* y seleccionar *Show modules*.
8. Ir a *File*, seleccionar *method* y entrar a la opción *Activate*, seleccionar el método *Isot100* (*c:\AnaV\isot100*).
9. Esperar a que los indicadores de cada parámetro pasen de rojo a verde.
10. Del panel frontal del equipo ir a *GC control* y seleccionar *Detector* y apretar *Encender* (verá usted que ya tiene cambio en la señal del detector).
11. Del menú principal seleccione *Inject*, apriete *Ok* y ponga el nombre de la muestra, el subdirectorio donde estará el nombre del archivo, cómo se salvarán los datos y en *Browse* busque el archivo *Isot100*. El método tomará medio minuto en estabilizarse.

Análisis cualitativo de diversos alcoholes

12. Realice la inyección de 1 μ l de STD de cada uno de los siguientes alcoholes: metanol, etanol, n-propanol, n-butanol y n-amílico, con el fin de identificar el orden de elusión de cada compuesto.

Condiciones de la corrida

Flujo de nitrógeno 2.8 ± 0.2 mL/min

Temperatura del horno de la columna: isotérmico 100 °C

Temperatura del inyector (front injector type 1079): 200 °C, hold time 1 Split ratio: 20

Temperatura del detector: 250 °C, FID, rango 9.

Tabla 1. Resultados obtenidos en el análisis cualitativo de alcoholes*

Analito	t_R (min)	$W_{1/2}$	Área	N
MeOH				
EtOH				
n-propanol				
n-butanol				
n-amílico				

***Nota:**

Para imprimir los resultados de la corrida, ir al menú principal del software *Star* y seleccionar *Star report writer*. Ir a *File*, luego *Open report*, de la ventana *Template*, seleccionar el archivo *c:\star\AnaV*. En la ventana *File*, seleccionar el archivo que quieres que analice. Imprimir entrando al menú *File* y luego *Print*.

Influencia de la temperatura en la resolución

13. Prepare una mezcla de 100 μ l de cada uno de los STD de alcoholes y realice la inyección de 1 μ l de esta muestra a las mismas condiciones del apartado anterior (isotérmica a 100 °C).

14. Inyecte 1 μ l de la misma mezcla anterior pero en condiciones isotérmicas a 200 °C (recuerde cambiar la temperatura en el método).

15. Inyecte 1 μ l de la misma mezcla anterior pero realizando un gradiente de temperatura del horno de 80 °C por 2 min. Con una rampa de 15 °C/min, hasta 180 °C, hold 0.0. Para lo anterior llame el método *c:\AnaV\Alcohol*

Tabla 2. Resultados obtenidos en el análisis cualitativo de la mezcla de alcoholes a varias temperaturas

Analito	t_R (min) a 100 °C	t_R (min) a 200 °C	t_R (min) gradiente	$W_{1/2}$ a 100 °C	$W_{1/2}$ a 200 °C	$W_{1/2}$ gradiente
MeOH						
EtOH						
n-propanol						
n-butanol						
n-amílico						

Análisis de metanol y etanol en licores por el método de factor de respuesta

16. Para obtener el factor de respuesta se utilizará n-propanol como estándar interno, por lo que se prepararán los siguientes sistemas:

Tabla 3. Preparación de los sistemas para la cuantificación de MeOH y EtOH por el método de factor de respuesta

Sistema	MeOH STD (μL)	EtOH STD (μL)	n-Prop STD (μL)	Problema (mL)	Aforo/ H_2O (mL)
STD's	200	200	100	-	10.0
Prob. MeOH	-	-	100	9.90	
Prob. EtOH	-	-	100	0.24	10.0

Nota:

Deberá calcular las concentraciones de los estándares de los alcoholes con datos de pureza y densidad.

17. Inyectar cada uno de los sistemas bajo las condiciones de corrida del apartado C número 3 (gradiente del horno).

Tabla 4. Resultados obtenidos de los cromatogramas de la determinación de MeOH y EtOH por el método de factor de respuesta

Sistema	Área de MeOH	Área de EtOH	Área de n-Prop	Factor respuesta	Conc. del analito
F.R.					
Prob. MeOH					
Prob. EtOH					

Análisis de metanol y etanol en licores por el método de curva de calibración (o estándar externo)

18. Prepara la siguiente tabla de los sistemas para las 5 diferentes concentraciones de la curva de calibración y los sistemas problema:

Tabla 5. Preparación de los sistemas para la cuantificación de MeOH y EtOH por el método de curva de calibración

Sistema	MeOH STD (μL)	EtOH STD (μL)	n-Prop STD (μL)	Problema (mL)	Aforo/H ₂ O (mL)
1	40	40	100	-	10.0
2	80	80	100	-	10.0
3	120	120	100	-	10.0
4	160	160	100	-	10.0
5	200	200	100	-	10.0
Prob. MeOH	-	-	100	9.90	10.0
Prob. EtOH	-	-	100	0.24	10.0

19. Inyectar cada uno de los sistemas bajo las condiciones de corrida del apartado C número 3 (gradiente del horno).

Tabla 6. Resultados obtenidos de los cromatogramas de la determinación de MeOH y EtOH por el método de curva de calibración

Sistema	Conc. MeOH STD (mg/mL)	Área de MeOH	Conc. EtOH STD (mg/mL)	Área de EtOH
1				
2				
3				
4				
5				
	Área de MeOH Prob	Conc. MeOH (mg/mL)	Área de EtOH Prob	Conc. EtOH (mg/mL)
Prob. MeOH	-	-		
Prob. EtOH	-	-		

Medidas de seguridad y disposición de residuos

- La mezcla de alcoholes así como los sistemas para la cuantificación, se resguardarán en un envase perfectamente etiquetado.

Informe de trabajo

Puntos mínimos que debe contener el reporte

1. Identificar cada uno de los alcoholes en la mezcla con la ayuda de los tiempos de retención de los estándares.
2. Discutir cómo influye la temperatura en la resolución de los componentes de la muestra, calculando la N y la Rs para cada componente a las diferentes temperaturas (100, 200 °C y gradiente).
3. Explicar ampliamente si es más adecuado utilizar un programa de temperatura para separar una mezcla de alcoholes. Mencionar las mejores condiciones de separación de los alcoholes estudiados.
4. Realizar la cuantificación del contenido de MeOH y EtOH en el licor analizado y compararlo con el contenido reportado en la botella. Discutir al respecto.

Anexo 1. Datos de los reactivos y de la columna

Columna DB-WAX 304

30 m x 0.32 mm ID, film 0.25 μ m, bonded fused silica open tubular polyethylene glycol column (PEG), High polarity.

Lower temperature limit of 20 °C is lowest of any bonded PEG phase; improves resolution of low boiling point analytes, Temp. Limit: 250 °C

Bonded and cross-linked

Gas acarreador: Nitrógeno de alta pureza AGA.

Gases para el Detector de Ionización de Flama (FID): Hidrógeno-aire de alta pureza AGA.

ETANOL, J. T. Baker, P.M. 46.0 g/mol, 99.85 % de pureza, densidad 0.79 g/mL, punto de ebullición: 78.3 °C.

METANOL, J. T. Baker, P.M. 32.04 g/mol, 99.9 % de pureza, densidad 0.82 g/mL, punto de ebullición: 64.6 °C.

n-BUTANOL, Monterrey, P.M. 74.12 g/mol, 99.0 % de pureza, densidad 1.04 g/mL, punto de ebullición: 117.6 °C.

n-PROPANOL, J. T. Baker, P.M. 60.097 g/mol, 99.0 % de pureza, densidad 0.80 g/mL, punto de ebullición: 97.2 °C.

n-AMILICO, J. T. Baker, P.M. 88.15 g/mol, 98.0 % de pureza, densidad 0.812-0.819 g/mL, punto de ebullición: 130.0 °C.

Práctica 8

Cromatografía de líquidos de alta resolución (CLAR). Determinación de cafeína en muestras diversas

Introducción

El término "cromatografía de líquidos" abarca una gran cantidad de procedimientos en el que la fase móvil es un líquido, y la fase estacionaria un sólido (como ejemplo se tiene a la cromatografía en capa fina) u otro líquido inmiscible con la fase móvil (como la cromatografía de partición). No obstante, la cromatografía de líquidos más usada en la actualidad corresponde a la cromatografía líquida de alta resolución (CLAR). Este término se relaciona con la capacidad de esta técnica en permitir separaciones muy selectivas y de alta calidad en un mínimo de tiempo o en un tiempo razonable. Esto se consigue haciendo pasar una fase líquida móvil a alta presión, a través de un soporte estacionario finamente dividido de 3 a 10 cm de diámetro. Teóricamente pueden obtenerse de 40 000 a 100 000 platos por metro. Dado que es de alta sensibilidad y selectividad, se le utiliza para identificar y cuantificar analitos en mezclas complejas, así como en la purificación de productos.

Los analitos se disuelven en un disolvente o mezcla de disolventes. La muestra se inyecta en el puerto de inyección en el cromatógrafo, y pasa con ayuda de una bomba a alta presión por la columna. La separación se hace por partición de los solutos (analitos), entre la fase móvil y la fase estacionaria (material de empaque) de la columna de CLAR, la cual mide de diámetro interno 3 o 4 mm y de longitud desde 10 cm hasta 30 cm; con frecuencia se encuentra en un compartimiento de temperatura controlada. El analito menos retenido, alcanzará el detector en menor tiempo que el resto de los componentes.

Diversos detectores son utilizados por acoplamiento al instrumento. Los detectores de UV-visible son los más frecuentes en uso por su sensibilidad, amplio margen de respuesta lineal y capacidad de detectar amplio número de analitos. Sin embargo, para analitos fluorescentes, el detector de excelencia es el de fluorescencia, resulta obvio que sólo se puede utilizar limitadamente a éstos. Otros detectores muy sensibles son los electroquímicos amperométricos, sólo debe asegurarse que la fase móvil sea suficientemente conductora para permitir el paso de corriente por el

disolvente entre los electrodos, en esta modalidad se utilizan electrodos de trabajo, electrodo auxiliar y uno de referencia. Otros detectores son los electroquímicos de conductividad, detectores de infrarrojo y los diferenciales de índice de refracción.

En esta práctica se utilizará un detector de absorción UV-Vis para determinar cuantitativamente cafeína en distintas muestras por el método de curva del estándar externo.

Objetivos

- Establecer las características principales de la cromatografía de líquidos de alta resolución y su utilidad como método analítico.
- Estudiar los parámetros que afectan la resolución de los picos de elución en la cromatografía de líquidos.
- Conocer la cromatografía de líquidos de alta resolución de fase inversa o reversa.
- Determinar la concentración de cafeína en algunas bebidas por cromatografía de líquidos de alta resolución en fase reversa.

Cuestionario previo

1. ¿Qué es la cromatografía de líquidos de alta resolución (CLAR)?
2. Señalar las principales características que deben de cumplir tanto las sustancias a separar como la fase móvil a utilizar.
3. Mencionar los diferentes tipos de cromatografía en CLAR y sus aplicaciones, incluyendo la cromatografía de fase normal y de fase reversa.
4. Mencione algunos tipos de fases estacionarias y clasifíquelas con base a su polaridad.
5. ¿Qué factores determinan la separación en CLAR?
6. Describir los componentes básicos de un sistema CLAR y señalar brevemente la función de cada parte del mismo.

7. Mencionar los diferentes tipos de detectores utilizados en CLAR, así como sus ventajas y desventajas.
8. ¿Qué es la cafeína? ¿En qué alimentos está presente?

Parte experimental

Preparación de soluciones

1. Preparar la fase móvil en una proporción 20:80 de metanol: agua y ajustarla a pH 3.5 con HCl de concentración 1 M. Colocarla en ultrasonido de 10 a 15 minutos y filtrar a través de una membrana de 0.44 μm con vacío (se debe preparar aproximadamente un litro).
2. Preparar 50 mL de una solución estándar de 1 mg/mL de cafeína en agua.
3. Preparar soluciones en un intervalo de concentraciones de 2.0 a 10 p.p.m. de cafeína (25 mL de cada solución, ver tabla 1), diluyendo con la mezcla de fase móvil. Colocar en ultrasonido de 5 a 8 minutos para degasificar las soluciones y asegurar la disolución de la cafeína.

Tabla 1. Curva de calibración de cafeína

Sistema	1	2	3	4	5	Problema
$V_{\text{STOCK}}(\text{mL})$	1	2	3	4	5	0
$V_{\text{MUESTRA}}(\text{mL})$	0	0	0	0	0	*
$V_{\text{AFORO}}(\text{mL})$	25	25	25	25	25	25

*Revisar la preparación de la muestra

Preparación de la muestra

4. Preparar té y café (pesar y diluir a un volumen conocido cada uno). En matraces volumétricos de 25 mL colocar por separado 2.5 mL de café y 5 mL de té. Llevar al aforo cada matraz con la fase móvil y colocar en ultrasonido durante 5 minutos.
5. Por otra parte, bebidas de Cola como Pepsi y Coca-Cola requieren ser des-carbonatadas previamente (este paso realízelo en su casa), para ello se agitan fuertemente durante 30 minutos, luego se calientan por otros 15 minutos

y se colocan en ultrasonido durante una hora. En matraces volumétricos de 25 mL, colocar 10 mL de Pepsi-Cola y en otro, 10 mL de Coca-Cola, aforar cada matraz con la fase móvil.

Determinación de cafeína

6. Fijar el flujo del cromatógrafo en 1.5 mL/min en la longitud de onda del detector a 272 nm. Pasar fase móvil por la columna durante 15 minutos para asegurar que no haya otras sustancias en la misma de experimentos previos. Colocar el integrador en "PLOT" para observar que la línea base permanezca estable.

7. Inyectar en el cromatógrafo los estándares. Posteriormente inyectar las bebidas de cola, el café y el té por separado.

8. Después de la última inyección, lave la columna con una mezcla de metanol: agua 20:80, no a pH=5.

Medidas de seguridad y disposición de residuos

- Los residuos que contengan fase móvil se resguardaran perfectamente etiquetados para un tratamiento posterior.

Resultados

Tabla 2. Resultados de los sistemas de la curva de calibración

Sistema	1	2	3	4	5
[Cafeína] exacta en ppm					
t_R (min)					
W_{base}					
Área					
Altura					

Informe de trabajo

Puntos mínimos que debe contener el reporte

1. Justifique la técnica de fase reversa empleada en la práctica para la determinación de cafeína.

2. Mencione qué otros métodos existen para su análisis.
3. Determine la cantidad de cafeína en las soluciones problema.
4. ¿La construcción de una curva de calibración basada en la altura de los picos, en lugar del área, da resultados exactos en la determinación? Explique.
5. Analice la posibilidad de emplear una columna de intercambio iónico para la determinación de cafeína.
6. Calcule la eficiencia de la columna (No. de platos teóricos y A.E.P.T.)

Bibliografía

1. Day, R. A. Jr. & Underwood, A. L. (1989). *Química analítica cuantitativa*. México: Prentice- Hall Hispanoamericana.
2. *High- performance liquid chromatography advances and perspectives*. Vol 1-5
3. Hargis, L. G. (1988). *Analytical chemistry. Principles and techniques*. USA: Prentice Hall.
4. Harris, D. C. (2001). *Análisis químico cuantitativo*. (2ª ed.). Barcelona: Reverté.
5. Peckson, R. L. (1983). *Métodos modernos de análisis químico*. México: Limusa.
6. Sandek, P. C. (1996). *The HPLC solvent guide*. USA: John Wiley & Sons, Inc.
7. Skoog, D. A. & Leary, J. J. (1994). *Análisis instrumental*. (4ª ed.). España: Mc Graw Hill Interamericana.
8. Snyder, L. R. (1979). *Introduction to modern liquid chromatography*. (2ª ed.). USA: John Wiley & Sons, Inc.
9. Stephan, A. G. (1993). *Detection in HPLC. Diode array*. New York: Marcel Dekker, Inc.
10. Watty, B. M. (1982). *Química analítica*. México: Alambra.
11. Willard, H. H. & Merritt, L. L. Jr. (1991). *Métodos instrumentales de análisis*. México: Iberoamericana.

A N E X O

FICHAS DE SEGURIDAD DE SUSTANCIAS QUÍMICAS

Una hoja de seguridad de materiales (MSDS), permite conocer la peligrosidad de una sustancia o de los componentes de una mezcla. El estudio de su contenido constituye una herramienta fundamental para la toma de decisiones orientadas a prevenir accidentes y enfermedades, que puedan ocurrir como consecuencia del manejo de sustancias químicas.

En este anexo se presentan algunas fichas de seguridad en forma de **Resumen de datos de seguridad y factores de riesgo en el manejo de sustancias químicas*** para algunos de los reactivos químicos utilizados en las prácticas de laboratorio de este manual.

Es importante señalar que este resumen no pretende sustituir a la MSDS completa de cada reactivo químico a utilizarse. Se recomienda ampliamente por motivos de seguridad en el trabajo de laboratorio, consultar las MSDS completas de los reactivos químicos.

Cada laboratorio debe de tener las hojas de seguridad (MSDS) de los reactivos químicos que almacena, el estudiante puede consultarlas solicitándolas al laboratorista. A su vez, recordemos que al trabajar en un laboratorio del área química, es siempre conveniente tener presentes la observación y seguimiento de las Medidas de control generales, como son:

- Trabajar en un lugar con buena ventilación.
- Aplicar procedimientos de trabajo seguro.
- Conocer respecto a los riesgos químicos y su prevención.
- Contar con la hoja de seguridad (MSDS) de los reactivos químicos y conocer su contenido.
- Mantener los envases con sus respectivas etiquetas.
- Respetar prohibiciones de no fumar, comer y tomar bebidas en el lugar de trabajo.

- Utilizar elementos de protección personal adecuados.

*La información proporcionada aquí se da de buena fe, sin hacer ninguna representación en cuanto a su integridad o exactitud. Es intención que sólo se utilice esta información para tener una noción general en el manejo de los reactivos químicos con las precauciones apropiadas, por una persona adecuadamente capacitada, sin que esto exima la revisión de las MSDS completas. Por consiguiente, no nos hacemos responsables de daños que resulten del uso o confianza que se tenga en esta información o del mal uso que se haga de ella.

ÁCIDO CLORHÍDRICO (33–40 %)
Nº CAS: 7647-01-0

Resumen de datos de seguridad
y factores de riesgo en el manejo
de sustancias químicas



Fórmula química: **HCl**

M.M. 36.46 g/mol

Sinónimos: Ácido muriático, cloruro de hidrógeno, ácido hidroclorehídrico en solución.

PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS	RIESGOS DE EXPOSICIÓN	MANEJO
Apariencia: Líquido incoloro y con vapores.	Riesgo principal: Corrosivo.	Precauciones y equipo de seguridad: Lentes de seguridad y careta; bata y mandil; campana de ventilación; guantes; extinguidor clase B. Reactividad e incompatibilidad: Es estable bajo condiciones normales de uso y almacenamiento. El calor contribuirá a la explosión de los contenedores. No es compatible con muchas sustancias y altamente reactivo con bases fuertes, metales, óxidos de metales, hidróxidos, aminas y carbonatos. Es incompatible con cianuro, sulfitos y sulfatos y formaldehído.

Olor: Picante e irritante, característico de ácido clorhídrico.

Riesgos secundarios: Nocivo y reactivo.

Primeros auxilios

En caso de:

a) Inhalación: transferir al afectado a un lugar ventilado y si es necesario dar respiración artificial.

b) Ingestión: NO INDUCIR EL VÓMITO, dar grandes cantidades de agua o leche.

c) Contacto con piel y ojos:

Lavar con abundante agua durante 15 min.

En cualquiera de los casos es necesario recibir ayuda médica.

Solubilidad: Completamente soluble en agua. Muy soluble en alcoholes. Soluble en éter y benceno. Insoluble en hidrocarburos.

Peligro: Veneno, corrosivo. Líquido y brisa causan severas quemaduras a todo el tejido corporal. Fatal si es ingerido o inhalado. La inhalación puede provocar daño pulmonar.

Derrames y eliminación: En caso de derrame se deberá ventilar y evacuar el área. Si es posible contener el líquido, neutralizar con algún material alcalino (carbonato de sodio o carbonato de calcio), y después absorber con arena seca, tierra diatomea vermiculita u otro material inerte. No use aserrín. Disponer en un contenedor apropiado para desperdicios químicos.

Densidad: 1.184 kg/L a 20 °C pH: 0.1 (1.0 N), 1.1 (0.1 N), 2.02 (0.01 N) % de volátiles por volumen a 21 °C: 100	Agente extinguidor: Usar agua en spray en caso de incendio.	Almacenamiento: Proteger envases contra daño físico. Se deberá mantener en un lugar ventilado, seco y fresco, con pisos resistentes al ácido. Mantener alejado de la luz solar directa, agua y calor. Evitar la electricidad estática. Mantener separado de sus respectivos incompatibles.
Punto de ebullición: azeotropo 109 °C	Grado de riesgo: Salud: 3 - Severo (Veneno) Inflamabilidad: 0 - Ninguno Reactividad: 2 - Moderado Contacto: 3 - Severo (Corrosivo)	Color de almacenamiento: Blanco (Corrosivo).
		Envasado: Los envases deberán de estar cerrados herméticamente. Los envases vacíos pueden ser peligrosos debido a los residuos (vapores o líquido) retenidos en ellos.

Punto de fusión:

-35 °C

Manifestaciones

clínicas: La inhalación provoca inflamación del tracto respiratorio superior, lo que ocasiona tos o ahogamiento, en casos severos edema pulmonar o la muerte. La ingestión provoca quemaduras y dolor inmediatamente en la boca y tracto digestivo. Puede causar náusea y vómito.

Puede ser fatal. Causa irritación severa y quemaduras en la piel y ojos, causando daño permanente en ojos.

Densidad de vapor:

1.27

Toxicidad: DL50

Oral: 900 mg/Kg; en conejos. CL50 de Inhalación: 3124 ppm/1 h en ratas. Investigado como tumorigeno y mutagénico.

Presión de vapor (mm Hg):

190 a 25 °C

ÁCIDO CLORHÍDRICO
NFPA 704. 3-0-1
Número CAS 7647-01-0

**Figura 1.** Ficha de seguridad de ácido clorhídrico.

ÁCIDO NÍTRICO
N° CAS: 7697-37-2

Resumen de datos de seguridad
y factores de riesgo en el manejo
de sustancias químicas



Fórmula química: HNO_3

M.M. 63.01 g/mol

Sinónimos: Agua fuerte, ácido azótico, soluciones de ácido nítrico 50 al 70 %

PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS	RIESGOS DE EXPOSICIÓN	MANEJO
Apariencia: Líquido que va de incoloro a amarillo.	Peligro: Veneno, corrosivo. Fuerte oxidante. El contacto con otros materiales puede resultar en fuego. Causa severas quemaduras en todo el cuerpo. Puede ser fatal si es ingerido o inhalado. La inhalación puede dañar dientes y pulmones a largo plazo.	Precauciones y equipo de seguridad: Lentes de seguridad; bata; campana de extracción; guantes.
Olor: Sofocante e irritante.	Agente extinguidor: Se puede usar agua para mantener los contenedores frescos. Nunca introducir agua en los contenedores.	Reactividad e incompatibilidad: Es estable bajo condiciones normales de uso y almacenamiento. Los contenedores pueden estallar al ser expuestos al calor. Es incompatible con la mayoría de sustancias, especialmente, bases fuertes, polvos metálicos, carburos, sulfuro de hidrógeno, turpentina, aguarrás y combustibles orgánicos.

Solubilidad: Infinitamente soluble.

Grado de riesgo:

Salud:

3 - Severo (Veneno)

Inflamabilidad:

0 - Ninguno

Reactividad:

3 - Severo (Oxidante)

Contacto: 4 - Extremo (Corrosivo)

Primeros auxilios

En caso de:

a) Inhalación: Transferir al afectado a un lugar ventilado y si es necesario dar respiración artificial.

b) Ingestión: NO INDUCIR EL VÓMITO, dar grandes cantidades de agua o leche.

c) Contacto con piel y ojos: Lavar con abundante agua durante 15 min.

En cualquiera de los casos es necesario recibir atención médica.

Densidad: 1.41 kg/L a 20 °C pH: 1.0 (En soluciones 0.1 M) % de volátiles por volumen a 21°C: 100

Manifestaciones clínicas:

La inhalación puede causar dificultad al respirar lo que conlleva a neumonía y edema pulmonar. Su ingestión ocasiona severas quemaduras en el tracto digestivo y mucho dolor. Causa severas quemaduras en piel y ojos. Puede dañar permanentemente los ojos.

Derrames y eliminación: En caso de derrame, se deberá ventilar y evacuar el área. Si es posible, contener el líquido. Neutralizar con algún material alcalino (carbonato de sodio o carbonato de calcio). Absorber con arena seca, tierra diatomea, vermiculita u otro material inerte. NO USAR ASERRÍN. Introducirlo en un contenedor apropiado para desperdicios químicos.

Punto de ebullición: 122 °C.	Toxicidad: CL ₅₀ de Inhalación: 224 ppm en ratas.	Almacenamiento: Proteger envases contra daño físico. Se deberá mantener en un lugar ventilado, seco y fresco, con pisos resistentes al ácido. Mantener alejado de la luz solar directa, agua y calor. Mantener separado de sus respectivos incompatibles. Al diluir agregar el ácido al agua y nunca de manera contraria.
Punto de fusión: - 42 °C		Color de almacenamiento: Amarillo (peligro de reactividad).
Densidad de vapor: 2 - 3		Envasado: Los envases deberán estar cerrados apropiadamente. Los envases vacíos pueden ser peligrosos debido a los residuos (vapores o líquido) retenidos en ellos.
Presión de vapor (mm Hg): 48		

ÁCIDO NÍTRICO
NFPA 704. 4-0-1
Número CAS 7697-37-2



Figura 2. Ficha de seguridad de ácido nítrico

ALCOHOL ISOAMÍLICO
N° CAS: 123-51-3

Resumen de datos de seguridad
y factores de riesgo en el manejo
de sustancias químicas

Fórmula química: $(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$

M.M. 88.15 g/mol

Sinónimos: Iso-pentanol , iso-butilcarbinol, 2-metil-4-butanol, alcohol iso-pentílico, isobutilcarbinol.

PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS	RIESGOS DE EXPOSICIÓN	MANEJO
Apariencia: Líquido incoloro y transparente.	Peligro: Vapores y líquido moderadamente inflamables. Dañino si es ingerido o inhalado. Causa irritación en ojos, piel y tracto respiratorio. Si se absorbe en grandes cantidades tiene efectos sobre el sistema nervioso central, produciendo vértigo y cefaleas.	Precauciones y equipo de seguridad: Lentes de seguridad, bata, campana de ventilación, guantes; extinguidor clase B.
Olor: Característico y desagradable.	Agente extinguidor: Uso de extintores de polvo químico seco, espuma química y/o anhídrido carbónico. Aplicación de agua en forma de neblina.	Reactividad e incompatibilidad: Normalmente es estable. Es incompatible con agentes oxidantes fuertes, como percloratos, peróxidos y nitratos (se puede incrementar riesgo de incendio). Bario perclorato, óxido de etileno y ácido sulfúrico (reacción violenta). Agentes reductores fuertes (reacción vigorosa). Trisulfuro de hidrógeno (reacción violenta y explosiva).

Solubilidad: Moderada solubilidad en agua (2.69 g por 100 mL de agua a 20 °C). Soluble en alcohol etílico, acetona y en muchos otros solventes orgánicos.

Grado de Riesgo:
Salud: 2 - Moderado
Inflamabilidad: 2 - Moderado
Reactividad: 1 - Leve
Contacto: 1 - Leve

Primeros auxilios

En caso de:

a) Inhalación: Transferir al afectado a un lugar ventilado y si es necesario dar respiración artificial. Si respira dificultosamente se debe suministrar oxígeno.

b) Ingestión: Dar a beber grandes cantidades de agua.

c) Contacto con piel y ojos: Lavar con abundante agua durante 15 min.

En cualquiera de los casos es necesario recibir atención médica.

Densidad: 0.812 kg/L
a 20 °C

Manifestaciones

clínicas: Causa irritaciones en piel, ojos, membranas mucosas, nariz y tracto respiratorio (a partir de concentraciones ambientales de 150 ppm). Nocivo. Depresión del sistema nervioso central. Dolor de cabeza, náuseas, mareos, vértigos, vómitos y diarrea. Dificultad respiratoria. Eventual inconsciencia. De ser ingerido causa dolor abdominal. Altas dosis conducen al colapso, coma y muerte.

Derrames y eliminación:

En caso de derrame, se deberá ventilar y evacuar el área, remover fuentes de ignición Si es posible contener el líquido y después absorber con algún material inerte, disponer en un contenedor apropiado para desperdicios químicos.

pH: No hay información disponible.

Toxicidad: DL50

Oral: 5045 mg/Kg en ratas; CL50 de Inhalación: 16000 ppm/8 h en ratas; DL50 cutáneo: 12.8 g/kg en conejos. Investigado como tumorigeno y mutagénico.

Área de almacenamiento:

Zona de almacenaje de reactivos y soluciones químicas con riesgo de inflamación. Almacenamiento en bodegas y/o cabinas, diseñadas para contener inflamables. Lugar frío, seco y con buena ventilación.

Punto de ebullición:

131 °C

Punto de fusión:

-117.2 °C Temperatura

de ignición: 43 °C

(crisol cerrado)

Color de almacenamiento:

Rojo (Inflamable).

Presión de vapor

(mm Hg):

1.5 - 2.3 a 20 °C

Envasado: Tener los envases cerrados y debidamente etiquetados. Proteger contra el daño físico. Mantener alejado de condiciones y sustancias incompatibles.

Densidad de vapor:

3

ALCOHOL ISOAMÍLICO
NFPA 704. 1-2-0



Figura 3. Ficha de seguridad de alcohol isoamílico.

ALCOHOL METÁLICO
N° CAS: 67-56-1

Resumen de datos de seguridad
y factores de riesgo en el manejo
de sustancias químicas

Fórmula química: CH_3OH

M.M. 32.04 g/mol

Sinónimos: Metanol, carbinol, alcohol de madera.

PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS	RIESGOS DE EXPOSICIÓN	MANEJO
Apariencia: Líquido incoloro y transparente.	Peligro: Veneno. Vapor dañino. Puede ser fatal o causar ceguera si es ingerido. Dañino si es inhalado o absorbido por la piel. Vapores y líquido inflamables. Afecta al sistema nervioso, hígado y tracto gastrointestinal.	Precauciones y equipo de seguridad: Lentes de seguridad, bata, guantes; extinguidor clase B.
Olor: Picante.	Agente extinguidor: Químicos secos, espuma o dióxido de carbono. El agua es inútil.	Reactividad e incompatibilidad: Es estable bajo condiciones normales de uso y almacenamiento. No es compatible con oxidantes fuertes como nitratos, percloratos o ácido sulfúrico. Reacciona con aluminio metálico, generando gas hidrógeno. Ataca algunas formas de plástico, hule y coberturas.

Solubilidad: Completa (100 %).	Grado de riesgo: Salud: 3 - Severo (Veneno) Inflamabilidad: (Inflamable) Reactividad: 1 - Leve Contacto: 1 - Leve	Primeros auxilios En caso de: <i>a) Inhalación:</i> Transferir al afectado a un lugar ventilado y si es necesario dar respiración artificial. <i>b) Ingestión:</i> Inducir el vómito si la persona está consciente. <i>c) Contacto con piel y ojos:</i> Lavar con abundante agua durante 15 min como mínimo. En cualquiera de los casos es necesario recibir atención médica.
Densidad: 0.7915 kg/l a 20 oC	Manifestaciones clínicas: Los síntomas de inhalación son: dolor de cabeza, mareo, náusea, ceguera o muerte. Si es ingerido los síntomas son similares a la inhalación. Dosis fatal: 100-125 mL. Es absorbido por la piel con síntomas similares a la inhalación. Irrita los ojos. Se elimina lentamente.	Derrames y eliminación: En caso de derrame, se deberá ventilar y evacuar el área, remover fuentes de ignición. Si es posible, contener el líquido. Absorber con arena seca, vermiculita u otro material inerte y disponer en un contenedor apropiado para desperdicios químicos. No usar aserrín.

pH: Información no disponible. % de volátiles por volumen a 21 °C: 100	Toxicidad: DL ₅₀ Oral: 5628 mg/Kg; en ratas. CL ₅₀ de Inhalación: 64000 ppm/4 h en ratas; DL ₅₀ Cutáneo: 15800 mg/Kg en conejos. Investigado como mutagénico y efectos en la reproducción.	Almacenamiento: Proteger contra daño físico. Se deberá mantener en un lugar ventilado, seco y fresco, lejos de áreas en donde el riesgo de fuego sea grave. Los contenedores deberán evitar la electricidad estática. Mantener separado de sus respectivos incompatibles.
Punto de ebullición: 64.7 °C		Color de almacenamiento: Rojo (Inflamable).
Punto de fusión: -97.8 °C		Envasado: Los envases deberán estar cerrados herméticamente. Los envases vacíos pueden ser peligrosos debido a los residuos (vapores o líquido) retenidos en ellos. No someter los envases vacíos a presión, cortaduras, soldadura, taladro o cualquier fuente de calor, fuego, electricidad estática o chispas ya que los contenedores pueden explotar y ocasionar accidentes o la muerte.
Densidad de vapor: 1.11		
Presión de vapor (mm Hg): 97 a 20 °C, 127 a 25 °C.		
Grado de evaporación (BuAc = 1): 5.9		

ALCOHOL METÍLICO NFPA 704. 1-3-0 Número CAS 67-56-1	
---	---

Figura 4. Ficha de seguridad de alcohol metílico.

CLOROFORMO
N° CAS: 67-66-3

Resumen de datos de seguridad
y factores de riesgo en el manejo
de sustancias químicas

Fórmula química: CHCl_3

M.M. 119.38 g/mol

Sinónimos: Triclorometano, tricloruro de metilo, tricloruro de metano.

PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS	RIESGOS DE EXPOSICIÓN	MANEJO
Apariencia: Líquido incoloro y transparente.	Peligro: Puede ser fatal si es ingerido, inhalado o absorbido por la piel. Causa irritación en piel, ojos y tracto respiratorio. Se sospecha que causa cáncer. Afecta el sistema nervioso central, sistema cardiovascular, hígado y pulmones.	Precauciones y equipo de seguridad: Lentes de seguridad y careta, bata y mandil, campana de ventilación, guantes, extinguidor clase B.
Olor: Característico como éter.	Agente extinguidor: Se puede usar cualquier agente extinguidor.	Reactividad e incompatibilidad: Es estable bajo condiciones normales de uso y almacenamiento. El pH disminuye en exposiciones prolongadas a la luz debido a la formación de HCl. No es compatible con cáusticas fuertes y metales activos como el aluminio, magnesio en polvo, sodio o potasio; acetona, flúor, metanol, metóxido de sodio, tetraóxido de dinitrógeno, terbutóxido, triisopropilfosfina.

Solubilidad: 0.8 g/100 g de H ₂ O a 20 °C	Grado de riesgo: Salud: 3 - Severo (Cancerígeno)Inflamabilidad: 0 - Ninguno Reactividad: 1 - Leve Contacto: 2 - Moderado	Primeros auxilios En caso de: <i>a) Inhalación:</i> Transferir al afectado a un lugar ventilado y si es necesario dar respiración artificial. <i>b) Ingestión:</i> NO INDUCIR EL VÓMITO, mejor dar grandes cantidades de agua. <i>c) Contacto con piel y ojos:</i> Lavar con abundante agua durante 15 minutos mínimo. En cualquiera de los casos es necesario recibir atención médica.
Densidad: 1.48 a 20 °C	Manifestaciones clínicas: Actúa como un potente anestésico, afecta el sistema nervioso central. Si se inhala puede provocar dolor de cabeza, adormecimiento, mareo. Altas exposiciones pueden causar inconsciencia pudiendo llegar hasta la muerte.	Derrames y eliminación: En caso de derrame se deberá ventilar y evacuar el área. Si es posible contener el líquido, absorber con arena seca, vermiculita u otro material inerte, NO USAR ASERRÍN. Disponer en un contenedor apropiado para desperdicios químicos.

pH: No hay información disponible.
% de volátiles por volumen a 21 °C:100

Al ser ingerido causa quemaduras en el tracto digestivo, dolor en el pecho y en grandes cantidades provoca síntomas similares a los de la inhalación. Causa irritación en ojos y piel ocasionando su absorción. Exposición prolongada o repetida puede provocar daños al sistema nervioso, hígado y riñones. Las personas, con desórdenes preexistentes en la piel o problemas en los ojos, daños en el hígado, riñones o problemas respiratorios pueden ser más susceptibles a los efectos de la sustancia.

Almacenamiento: Proteger envases contra daño físico. Se deberá mantener en un lugar ventilado, seco y fresco, lejos de la luz e incompatibles.

Punto de ebullición:

62 °C

Color de almacenamiento:

Azul (riesgo a la salud)

Punto de fusión:

-63.5 °C

Envasado: Los envases deberán estar cerrados apropiadamente y ser de colores que no dejen pasar la luz. Los envases vacíos pueden ser peligrosos debido a los residuos (vapores o líquido) retenidos en ellos.

Densidad de vapor:

4.1

Presión de vapor

(mm Hg):

160 a 20 °C

Grado de evaporación (BuAc=1):

11.6

CLOROFORMO

NEPA 704. 2-0-0

Número CAS 67-66-3



Figura 5. Ficha de seguridad de cloroformo

DITIZONA
N° CAS: 60-10-6

Resumen de datos de seguridad
y factores de riesgo en el manejo
de sustancias químicas

Fórmula química: $C_{13}H_{12}N_4S$

M.M. 256.33 g/mol

Sinónimos: 1,5-Difeniltiocarbazona

PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS	RIESGOS DE EXPOSICIÓN	MANEJO
Apariencia: Sólido verde.	Riesgo principal: Combustible leve. Riesgos secundarios: nocivo, irritante y reactivo leve.	Precauciones y equipo de seguridad: Lentes de seguridad, bata, guantes apropiados. Trabajar en un lugar con buena ventilación. En caso de formarse polvo es necesario utilizar protección respiratoria. Observar las precauciones habituales en el manejo de productos químicos.
Olor: Sin olor a ligero olor característico.	Medidas de lucha contra incendios Medios de extinción adecuados: espuma, polvo seco.	Reactividad e incompatibilidad: Es normalmente estable. Incompatible con agentes oxidantes fuertes. Puede presentarse posible explosión del polvo.

Punto de fusión: 168 °C (se descompone)	Grado de riesgo: Salud: 1 - Ligero Inflamabilidad: 1 - Ligero Reactividad: 1 - Ligero Contacto: 1 - Ligero Riesgo especial: Combustible leve. Riesgo de explosión del polvo.	Primeros auxilios En caso de: <i>a) Inhalación:</i> Trasladar a la persona al aire libre. En caso de que persista el malestar, pedir atención médica. <i>b) Ingestión:</i> Beber agua abundante. Provocar el vómito. Pedir atención médica. <i>c) Contacto con piel y ojos:</i> Lavar abundantemente con agua. Quitarse las ropas contaminadas. Si hubo contacto con los ojos, lavar con agua abundante manteniendo los párpados abiertos. <i>d) Pérdida del conocimiento:</i> Nunca dar a beber ni provocar el vómito.
Solubilidad: Insoluble en agua	Manifestaciones clínicas: Puede causar irritaciones leves por inhalación y contacto con los ojos. Nocivo de baja toxicidad oral. Sólo grandes dosis pueden producir disturbios gastrointestinales.	Medidas precaución/protección en caso de vertido accidental: <i>Relativas a las personas:</i> Evitar el contacto con la sustancia. <i>Relativas al medio ambiente:</i> No lanzar por el sumidero. <i>Procedimientos de recogida/limpieza:</i> Recoger en seco y proceder a la eliminación de residuos. Limpiar los restos con agua abundante. Evitar la formación de polvo.

Por absorción de grandes cantidades se pueden presentar problemas renales, alteraciones del metabolismo, trastornos de visión.

**Descomposición
térmica** > 168 °C

Toxicidad aguda:
DL₅₀ intraperitoneal
ratón: 200 mg/kg.
No se descartan otras
características peligrosas.

Almacenamiento: Recipientes bien cerrados. Protegido de la luz. Ambiente seco.

Color de almacenamiento:
Verde (normal)

Envasado: Los envases deberán estar cerrados apropiadamente y ser de colores que no dejen pasar la luz.

DITIZONA
NFPA 704. 0-1-0
Número CAS 60-10-6



Figura 6. Ficha de seguridad de ditizona.

HIDRÓXIDO DE SODIO
Nº CAS: 1310-73-2

Resumen de datos de seguridad
y factores de riesgo en el manejo
de sustancias químicas



Fórmula química: **NaOH**

M.M. 40.00 g/mol

Sinónimos: Sodio hidróxido - hidróxido de sodio - hidróxido sódico - sosa cáustica - cáustico blanco - lejía de sodio.

PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS	RIESGOS DE EXPOSICIÓN	MANEJO
Apariencia: Sólido blanco, higroscópico.	Peligro: Es corrosivo, nocivo y reactivo, causa severas quemaduras a todo el tejido corporal. Fatal si es ingerido. La inhalación puede provocar daño pulmonar.	Precauciones y equipo de seguridad: Lentes de seguridad, bata, campana de ventilación, guantes.
Olor: Sin olor.	Agente extinguidor: Utilización de extintores apropiados al fuego circundante. En general, uso de agentes de extinción de anhídrido carbónico y/o polvo químico seco. Aplicar agua sólo en forma de neblina para enfriar medios contenedores.	Reactividad e incompatibilidad: Es no combustible. Moderada estabilidad. Es incompatible con ácidos fuertes (reacción violenta). Aluminio, titanio y zinc (puede generar gas hidrógeno inflamable). Acetaldehído, acroleína y acrilonitrilo (polimerización violenta). Tricloroetileno, tetracloroetano y 1,2-dicloroetileno (inflamación espontánea).

Azúcar, lactosa y maltosa (generación de monóxido de carbono). Peróxidos orgánicos. Nitroaromáticos, nitroparafinas y compuestos organohalogenados. Agua (reacción violenta). Al emplearlo en disolución acuosa, agregar el producto alcalino al agua, nunca lo contrario.

Solubilidad: Muy soluble agua (111 g por 10 mL de agua a 20 °C). Soluble en alcoholes etílico y metílico y glicerol.

Grado de riesgo:
Salud: 3 - Severo
Inflamabilidad:
0 - Ninguno
Reactividad:
2 - Moderado
Contacto: 4 - Extremo

Densidad: 2.13 kg/L a 20 °C

Manifestaciones clínicas: Por inhalación se pueden presentar irritaciones y quemaduras de las membranas mucosas y en general del tracto respiratorio superior. Edema pulmonar - Posibilidad de daño pulmonar permanente. Dificultad respiratoria.

Al contacto con piel y ojos es extremadamente corrosivo, causa quemaduras graves y ulceraciones. Dolor. Visión borrosa. Posible daño permanente. Por ingestión causa graves irritaciones y quemaduras en la boca, esófago y estómago, ulceraciones y perforaciones en esófago y estómago. Náuseas, vómitos y diarrea. Colapso y posibilidad de muerte.

pH: 14 % de volátiles por volumen a 21 °C
100

Punto de ebullición: 1390 °C

Toxicidad: Estudios reportan que causa cáncer en esófago en individuos por vía ingestión.

Primeros auxilios

En caso de:

a) Inhalación: Trasladar a la persona donde exista aire fresco. En caso de paro respiratorio, emplear método de reanimación cardio-pulmonar. Si respira dificultosamente se debe suministrar oxígeno.

Punto de fusión:

318 °C

b) Contacto con piel y ojos:

Lavar abundantemente con agua. Quitarse las ropas contaminadas. Si hubo contacto con los ojos, lavar con agua abundante manteniendo los párpados abiertos.

c) Ingestión: Lavar la boca con bastante agua. Dar a beber agua para diluir. Control del shock, manteniendo a la persona abrigada. NO INDUCIR AL VÓMITO. En cualquier caso se debe solicitar ayuda médica de inmediato.

Densidad de vapor:

1.0

Derrames y eliminación:

Contener el derrame o fuga. Ventilar el área y aislar la zona crítica. Neutralizar con soluciones de ácido acético o clorhídrico. Recoger el producto de manera segura. Lavar la zona contaminada con bastante agua.

Presión de vapor (mm Hg):

1.0 a 20 °C

Almacenamiento: Mantener separado de sus respectivos incompatibles, en un lugar ventilado, seco y fresco, alejado de la luz solar directa, agua y calor.

Color de almacenamiento: Blanco separado (corrosivo).

HIDRÓXIDO DE SODIO NFPA 704. 3-0-1 Número CAS 1310-73-2	
---	---

Figura 7. Ficha de seguridad de hidróxido de sodio.

MERCURIO
N° CAS: 7439-97-6

Resumen de datos de seguridad
y factores de riesgo en el manejo
de sustancias químicas

Fórmula química: **Hg**

M.M. 200.59 g/mol

Sinónimos: Plata líquida.

PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS	RIESGOS DE EXPOSICIÓN	MANEJO
Apariencia: Metal líquido de color blanco platinado, pesado y móvil.	Peligro: Corrosivo. Causa quemaduras en piel, ojos y tracto respiratorio. Puede ser fatal si es ingerido o inhalado. Dañino si es absorbido por la piel. El mercurio afecta los riñones y el sistema nervioso central. Puede causar reacciones alérgicas en la piel.	Precauciones y equipo de seguridad: Lentes de seguridad y careta, bata y mandil, campana de ventilación, guantes.
Olor: Ninguno.	Agente extinguidor: En general, el uso de extintores de espuma química, anhídrido carbónico y/o polvo químico seco, de acuerdo a características del fuego en forma de neblina.	Reactividad e incompatibilidad: Es estable bajo condiciones normales de uso y almacenamiento. Es incompatible con acetilenos, amoníaco, óxido de etileno, dióxido de cloro, azidas, óxidos metálicos, litio, rubidio, oxígeno, oxidantes fuertes y carbonilos metálicos.

Solubilidad: Insoluble en agua.	Grado de riesgo: Salud: 4 - Extremo (Veneno) Inflamabilidad: 0 - Ninguno Reactividad: 1 - Leve Contacto: 3 - Severo (Vida)	Primeros auxilios En caso de: <i>a) Inhalación:</i> Transferir al afectado a un lugar ventilado y si es necesario dar respiración artificial. <i>b) Ingestión:</i> Inducir el vómito inmediatamente. <i>c) Contacto con piel y ojos:</i> Lavar con abundante agua durante 15 minutos como mínimo. En cualquiera de los casos es necesario recibir atención médica.
Densidad: 13.55kg/l a 20 °C	Manifestaciones clínicas: Los vapores de mercurio son altamente tóxicos al ser inhalados. Causan severos daños al tracto respiratorio. Puede ser absorbido por este medio con síntomas similares a la ingestión. Afecta a los sistemas: nervioso central, digestivo y respiratorio. Su ingestión provoca quemaduras en todo el tracto digestivo, los síntomas son sed y dolor abdominal. Causa quemaduras en piel y ojos.	Derrames y eliminación: En caso de derrame, se deberá ventilar y evacuar el área. Recoger de manera que no se disperse brisa en el aire. Esparcir en el área del derrame polisulfito de calcio o sulfuro para suprimir el mercurio. Colocar en un contenedor apropiado para su eliminación.

pH: No hay información disponible % de volátiles por volumen a 21 °C:100

Toxicidad: Se ha investigado como tumorigénico y mutagénico. Todas las formas de mercurio pueden atravesar la placenta al feto.

Color de almacenamiento: Azul (riesgo a la salud)

Punto de ebullición: 356.7 °C

Área de almacenamiento: Zona de almacenaje de reactivos y soluciones químicas con riesgo por contacto. Almacenamiento en bodegas y/o cabinas, diseñadas para contener corrosivos. Lugar fresco a frío, seco y con buena ventilación. Proteger de la luz solar.

Punto de fusión: - 38.87 °C

Presión de vapor (mm Hg): 0.0018 a 25 °C

Grado de evaporación (BuAc = 1): 4

MERCURIO METAL
NFPA 704. 3-0-0
Número CAS 7439-97-6



Figura 8. Ficha de seguridad de mercurio metal.

NITRATO DE PLOMO
N° CAS: 10099-74-8

Resumen de datos de seguridad
y factores de riesgo en el manejo
de sustancias químicas



Fórmula química: **Pb(NO₃)₂**

P.M. 331.21 g/mol

Sinónimos: Nitrato de plomo (II), dinitrato de plomo, nitrato plumboso

PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS	RIESGOS DE EXPOSICIÓN	MANEJO
Apariencia: Sólido, cristales blancos o incoloros.	Peligros: Es una sustancia tóxica. Se descompone al calentarla intensamente (290 °C), produciendo humos tóxicos de óxido de nitrógeno y óxidos de plomo.	Precauciones y equipo de seguridad: Lentes de seguridad, bata, guantes apropiados. Trabajar en un lugar con buena ventilación. En caso de formarse polvo es necesario utilizar protección respiratoria.
Olor: Sin olor.	Medidas de lucha contra incendios: En general, uso de agentes extintores de dióxido de carbono o polvo químico seco para fuegos pequeños. Aplicar agua en forma de neblina para fuegos grandes y pequeños.	Reactividad e incompatibilidad: Es normalmente estable. No combustible pero facilita la combustión de otras sustancias. Es un oxidante fuerte y reacciona violentamente con materiales combustibles y reductores. Incompatible con tiocianato de amonio, carbón pulverizado e hipofosfato de plomo, con los cuales reacciona violentamente.

Punto de fusión:	Grado de riesgo:	Primeros auxilios
290 °C (se descompone)	Salud: 3 - Severo Inflamabilidad: 0 - No. Especial Reactividad: 2 - Moderado Contacto: 1 - Ligero Indicación especial: Oxidante.	En caso de: <i>a) Inhalación:</i> Trasladar a la persona al aire libre. Si respira con dificultad suministrar oxígeno. Solicitar de inmediato atención médica. <i>b) Ingestión:</i> Dé a beber inmediatamente leche o agua. Provocar el vómito. Pedir atención médica. <i>c) Contacto con piel y ojos:</i> Lavar suavemente con abundante agua. Quitarse las ropas contaminadas. Si hubo contacto con los ojos, lavar con agua abundante manteniendo los párpados abiertos. <i>d) Pérdida del conocimiento:</i> nunca dar nada por la boca si la persona está inconsciente.

Solubilidad: Muy soluble en agua, 52 g/100 mL a 20 °C

Manifestaciones clínicas: Por ingestión es venenoso, causa espasmos abdominales y náuseas, vomito, pérdida de apetito, baja de presión en la sangre, en casos graves parálisis respiratoria, coma y muerte. Por inhalación prolongada causa irritación en las vías tracto respiratorias, dependiendo de la cantidad puede ocurrir envenenamiento con los síntomas de la ingestión. Al contacto con la piel y ojos causa irritación y ardor. La absorción en la sangre ocurre por vía piel, ojos, pulmones, boca. Es acumulativo ya que su degradación en el cuerpo es muy pequeña.

Medidas precaución/ protección en caso de vertido accidental:

Eliminar fuentes de ignición. No tocar el material derramado. Con equipo de protección personal y una pala limpia (plástico), coloque cuidadosamente el material dentro de una cubeta de plástico y/o bolsa de polietileno y cubra; retire del área. Lave el área del derrame con agua, evitando que escurra para evitar la introducción a las vías fluviales, alcantarillas, sótanos o áreas confinadas.

Toxicidad aguda:

DLL0 oral conejillo
de indias: 500 mg/
kg DLL0 oral gpg: 500
mg/kg

DL₅₀ ipr mus: 74 mg/
kg

La sustancia es tóxica
para los organismos.

Se aconseja firme-
mente impedir que el
producto químico se
incorpore al ambiente.

Almacenamiento: Recipien-
tes bien cerrados. Protegido
de la luz. Ambiente seco. No
poner en contacto con sustan-
cias inflamables.

Color de almacenamiento:

Amarillo (oxidante).

NITRATO DE PLOMO
NFPA 704. 2-0-0
Número CAS 10099-74-8



Figura 9. Ficha de seguridad de nitrato de plomo.

OXINA
N° CAS: 148-24-3

Resumen de datos de seguridad
y factores de riesgo en el manejo
de sustancias químicas

Fórmula química: C_9H_7NO

M.M. 145.16 g/mol

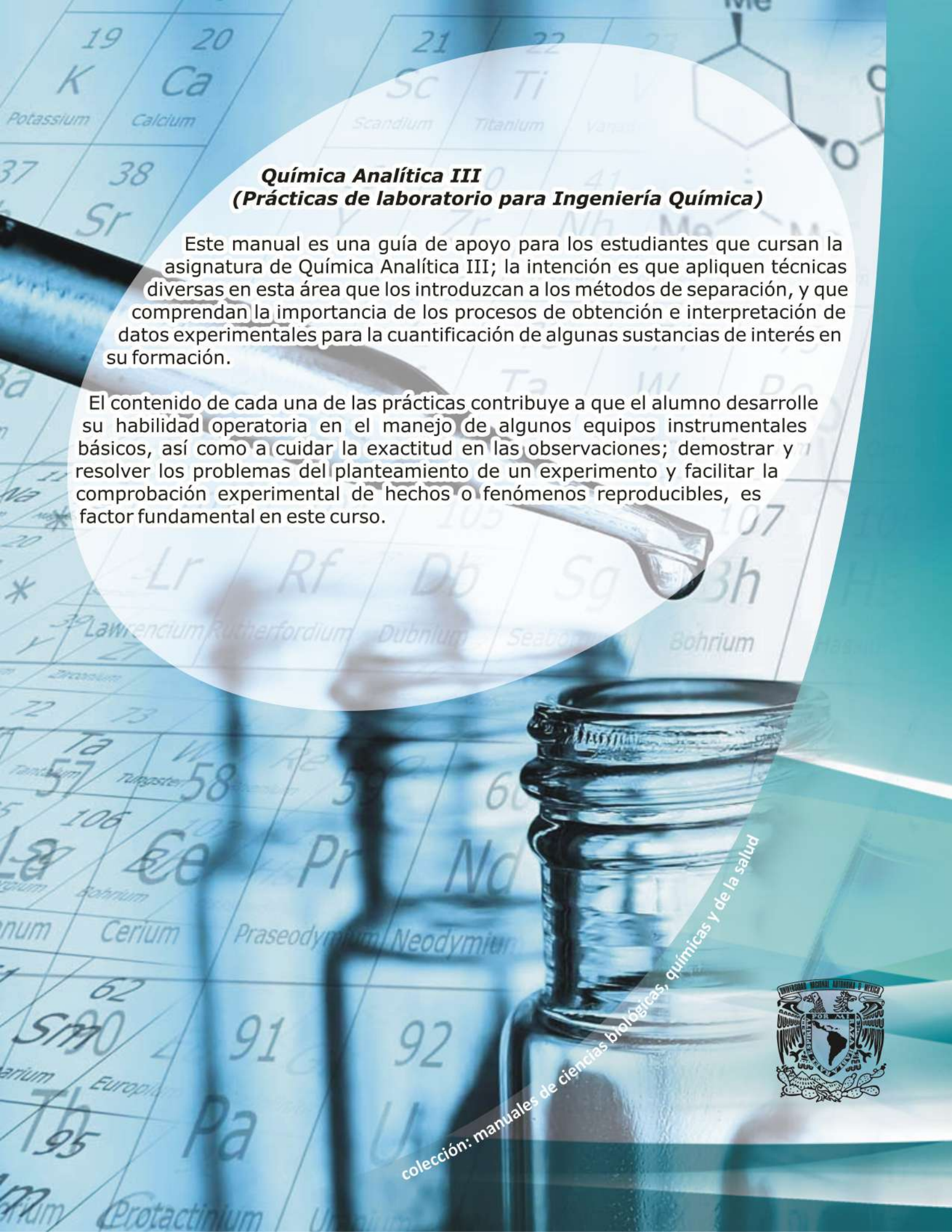
Sinónimos: 8-quinolinol - 8-hidroxiquinoleína - fenopiridina - hidroxibenzopiridina

PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS	RIESGOS DE EXPOSICIÓN	MANEJO
Apariencia: Aspecto: sólido, cristales blancos a color crema.	Peligros: Nocivo, irritante, reactivo y combustible leves.	Precauciones y equipo de seguridad: Lentes de seguridad, bata, guantes apropiados. Trabajar en un lugar con buena ventilación. En caso de formarse polvo es necesario utilizar protección respiratoria. Observar las precauciones habituales en el manejo de productos químicos.
Olor: Olor fenólico.	Medidas de lucha contra incendios: En general, uso de agentes extintores de dióxido de carbono, espuma química y/o polvo químico seco, de acuerdo a las características del fuego circundante. Aplicar agua en forma de neblina.	Reactividad e incompatibilidad: Es normalmente estable. Incompatible con agentes oxidantes fuertes.

Punto de fusión:	Grado de riesgo:	Primeros auxilios
72 °C	Salud: 1 Ligero Inflamabilidad: 1 Ligero Reactividad: 1 Ligero Contacto: 1 – Ligero Riesgo especial: Combustible leve.	En caso de: <i>a) Inhalación:</i> Trasladar a la persona al aire libre. En caso de paro respiratorio, emplear método de reanimación cardiopulmonar. Si respira con dificultad se debe suministrar oxígeno. <i>b) Ingestión:</i> Beber agua abundante. Provocar el vómito. <i>c) Contacto con piel y ojos:</i> Lavar abundantemente con agua. Quitarse las ropas contaminadas. Si hubo contacto con los ojos, lavar con agua abundante manteniendo los párpados abiertos. <i>d) Pérdida del conocimiento:</i> Nunca dar a beber ni provocar el vómito. Para todos los casos solicitar atención médica.

Punto de ebullición: 267 °C	Manifestaciones clínicas: Por inhalación o ingestión se presentan irritaciones tracto-respiratorias y gastrointestinales. Tos y dificultad respiratoria. Nocivo leve. Vómitos y diarrea. Anorexia. Confusión, dificultad respiratoria, entre otros efectos al sistema nervioso central. Si hay contacto con piel y ojos se presentan irritaciones, enrojecimiento y dolor.	Medidas precaución/ protección en caso de vertido accidental: Contener el derrame o fuga. Ventilar el área. Aislar la zona crítica. Contar con algún medio de extinción contra incendios. Utilizar elementos de protección personal. Recoger el producto a través de una alternativa segura. Disponer el producto recogido como residuo químico. Lavar la zona contaminada con agua. Solicitar ayuda especializada si es necesaria.
Solubilidad: Insoluble en agua, insoluble en alcohol orgánicos	Toxicidad: CL ₅₀ (inhalación - rata): 1210 mg/m ³ por 6 horas. DL ₅₀ (oral - rata): 1200 mg/kg.	Almacenamiento: Recipientes bien cerrados. Protegido de la luz. Ambiente seco.
		Color de almacenamiento: Verde (normal)
		Envasado: Los envases deberán estar cerrados apropiadamente y ser de colores que no dejen pasar la luz.
OXINA NFPA 704. 1-1-1 Número CAS 148-24-3 		

Figura 10. Ficha de seguridad de oxina.



Química Analítica III **(Prácticas de laboratorio para Ingeniería Química)**

Este manual es una guía de apoyo para los estudiantes que cursan la asignatura de Química Analítica III; la intención es que apliquen técnicas diversas en esta área que los introduzcan a los métodos de separación, y que comprendan la importancia de los procesos de obtención e interpretación de datos experimentales para la cuantificación de algunas sustancias de interés en su formación.

El contenido de cada una de las prácticas contribuye a que el alumno desarrolle su habilidad operatoria en el manejo de algunos equipos instrumentales básicos, así como a cuidar la exactitud en las observaciones; demostrar y resolver los problemas del planteamiento de un experimento y facilitar la comprobación experimental de hechos o fenómenos reproducibles, es factor fundamental en este curso.

colección: manuales de ciencias biológicas, químicas y de la salud

