

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO  
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN

# Química Analítica IV

(Prácticas de laboratorio para Q.I.)

Alma Luisa Revilla Vázquez  
Pablo Hernández Matamoros



Edición  FESC



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

# **QUÍMICA ANALÍTICA IV**

## (Prácticas de laboratorio para Q.I.)

Asignatura: Química Analítica IV  
Clave: 10530

Carrera: Licenciatura en Química Industrial  
Clave: 1612

Autores:  
Alma Luisa Revilla Vázquez  
Pablo Hernández Matamoros

Revisado: 29 de agosto de 2012



# ÍNDICE

<b>Presentación</b>	<b>7</b>
<b>Introducción y objetivos generales del curso</b>	<b>9</b>
<b>Calendarización</b>	<b>11</b>
<b>Sistema de evaluación propuesto</b>	<b>13</b>
<b>Reglamento interno de laboratorio</b>	<b>14</b>
<b>Normas operativas en el laboratorio</b>	<b>16</b>
<b>PRÁCTICAS EXPERIMENTALES</b>	<b>17</b>
<b>Práctica 1.</b> Curva de calibración directa sin dilución (espectrofotometría de absorción atómica en el UV)	17
<b>Práctica 2.</b> Curva de calibración indirecta sin dilución (espectrofotometría molecular en el rango visible)	25
<b>Práctica 3.</b> Curva de adiciones patrón indirecta con y sin dilución (espectrofotometría molecular en el rango visible)	33
<b>Práctica 4.</b> Curva de valoración (espectrofotometría molecular en el rango visible)	41
<b>PROYECTO.</b> Cuantificación espectrofotometría molecular en el UV-VIS (tema asignado a cada equipo de trabajo)	49
<b>Práctica 5.</b> Espectrofotometría de infrarrojo (identificación cualitativa de un compuesto)	55
<b>Práctica 6.</b> Cromatografía de gases (factor respuesta y parámetros de influencia)	63
<b>Práctica 7.</b> Cromatografía de líquidos de alta eficiencia (factor respuesta y parámetros de influencia)	71
<b>Práctica 8.</b> Polarografía (voltamperometría con electrodo goteante de mercurio)	79
<b>Práctica 9.</b> Electrogravimetría (parámetros de influencia)	87



# PRESENTACIÓN

El presente manual de laboratorio para la asignatura de Química Analítica IV de la carrera de Químico Industrial es el resultado del esfuerzo de varias generaciones de alumnos y profesores que han permitido elaborarlo, gracias a sus contribuciones.

El manual presenta una serie de prácticas relacionadas con los diferentes métodos de cuantificación existentes y con el análisis instrumental. Dichas prácticas tienen como propósito ayudar a cumplir con los objetivos del curso y apoyar a la enseñanza teórica, de manera constante.

Mediante el empleo de este manual, se pretende optimizar tiempo y esfuerzo, ya que en él se encuentra la información necesaria para apoyar al estudiante en la realización de las partes experimentales, así como los informes de trabajo que se requieran, conforme a la infraestructura propia del laboratorio.

El presente manual está estructurado en dos bloques, con base en el programa de la asignatura:

1. Métodos de cuantificación
  - a. Curvas de calibración
  - b. Curvas de adiciones patrón
  - c. Curvas de valoración
2. Métodos instrumentales de análisis
  - a. Métodos espectrofotométricos
  - b. Métodos cromatográficos
  - c. Métodos electroquímicos

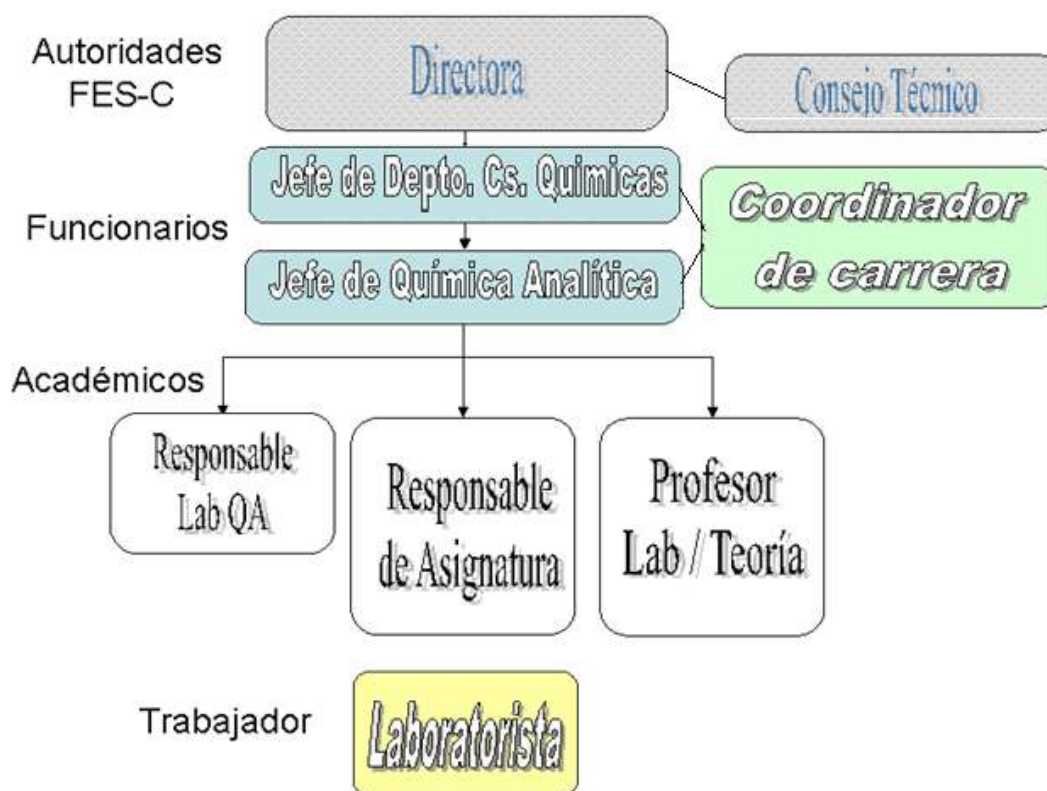
Con la finalidad de cubrir el programa antes mencionado y el objetivo de la asignatura, en la que el alumno debe enfrentarse a la elaboración de su propia práctica; es decir, que a partir de datos teóricos o experimentales, debe plantear la preparación de soluciones y sistemas para llevar a cabo la cuantificación del analito de interés, en la primera parte del curso. Además, se emplea el mismo sistema de

análisis para comprender los diversos métodos de cuantificación, con el objetivo de simplificar los parámetros que se deben de considerar para asegurar la cuantitatividad de la reacción, además de una cinética rápida, con el fin de que sea apropiado para un tiempo limitado de laboratorio.

Se espera que el presente manual redunde en mejorar la práctica docente de esta asignatura, así como en el aprovechamiento de los alumnos; por ello, los comentarios relacionados a su contenido son bienvenidos. Dichos comentarios, pueden hacerse empleando los buzones de sugerencias, o bien, pueden hacerse directamente al responsable de asignatura o jefe de sección.

*Este manual ha sido auspiciado gracias al proyecto PAPIME PE207606.*

**Agradecemos a la profesora Angélica Villegas por sus comentarios y las aportaciones realizadas durante la revisión del presente manual en mayo de 2012.**



Organigrama simplificado relacionado con la Sección de Química Analítica



En caso de queja o inconformidad sobre la conducta de un profesor o laboratorista, favor de dirigirse a la jefatura de sección, para ser debidamente asesorados sobre lo que marca la Legislación Universitaria para proceder en cada caso en específico. O bien, indicar su queja por escrito y de manera anónima, en los buzones de sugerencia ubicados en la Sección de Química Analítica.

## INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS GENERALES DEL CURSO

Debido al incesante desarrollo y a la gran variedad de técnicas instrumentales de análisis con las que se cuenta en la actualidad, el dominio de todas ellas es difícil abordar en su totalidad en un curso de licenciatura, por lo tanto, es necesario adquirir un conocimiento general, que nos permita interpretar y manejar cualquiera de ellas y así poder efectuar la interpretación y el manejo de la información obtenida.

Si se busca algún punto en común entre la gran cantidad de técnicas instrumentadas de análisis químico, tendríamos que reconocer que todas ellas se basan en la relación que existe entre una propiedad (absorbancia, índice de refracción, pH, área de pico, potencial, conductancia, intensidad de corriente, etc.) y la composición del sistema. Esta composición se estudia a través de dos aspectos: la naturaleza misma del sistema (análisis cualitativo), o bien, la cantidad de algunos de sus componentes (análisis cuantitativo). Generalmente, algunas técnicas se utilizan para el análisis cualitativo, otras más en el análisis cuantitativo y un buen grupo de ellas es capaz de cumplir con ambas funciones.

La propiedad de sistema a la que se ha hecho referencia no es afectada solamente por la composición del sistema, sino también por variables como temperatura, presión, tiempo, perturbaciones ocasionadas al realizar la medida, presencia de sustancias químicas interferentes, etc. Es por esta razón que, si se desea estudiar la relación entre la propiedad y la composición, es necesario ejercer un control efectivo sobre las demás variables que, además de la composición, afectan la propiedad, todo esto con el fin de obtener información útil, desde el punto de vista analítico.

Desde un enfoque netamente analítico, solo interesa la relación composición-propiedad, y de manera más particular aún, relacionar la concentración (variable independiente) con la propiedad (variable dependiente), cuando se pretenda reali-


zar un análisis cuantitativo y se asuma que las demás variables están controladas. Este tipo de análisis es tratado preferentemente durante este curso.

Partiendo de lo anterior, la información obtenida en un análisis cuantitativo dado podrá ser tratada considerando el método seguido, independientemente de la técnica, por lo que, en este curso se estudiarán los tipos de metodología instrumentada más comunes como son: curvas de calibración, curvas de adiciones patrón, curvas de valoración y adición de estándar interno.

Debido a que, actualmente, la Química Analítica apoya a una serie tan diversa de actividades de gran importancia humana (análisis químicos clínicos), económica (control de calidad industrial) y ecológica (análisis de contaminantes), y que son actividades que el Q.I. debe abarcar dentro de su curriculum profesional, los objetivos del curso se enfocan a adquirir conocimientos básicos en el tratamiento de los datos adquiridos en un análisis químico cuantitativo, cualquiera que sea la instrumentación utilizada, con el fin de conocer y adaptar los métodos más comunes en su área para obtener el contenido de un analito de importancia biológica o farmacéutica.

Por lo anterior, los objetivos del curso pretenden que, al finalizar el mismo, el alumno sea capaz de:

- Enumerar, identificar y seleccionar en un método dado las variables más convenientes para realizar un análisis cuantitativo de una o varias sustancias de aplicación biológica o farmacéutica.
- Manipular la instrumentación analítica (espectrofotómetro molecular y de absorción atómica, cromatógrafos, etc.)
- Realizar la optimización e interpretación de experimentos encaminados a la cuantificación de sustancias puras o mezclas, a partir de la obtención del espectro de comportamiento típico del analito.

	UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN DEPARTAMENTO DE CIENCIAS QUÍMICAS SECCIÓN DE QUÍMICA ANALÍTICA	
	CALENDARIZACIÓN	CÓDIGO: FPE-CQ-DEX-01-02; FPE-CQ-DEX-03-02; FPE-CQ-DEX-04-02.
		N.º de REVISIÓN: 1

Asignatura: QUÍMICA ANALÍTICA IV Grupo: \_\_\_\_\_

Carrera: QUÍMICA INDUSTRIAL Periodo (semestre): \_\_\_\_\_

SEMANA/ETAPA SESIÓN	ACTIVIDAD	FECHA	OBSERVACIONES
1	Introducción al curso, problemas de preparación de soluciones, uso de balanza		Examen diagnóstico
2	<b>Práctica 1.</b> Curva de calibración directa sin dilución (espectrofotometría de absorción atómica)		Cuestionario previo y reporte
3	<b>Práctica 2.</b> Curva de calibración indirecta sin dilución (espectrofotometría molecular en el rango visible)		Cuestionario previo y reporte
4	<b>Práctica 3.</b> Curva de adiciones patrón indirecta con y sin dilución (espectrofotometría molecular en el rango visible)		Cuestionario previo y reporte
5	Tratamiento estadístico de resultados con Excel. Asignación del proyecto		Trabajo en la sesión
6	<b>Práctica 4.</b> Curva de valoración (espectrofotometría molecular en el rango visible)		Cuestionario previo y reporte

7	1.ª Sesión. Revisión y realización del proyecto (cuantificación espectrofotometría molecular en el UV-VIS )		Protocolo del proyecto
8	2.ª Sesión. Realización del proyecto		Protocolo y reporte
9	1.º EXAMEN. Exposición oral del proyecto		Examen oral y escrito
10	<b>Práctica 5.</b> Espectrofotometría de infrarrojo (identificación cualitativa de un compuesto)		Cuestionario previo y reporte
11	<b>Práctica 6.</b> Cromatografía de gases (factor respuesta y parámetros de influencia)		Cuestionario previo y reporte
12	<b>Práctica 7.</b> Cromatografía de líquidos de alta eficiencia (factor respuesta y parámetros de influencia)		Cuestionario previo y reporte
13	<b>Práctica 8.</b> Polarografía (voltamperometría con electrodo goteante de mercurio)		Cuestionario previo y reporte
14	<b>Práctica 9.</b> Electrogravimetría (parámetros de influencia)		Cuestionario previo y reporte
15	2.º EXAMEN. Aplicaciones de cuestionarios de calidad. Vaciar las gavetas		Examen escrito
16	Entrega de calificaciones y aclaraciones al respecto		

---

Elaboró (nombre y firma)

# SISTEMA DE EVALUACIÓN PROPUESTO

El sistema de evaluación propuesto para el laboratorio de Química Analítica IV de Q.I involucra varios aspectos a evaluar:

1. Cuestionario previo. Se evalúa la investigación previa relacionada con cada una de las prácticas del segundo bloque, así como algunos cálculos necesarios en la realización de todas las prácticas.
2. Manejo de equipo y material. Se asigna una calificación a la destreza adquirida en el manejo del equipo y material de laboratorio.
3. Resultados experimentales. Se evalúa la calidad de los resultados experimentales obtenidos, así como su tratamiento.
4. Valor de análisis de la muestra. Consiste en evaluar la consistencia entre los resultados experimentales y el resultado del análisis reportado, con la finalidad de estimar si la información se procesó adecuadamente.
5. Informe de trabajo. Consiste en evaluar la estructura del informe de trabajo, en cuanto a claridad y presentación.
6. Formato del proyecto experimental. Se evalúa si el proyecto llevará de manera adecuada a la solución del problema planteado, en caso contrario, el asesor hará las recomendaciones en la discusión del mismo.
7. Examen: en el curso se proponen dos exámenes.

De manera general, se tiene:

- Cuestionarios previos o planeación de una práctica: 10 %
- Reporte de prácticas: 30 %
- Exámenes: 30 % (escrito u oral)
- Proyectos: 30 % (Protocolo 20 %, reporte 10 %)

Cabe mencionar que es requisito el acreditar al menos uno de los exámenes del laboratorio (con más de 6.0) para poder aprobar el curso.



**Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán**

**Departamento de Ciencias Químicas**

**Sección de Química Analítica**

## 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. Queda prohibida la entrada a personas ajenas a los mismos.
- 4.** Queda estrictamente prohibido fumar y consumir alimentos dentro del laboratorio, ya que muchas de las sustancias químicas que se emplean son inflamables 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 se deben succionar con la boca.
- 7.** Los reactivos químicos no deberán ser manipulados con las manos, se deben 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, 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, debidamente etiquetado y posteriormente, colocarlo en el anaquel destinado para ello.

**14.** Antes de iniciar las actividades experimentales, se 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, 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 y 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 se asigne una gaveta en el laboratorio a los alumnos, y exista la necesidad de abrirla 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 que se deberá desocupar en dicha semana.

## NORMAS OPERATIVAS EN EL LABORATORIO

El alumno deberá ser puntual y ordenado en las horas programadas para el laboratorio, anotando en una libreta exclusiva para ello todos los cálculos, pesadas y datos experimentales obtenidos a lo largo de la sesión experimental.

El equipo que se use para cada una de las prácticas podrá utilizarse bajo la asesoría de un profesor y después de que se haya dado la explicación para su manejo, cuidando siempre de mantener el equipo en las mejores condiciones posibles.

En lo que respecta a los reactivos, la porción de un reactivo que no haya sido utilizada nunca debe volver al recipiente de origen.

Manejar los reactivos tóxicos, ácidos, disolventes, etc. en la campana.

El material de vidrio debe ser lavado con la ayuda de un cepillo y agua de la llave, antes y después de su utilización y debe enjuagarse varias veces con pequeñas porciones de agua destilada. Se debe mantener limpio el lugar de trabajo, así como los equipos y reactivos que se empleen.

El alumno efectuará los cálculos de preparación de soluciones en el cuestionario previo, a partir de reactivos analíticos con que se cuenta en el laboratorio.

Los alumnos que conformen un equipo deberán proveer las muestras problema, a menos que los profesores indiquen que se cuenta con ellas.



# PRÁCTICAS EXPERIMENTALES

## PRÁCTICA 1. CURVA DE CALIBRACIÓN DIRECTA SIN DILUCIÓN

### (ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA EN EL UV)

#### Determinación cuantitativa de bismuto en una muestra real

##### OBJETIVOS

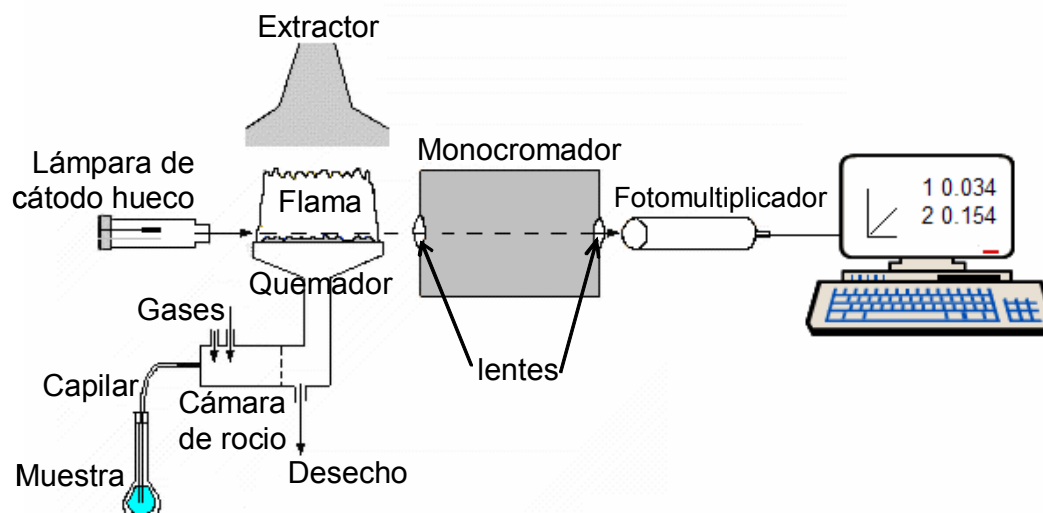
- Conocer el manejo general y las partes básicas del espectrofotómetro de absorción atómica para emplearlo adecuadamente y obtener resultados confiables. *Unidades 1 y 4 del programa de la asignatura.*
- Aplicar los conocimientos teóricos adquiridos para efectuar adecuadamente la cuantificación de bismuto mediante una curva de calibración. *Unidades 1, 2 y 4.*
- Realizar el tratamiento de una muestra real adecuadamente, con el fin de asegurar la completa disolución del bismuto y la eliminación de la materia orgánica. *Unidad 1.*

##### INTRODUCCIÓN

Dado que las curvas de calibración son el método de cuantificación más empleado en el sector industrial, es importante conocer tanto la preparación de los sistemas relacionados como el tratamiento de los datos con un ejemplo simple.

Para una curva de calibración, se preparan diluciones de un reactivo estándar concentrado (stock) de la misma naturaleza del analito a determinar en la muestra, en un intervalo de concentraciones en el que se supone que se encuentra la concentración del analito en la muestra o en las diluciones de ésta. Se colocan en el instrumento de medición y se obtiene una respuesta (P) para cada dilución del estándar y la muestra.

Los resultados se grafican  $P = f(\text{conc. del estándar})$ . Se supone una respuesta lineal y proporcional a la concentración del analito (la inspección gráfica dará la seguridad de esto), se efectúa la regresión lineal para determinar la línea recta que exprese mejor el comportamiento de la concentración. La interpolación de la señal de la muestra (o su dilución) en la recta permite conocer la concentración de la muestra en dicha solución.



Componentes básicos que integran un espectrofotómetro de absorción atómica

El equipo debe de ser calibrado con un blanco reactivo que contiene todas las sustancias presentes en los sistemas, exceptuando la sustancia que da la señal, en concentraciones iguales.

## CUESTIONARIO PREVIO A LA PRÁCTICA

1. ¿Qué tipo de sustancias pueden ser determinadas por espectrofotometría de absorción atómica?
2. Describir brevemente el proceso de atomización de la muestra.
3. ¿Qué mezclas de gases se utilizan en esta técnica y qué función tienen?
4. ¿Por qué es necesario nebulizar una muestra en absorción atómica?
5. ¿Qué tipo de propiedad se utiliza para efectuar la cuantificación?

6. Describa las propiedades fisicoquímicas más relevantes del bismuto, incluyendo su solubilidad en agua.
7. Incluya los cálculos para la preparación de todas las soluciones mencionadas abajo.

### **MATERIAL Y EQUIPO**

3 matraces aforados de 50 mL

2 matraces aforado de 25 mL

5 vasos de precipitados de 100 mL

1 pipeta volumétrica de 1 mL

1 pipeta volumétrica de 2 mL

1 pipeta volumétrica de 3 mL

1 pipeta volumétrica de 4 mL

1 pipeta volumétrica de 5 mL

1 mortero

1 piseta

1 espátula

1 embudo y papel filtro

1 parrilla con agitador magnético

## REACTIVOS

Ácido nítrico concentrado, reactivo analítico

Nitrato de bismuto, reactivo analítico

Agua destilada

Muestra: Pepto Bismol (5 tabletas o suspensión), bismuto metálico o subsalicilato de bismuto (materia prima)

## PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

### A) Preparación de soluciones

1. Solución ácida. Coloque aproximadamente 150 mL de agua destilada en un vaso de precipitados y agregue poco a poco 10 mL de ácido nítrico concentrado, una vez mezclado, aforar a 250 mL. *Esta solución debe de prepararse en la campana.*
2. Solución estándar (stock.) de Bi.- Efectúe los cálculos a partir del reactivo analítico proporcionado, para preparar 100 mL de una solución estándar (stock) de 100 ppm de bismuto elemental. Si no es posible hacerlo directamente, hacer las diluciones pertinentes. El bismuto es poco soluble en agua, emplee solución ácida y calor para disolverlo, deje enfriar y después afore a 100 mL.
3. Solución problema de Bi. Pese al menos 5 tabletas (Anote los datos pertinentes en su bitácora y calcule el peso promedio), triture las tabletas en un mortero. Prepare la solución problema, pesando aproximadamente 50 mg del polvo de tableta, adicionar 5 mL de  $\text{HNO}_3$  concentrado, calentar en una parrilla colocada en la campana de extracción a ebullición, hasta la desaparición de humos amarillos. Agregar aprox. 10 mL de agua destilada poco a poco, si no se observa disolución total, agregar 5 mL de solución ácida, mezclar y filtrar. Al enfriarse la solución, aforar a 25 mL. *El sobrante de esta solución se debe de guardar para las sesiones siguientes.*

## B) Preparación de sistemas

Para construir la curva de calibración se preparan los siguientes sistemas, de acuerdo a la siguiente tabla:

Sistemas	Bco	1	2	3	4	5	6	Mta
Sol. estándar de Bi (mL)	0	0.5	1	2	3	4	5	0
Sol. problema de Bi (mL)	0	0	0	0	0	0	0	4
Aforo con solución ácida	10	10	10	10	10	10	10	10

## C) Programar las condiciones de medición

Siguiendo el programa que el manual del equipo describe, optimizar las condiciones del análisis, ejemplo:  $\lambda=223.1$  nm, ancho de banda = 0.2, voltaje de la lámpara = 10  $\mu$ A, mezcla de gases = acetileno/aire, etc.

## D) Calibración del espectrómetro de absorción atómica

El procedimiento de calibración se realizará siguiendo las indicaciones del profesor.

## E) Medición de la absorbancia

Considerando las indicaciones del programa de trabajo del aparato, tomar lectura de cada uno de los sistemas preparados, iniciando con el sistema más diluido al más concentrado, anotar resultados en la siguiente tabla:

**Tabla 1. Resultados para la curva de calibración**

Sistema	[Bi]std(mg/Lt)	Absorbancia
1		
2		
3		
4		
5		
6		
Muestra		

## F) Análisis de resultados y cuantificación

Haga la regresión lineal de la curva de calibración e interpole el valor obtenido para la muestra. Calcule los miligramos de bismuto por cada tableta.

## MANEJO DE RESIDUOS

Las disoluciones ácidas (incluidas las que contienen bismuto) deben ser neutralizadas con algún hidróxido antes de ser vertidas a la tarja.

Los sobrantes de medicamentos deben ser colocados en un papel y puestos en el bote de la basura.

## INFORME DE TRABAJO

El informe de trabajo debe contener lo siguiente, empleando un formato de reporte.

1. Los objetivos particulares de la práctica y una breve introducción al tema.
2. Un diagrama de flujo con las actividades desarrolladas y el procedimiento desglosado de cada actividad (se pueden emplear dibujos). Describir perfectamente el procedimiento de preparación de la muestra problema.
3. Gráfico de la curva de calibración  $A=f$  (mg/lit de Bi)
4. Análisis de linealidad de la curva por el método de mínimos cuadrados.
5. Establecer la ecuación que relaciona cada una de las variables en el gráfico correspondiente, indicando el valor de la pendiente y la ordenada de origen, mencionando sus unidades.
6. Los cálculos correspondientes para la determinación de los mg de Bi / tableta y el % de Bi sobre el contenido del membrete del producto analizado.
7. Observaciones y conclusiones.
8. Referencias bibliográficas.

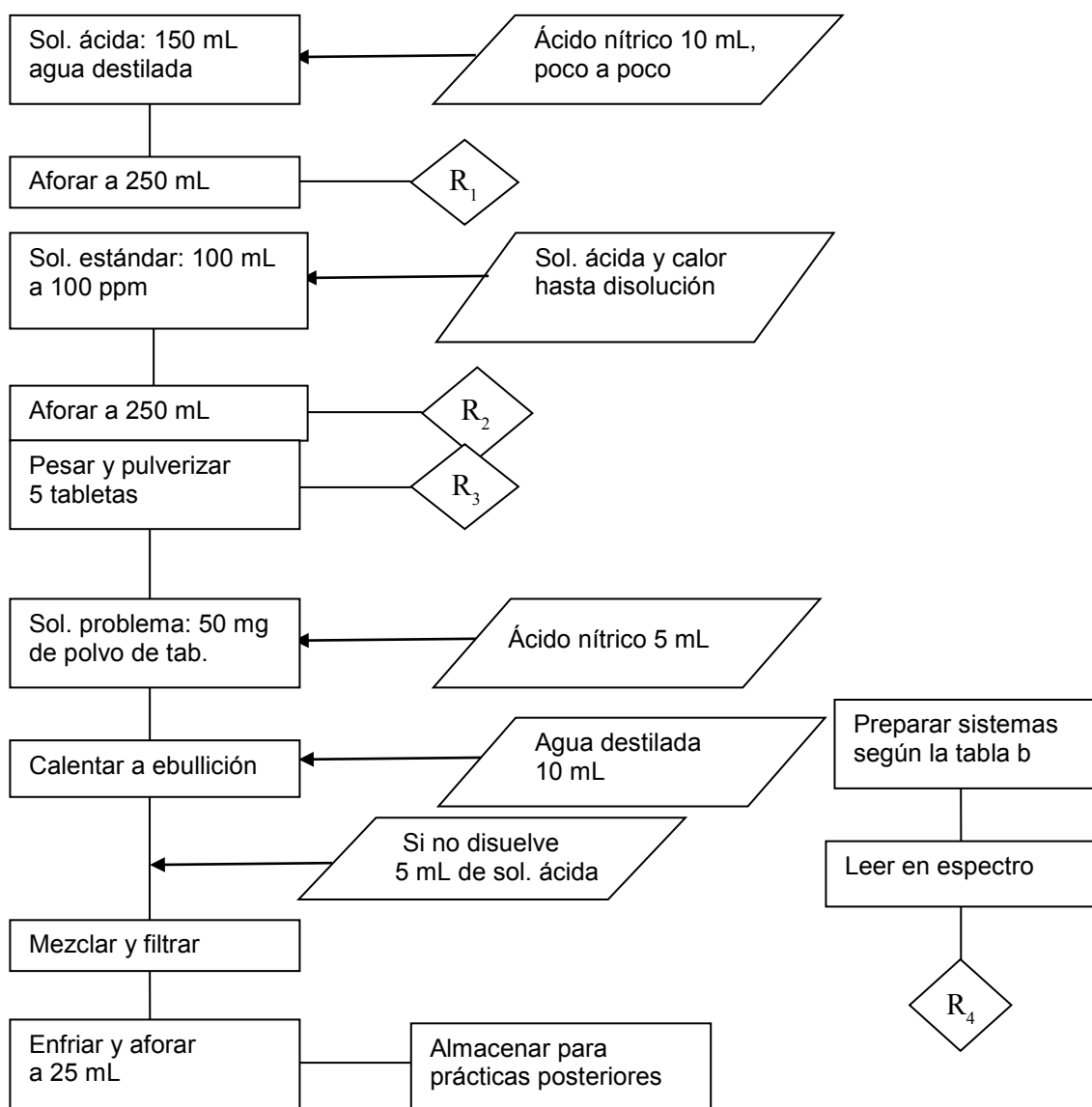
## DATOS

Peso molecular de Bi = 208.98 g/mol

## BIBLIOGRAFÍA

1. Ramette, G. W. (1983). *Equilibrio y análisis químico*. México: Fondo Educativo Interamericano.
2. Willard, H., Merrit, L., Dean, J. A. & Settle, F. A. (1992). *Métodos instrumentales de análisis*. México: Grupo Editorial Iberoamérica.

## DIAGRAMA ECOLÓGICO Y TRATAMIENTO DE RESIDUOS



**R1, R2 y R4.** Neutralizar con algún hidróxido (se sugiere cal común), antes de ser vertidas a la tarja.

**R3.** Los sobrantes de medicamentos deben ser colocados en un papel y puestos en el bote de la basura.



# PRÁCTICA 2. CURVA DE CALIBRACIÓN INDIRECTA SIN DILUCIÓN

## (ESPECTROFOTOMETRÍA MOLECULAR EN EL RANGO VISIBLE)

### Determinación cuantitativa de hierro mediante el complejo $\text{Fe}(\text{Ofen})_3^-$

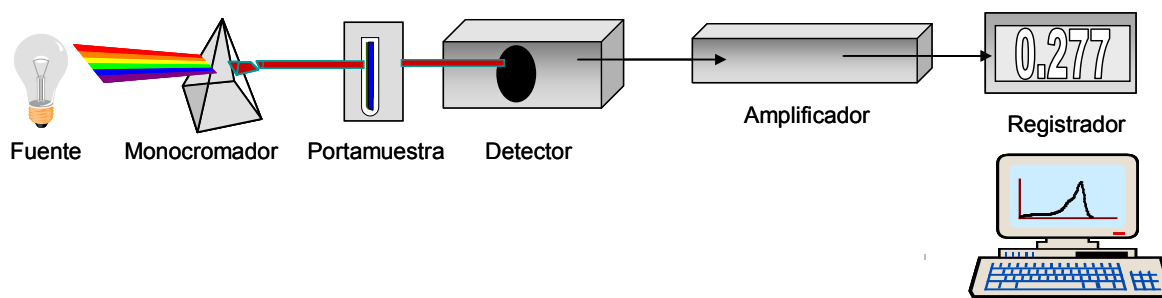
#### OBJETIVOS

- Conocer el manejo general y las partes básicas del espectrofotómetro de absorción molecular (rango VIS), y establecer qué tipo de datos pueden obtenerse con este equipo. *Unidades 1 y 3.*
- Aplicar los conocimientos teóricos adquiridos para efectuar adecuadamente la cuantificación de hierro mediante una curva de calibración indirecta justificando las condiciones experimentales empleadas. *Unidades 1, 2 y 3.*

#### INTRODUCCIÓN

El hierro puede ser incoloro o amarillo, dependiendo de su estado de oxidación, sin embargo, su coeficiente de absorción molar es muy pequeño, haciendo casi imposible su determinación directa por espectrofotometría molecular; es por ello que se recurre a la formación de un complejo colorido para su determinación. La reacción está sujeta a interferencias por algunas de las sustancias que puedan estar presentes en las muestras a analizar, por eso es importante revisar la bibliografía relacionada.

Las curvas de calibración implican el uso de instrumentos analíticos para realizar las mediciones. La propiedad a medir puede ser la absorbancia, potencia, fluorescencia, radiactividad, etc., y puede ser atribuida al analito de forma directa o indirecta. Las curvas se preparan haciendo diluciones de un reactivo estándar concentrado (stock) de la misma naturaleza del analito a determinar en la muestra, en un intervalo de concentraciones en el que se supone se halla la concentración del analito en la muestra o sus diluciones. Se colocan en el instrumento de medición y se obtiene una respuesta "P" para cada dilución del estándar y la muestra.



Componentes básicos que integran un espectrofotómetro molecular de un solo haz

## ACTIVIDADES PREVIAS A LA PRÁCTICA

1. Busque el espectro de absorción molecular del complejo  $\text{Fe}(\text{Ofen})_3^-$  donde se indique la concentración del mismo, puede emplear libros, artículos o páginas de internet, pero se debe tomar adecuadamente la referencia.
2. Indique de qué color es dicho complejo.
3. Calcular el coeficiente de absorptividad molar a la longitud de máxima absorción.

## MATERIAL Y EQUIPO

3 matraces volumétricos de 10 mL

2 matraces volumétricos de 100 mL

3 matraces volumétricos de 50 mL

1 pipeta volumétrica de 1 mL

1 pipeta volumétrica de 2 mL

1 pipeta volumétrica de 3 mL

1 pipeta volumétrica de 4 mL

1 pipeta volumétrica de 5 mL

1 pipeta volumétrica de 10 mL

Pera o perilla

Piseta

2 vasos de precipitados de 100 mL

2 vasos de precipitados de 50 mL

Espátula

Agitador magnético y barra magnética

Embudo de vidrio

Papel filtro

Espectrofotómetro con celdas

Balanza analítica

Mortero con pistilo

## **REACTIVOS**

Ácido clorhídrico concentrado

Sulfato ferroso amoniacal u otra sal

Orto-fenantrolina

Agua destilada

3 tabletas o 50 mL de jarabe de sulfato ferroso, hierro metálico

## PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

### A) Preparación de soluciones

1. *Solución de orto-fenantrolina*: se requieren 10 mL de una concentración  $1.5 \times 10^{-2}$  M, por equipo.
2. *Solución estándar (stock) de Fe(II)* (sulfato amoniacal u otra sal): Se requieren 50 mL de una concentración de  $1.4 \times 10^{-4}$  M en fierro.

Pesar la cantidad equivalente de sal del estándar; el polvo se diluye con unas gotas de ácido clorhídrico y se afora con agua destilada.

3. *Muestra problema*: Adicionar de 10 a 15 gotas de ácido clorhídrico concentrado a la muestra (pesada o medida), manteniendo agitación constante, después, se agregan de 15 a 20 mL de agua y, finalmente, se afora con agua destilada.

### B) Preparación de sistemas

Sistema	Bco	1	2	3	4	5	6
OFEN [0.015M] (mL)	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
Fe Std [ $1.4 \times 10^{-4}$ M] (mL)	0	1	2	3	4	5	0
Sol. prob. (mL)	0	0	0	0	0	0	A
Aforo agua dest. (mL)	10	10	10	10	10	10	10

A = el equipo de trabajo propondrá este volumen a fin de que la absorbancia esperada esté a la mitad de la curva de calibración propuesta.

### C) Calibración del espectrofotómetro

El procedimiento de calibración se realiza de acuerdo a las indicaciones del profesor.

### D) Determinación de la longitud de onda ( $\lambda$ ) óptima

Con el sistema más concentrado de la curva de calibración se obtiene el espectro de absorción. Para ello, se miden los diferentes valores de absorbancia al variar la

longitud de onda en el equipo, entre 400 y 600 nm, a intervalos de 10 nm, se tabula y se grafica la absorbancia en el eje Y y la longitud de onda en el eje X;  $A=f(\lambda)$ . Determinar la longitud de onda de máxima absorción, resalte con marcador.

**Tabla 1. Datos para el espectro de absorción del complejo**

$\lambda$ (nm)	A	%T	$\lambda$ (nm)	A	%T
400			510		
410			520		
420			530		
430			540		
440			550		
450			560		
460			570		
470			580		
480			590		
490			600		
500			Conc. Fe(M)		

### E) Medición de la curva de calibración

Tomar la lectura de absorbancia de cada uno de los sistemas preparados a la longitud de onda de máxima absorción obtenida en la parte anterior.

Se inicia con el sistema más diluido y hasta llegar al más concentrado; la celda de lectura se enjuaga con el sistema siguiente (más concentrado).

**Tabla 2. Resultados de la curva de calibración indirecta**

Sistema	1	2	3	4	5	6
Conc. $\text{Fe}^{2+}$ (M)						
Absorbancia						

### F) Análisis de resultados y cuantificación

Haga la regresión lineal de la curva de calibración e interpole el valor obtenido para la muestra. Calcule los miligramos de hierro en la muestra original.

## MANEJO DE RESIDUOS

Las disoluciones ácidas (incluidas las que contienen hierro) deben ser neutralizadas con algún hidróxido antes de ser vertidas a la tarja.

Los sobrantes de medicamentos deben ser colocados en un papel y puestos en el bote de la basura.

## INFORME DE TRABAJO

El informe debe de contener lo siguiente, empleando un formato de reporte.

1. Objetivos de la práctica.
2. Breve introducción al tema incluyendo las propiedades fisicoquímicas y farmacológicas del hierro.
3. Un diagrama de flujo con las actividades desarrolladas.
4. Espectro de absorción del analito que dio la propiedad.
5. Gráficos de la curva de calibración:  $A = f(M \text{ de } \text{Fe}(\text{Ofen})_3)$ .
6. Análisis de linealidad de la curva, establecer las ecuaciones que relacionan cada una de las variables con su grafico correspondiente, indicando el valor de la pendiente, la ordenada al origen y sus unidades, en cada ecuación.
7. Cálculos correspondientes para la determinación de la concentración y cantidad de hierro en la muestra y el porcentaje de hierro con relación al marbete.
8. Observaciones y conclusiones.
9. Referencias bibliográficas.

## DATOS

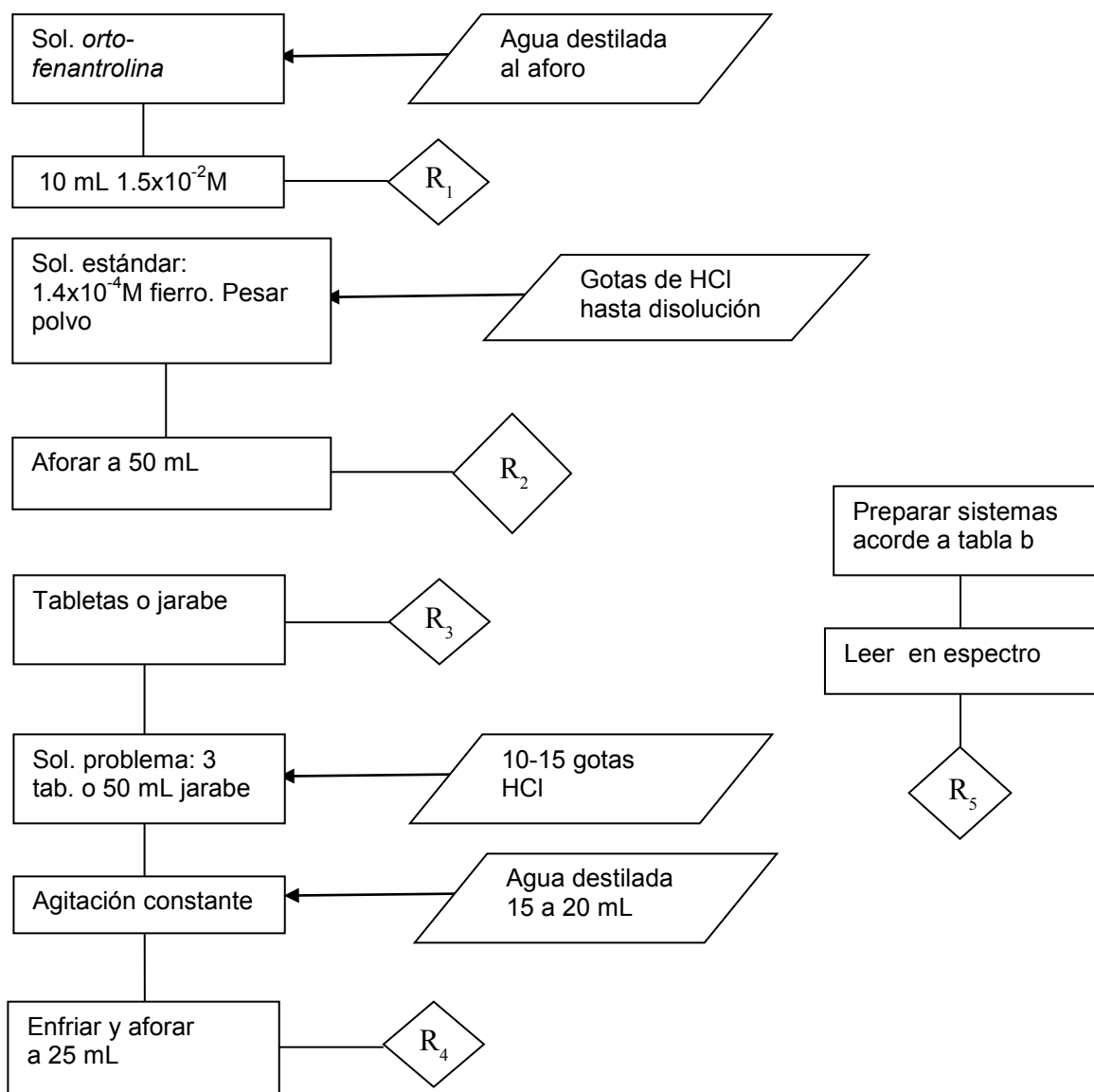
PM de OFEN = \_\_\_\_\_ g/mol. Pureza = \_\_\_\_\_

PM de sulfato ferroso = \_\_\_\_\_ g/mol. Pureza = \_\_\_\_\_

## BIBLIOGRAFÍA

1. Harris D. C. (2001). *Análisis químico cuantitativo*. (2.<sup>a</sup> Ed.). Barcelona España: Reverté.
2. Ramette, G. W. (1983). *Equilibrio y análisis químico*. México: Fondo Educativo Interamericano.
3. O' Neil , M. J. (Ed. ). (2006). *The merck index: an encyclopedia of chemicals, drugs and biologicals*. N.J.: Merck.
4. Skoog, D. A., West, D. M., Holler, F. J. & Crouch, S. R. (2001). *Química analítica*. (7.<sup>a</sup> Ed.) México: Mc Graw-Hill Interamericana.

## DIAGRAMA ECOLÓGICO Y TRATAMIENTO DE RESIDUOS



**R1, R2, R4 y R5.** Neutralizar con algún hidróxido (se sugiere cal común), antes de ser vertidas a la tarja.

**R3.** Los sobrantes deben de ser colocados en un papel y puestos en el bote de la basura.



## PRÁCTICA 3. CURVA DE ADICIONES PATRÓN INDIRECTA CON Y SIN DILUCIÓN

### (ESPECTROFOTOMETRÍA MOLECULAR EN EL RANGO VISIBLE)

#### Determinación cuantitativa de hierro mediante el complejo $\text{Fe}(\text{Ofen})_3^-$

#### OBJETIVOS

- Aplicar los conocimientos teóricos adquiridos para efectuar adecuadamente la cuantificación de hierro, mediante una curva de adiciones patrón indirecta. *Unidades 1, 2 y 3.*
- Comparar los resultados obtenidos para una curva de adiciones patrón con y sin dilución, y para el manejo estadístico relacionado con el fenómeno de dilución en el experimento. *Unidad 1.*

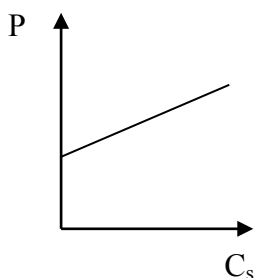
#### INTRODUCCIÓN

Se supone que, en el método de curva de calibración, la constante de proporcionalidad es idéntica para los estándares y para la muestra, sin embargo, es posible que el ambiente químico de la muestra sea diferente al usado por los estándares. Se debería usar el mismo medio, pero ¿qué sucede si no se conoce? Se utiliza el método de adiciones patrón, mediante el cual la propia muestra proporciona el ambiente químico constante para los estándares.

Se mezcla la muestra con pequeñas adiciones del estándar y para cada adición se mide la respuesta  $P$ , las soluciones contendrán el analito de dos procedencias: la muestra ( $C_x$  constante) y del estándar ( $C_s$  variable).

Puesto que el medio químico permanece invariable, se supone que  $K$  es realmente constante, por lo tanto, obtenemos, la función:

$$P = K [ C_x + C_s ]$$



Si  $C_s$  se varía para obtener una serie de valores de  $P$ , se obtendrá la figura de la izquierda. Para encontrar el valor de  $C_x$ , se extrapola la recta a su intersección con el eje horizontal, donde  $P = 0$ .

Aunque el sistema no puede mantenerse en un volumen constante, esto no es una limitante para la realización del experimento, solamente es necesario aplicar una corrección con un factor de dilución en los valores de  $P$  medidos y en la ecuación química que explica la gráfica. Por ejemplo:

$$P = K (C_x V_x / V_{\text{total}}) + K (C_s V_s / V_{\text{total}}) \text{ será } P' = P ((V_o + V_{\text{ag}}) / V_o) = K (C_x V_x / V_o) + K (C_s V_s / V_o)$$

Donde  $V_o$  es el volumen constante inicial,  $V_{\text{ag}}$  es el volumen que varía en cada sistema,  $V_{\text{total}}$  es el volumen final en cada sistema y  $P'$  es la propiedad corregida por dilución, la cual debe de calcularse para cada sistema.

## MATERIAL Y EQUIPO

3 matraces volumétricos de 10 mL

2 matraces volumétricos de 100 mL

3 matraces volumétricos de 50 mL

1 pipeta volumétrica de 1 mL

1 pipeta volumétrica de 2 mL

1 pipeta volumétrica de 3 mL

1 pipeta volumétrica de 4 mL

1 pipeta volumétrica de 5 mL

1 pipeta volumétrica de 10 mL

Piseta

2 vasos de precipitados de 100 mL

2 vasos de precipitados de 50 mL

Espátula

Agitador magnético y barra magnética

Embudo de vidrio

Papel filtro

Mortero con pistilo

Espectrofotómetro con celdas

Balanza analítica

1 gradilla con 10 tubos de ensayo

## **REACTIVOS**

Ácido clorhídrico concentrado

Cianuro de potasio reactivo analítico

Sulfato ferroso

Agua destilada

3 tabletas de sulfato ferroso o jarabe

## **ACTIVIDADES PREVIAS A LA PRÁCTICA**

### **Planeación de los experimentos**

1. Empleando los resultados de la práctica anterior, calcule el coeficiente de absortividad molar del complejo  $\text{Fe}(\text{Ofen})_3$  a la longitud de máxima absorción.

2. Establezca una tabla de preparación de soluciones para una curva de adiciones patrón sin dilución e indique la absorbancia deseada para cada sistema.

**Tabla 1. Ejemplo de sistemas para una curva de adiciones patrón indirecta**

Sistema	Bco	1	2	3	4	5	6
OFEN (mL)	1	1	1	1	1	1	1
Sol. prob (mL)	0	2	2	2	2	2	2
Fe Std (mL)	0	0	1	2	3	4	5
Aforo agua dest. (mL)	10	10	10	10	10	10	10
Absorbancia deseada							

3. Calcule la concentración necesaria de hierro en cada sistema para lograr la absorbancia teórica deseada en cada sistema.

Conc. Fe sistema							

4. Calcule una concentración de hierro problema que le permita obtener una absorbancia de 0.2 (de manera aproximada), al adicionar el volumen propuesto en la tabla anterior.

Conc. Fe(II) prob. \_\_\_\_\_

5. Calcule una concentración de hierro que le permita obtener la absorbancia deseada en cada sistema, al adicionar los volúmenes propuestos en la tabla anterior para hierro estándar.

Conc. Fe(II) std \_\_\_\_\_

6. Calcule la concentración necesaria de orto-fenantrolina con el fin de tener siempre un exceso de este compuesto, tomando en cuenta el volumen propuesto a adicionar en el sistema con mayor concentración de hierro y tomando en cuenta la estequiometría de la reacción.

Conc. OFEN std \_\_\_\_\_

7. Calcule los valores de absorbancia a obtener, al preparar los sistemas usando las concentraciones propuestas en los incisos 4 a 6.

**Tabla 2. Preparación de la curva de adiciones patrón indirecta sin dilución**

<b>Sistema</b>	<b>Bco</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>
OFEN (mL)							
Sol. prob. (mL)							
Fe Std (mL)							
Aforo agua dest. (mL)							
Absorbancia deseada							

8. Indique la cantidad y el procedimiento para preparar cada una de las soluciones necesarias.

## PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

### A) Preparación de soluciones

1. Solución stock de hierro estándar
2. Solución estándar de orto-fenantrolina
3. Muestra problema

### B) Preparación de sistemas CON DILUCIÓN

Preparar los sistemas en tubos de ensayo, de acuerdo a la tabla de preparación de soluciones establecida en la investigación previa (tabla 2), pero NO AFORE LOS SISTEMAS.

<b>Sistema</b>	<b>Bco</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>
OFEN							
Muestra							
Std Fe <sup>+2</sup>							

### C) Medición de la absorbancia

Tomar la lectura de cada uno de los sistemas preparados a la longitud de onda obtenida en la práctica anterior y manteniéndola constante. Iniciar con el sistema 1.

**D) Preparación de sistemas SIN DILUCIÓN**

Los sistemas anteriormente preparados se aforan al volumen establecido en la tabla 2 y se les mide la absorbancia.

**E) Medición de la absorbancia**

Tomar lecturas de cada uno de los sistemas preparados, iniciando con el sistema más diluido al más concentrado, a la misma longitud de onda empleada anteriormente.

**F) Análisis de resultados y cuantificación**

1. Grafique  $A = f[\text{Fe}(\text{Ofen})_3^-]_{\text{std}}$ , para ambos experimentos, especifique las unidades de la concentración empleada.

Calcule las absorbancias corregidas, empleando el factor de dilución de la forma siguiente:

$$A * \frac{V_o + V_{ag}}{V_o} = A'$$

Haga esto para el experimento CON dilución y grafique  $A' = f [\text{Fe}(\text{Ofen})_3^-]_{\text{std}}$ .

Haga la regresión lineal para obtener la pendiente y ordenada al origen de todas las curvas e indique su significado químico en términos de  $P=KC$ .

Determine la concentración de hierro problema en el sistema de medición y después los miligramos en la muestra utilizada.

**INFORME DE TRABAJO**

El informe debe de contener lo siguiente, empleando un formato de reporte.

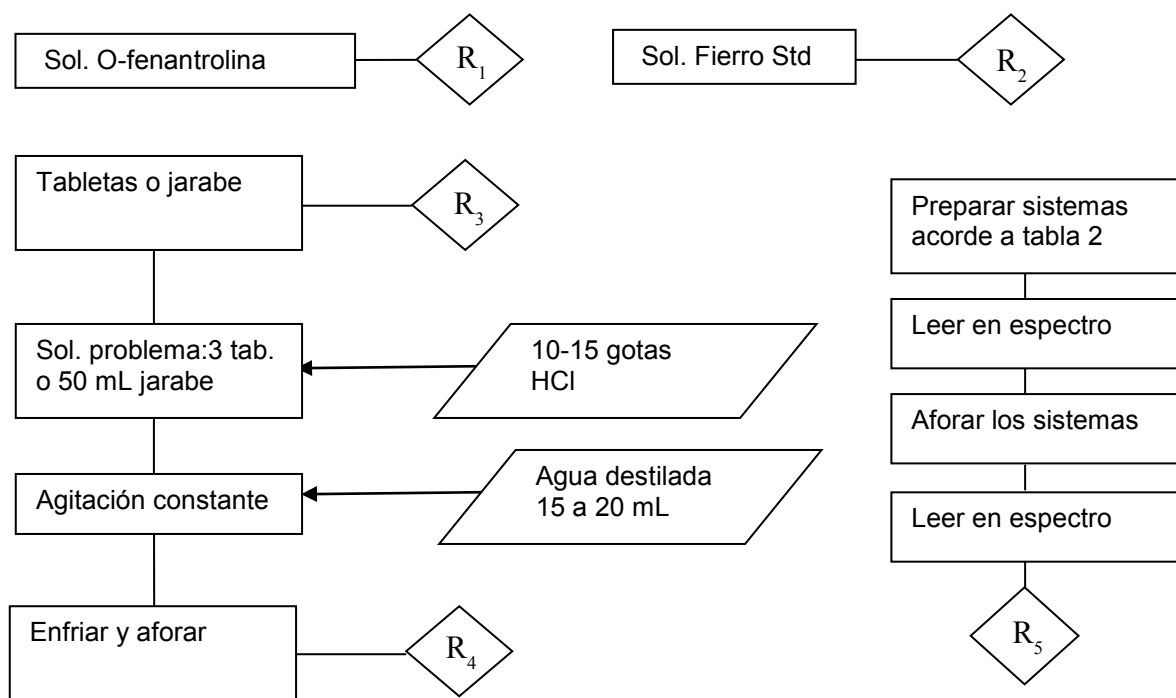
1. Los objetivos particulares de la práctica, así como una breve introducción al tema, incluyendo las propiedades fisicoquímicas y farmacológicas del hierro.
2. Un diagrama de flujo con las actividades desarrolladas.

3. Resultados y análisis de los mismos que incluyan:
  - a. Gráficos de las curvas:  $A = f(M \text{ de } \text{Fe}(\text{Ofen})_3^-)$  y  $A' = f(M \text{ de } \text{Fe}(\text{Ofen})_3^-)$ .
  - b. Análisis de linealidad de las curvas, establecer las ecuaciones que relacionan cada una de las variables con su gráfico correspondiente; indicando el valor de la pendiente, la ordenada al origen y sus unidades, en cada ecuación.
  - c. Los cálculos correspondientes para la determinación de la concentración y cantidad de hierro por tableta o mililitro de jarabe y el porcentaje, empleando las dos curvas de adiciones patrón.
4. Conclusiones.
5. Referencias bibliográficas.

## **BIBLIOGRAFÍA**

1. Harris D. C. (2001). *Análisis químico cuantitativo*. (2.ª Ed.). Barcelona España: Reverté.
2. Ramette, G. W. (1983). *Equilibrio y análisis químico*. México: Fondo Educativo Interamericano.
3. O'Neil, M. J. (Ed.). (2006). *The merck index: an encyclopedia of chemicals, drugs and biologicals*. N.J.: Merck.
4. Skoog, D. A., West, D. M., Holler, F. J. & Crouch, S. R. (2001). *Química analítica*. (7.ª Ed.) México: Mc Graw-Hill Interamericana.

## DIAGRAMA ECOLÓGICO Y TRATAMIENTO DE RESIDUOS



**R1, R2, R4 y R5.** Neutralizar con algún hidróxido (se sugiere cal común), antes de ser vertidas a la tarja.

**R3.** Los sobrantes deben ser colocados en un papel y puestos en el bote de la basura.



# PRÁCTICA 4. CURVA DE VALORACIÓN

## (ESPECTROFOTOMETRÍA MOLECULAR EN EL RANGO VISIBLE)

### Determinación cuantitativa de Fe(II) con $\text{KMnO}_4$

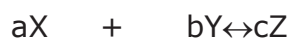
#### OBJETIVOS

- Aplicar los conocimientos teóricos adquiridos para efectuar adecuadamente la cuantificación de hierro mediante una curva de valoración. *Unidades 1, 2 y 3.*
- Que el estudiante haga la planeación del experimento, teniendo como base los conocimientos adquiridos en la asignatura. *Unidades 1, 2 y 3.*

#### INTRODUCCIÓN

Las curvas de valoración son métodos de cuantificación ampliamente empleados y llevan asociada una reacción química, aunque el analito de interés presente una propiedad química medible. A diferencia de otros métodos de cuantificación, las curvas de valoración están conformadas por dos líneas y su punto de intersección es el volumen de equivalencia, parámetro fundamental, junto con la estequiometría de la reacción, para realizar la cuantificación del analito de interés. Otra diferencia básica con las curvas de calibración o de adiciones patrón, es que aquí no es necesario tener la disposición estándar del analito a cuantificar, solamente asegurarse de que el agente valorante sea un estándar primario, o bien, una solución de concentración bien conocida.

Las curvas de valoración cuentan con cuatro puntos importantes durante su desarrollo, los cuales se reflejan apropiadamente en la siguiente tabla de variación de cantidades molares:



$$\text{IN)} \quad V_x C_x$$

$$\text{ag)} \quad V_y C_y$$

$$\text{APE)} \quad V_x C_x - a/b V_y C_y \quad \epsilon c / b V_y C_y$$

$$\text{PEQV)} \quad \epsilon \epsilon c / a \quad V_x C_x = c / b V_y C_y$$

$$\text{DPQV)} \quad \epsilon V_y C_y - b/a \quad V_x C_x c / a \quad V_x C$$

En la práctica, las curvas de valoración tienen un volumen diferente en cada punto, debido a la adición del valorante, por lo que hay que contemplar siempre la corrección con el factor de dilución, tal y como se hizo en la práctica anterior. Solamente que, en este caso, las dos ecuaciones de las rectas y todos los datos deben de ser modificados con el de obtener un resultado adecuado.

Con el fin de hacer una planeación adecuada del experimento, se debe saber lo siguiente:

1. De la reacción a las condiciones de trabajo: cuantitatividad y velocidad de reacción, estequiometría.
2. Especies presentes que dan propiedad en el espectro visible y su espectro de absorción, para calcular su coeficiente de absortividad molar a la longitud de onda seleccionada.

## MATERIAL Y EQUIPO

Matraz volumétrico

1 bureta con tripié completo

Propipeta

Piseta

2 vasos de precipitados de 100 mL

2 vasos de precipitados de 50 mL

Espátula

Agitador magnético y barra magnética

Embudo de vidrio

Papel filtro

Mortero con pistilo

Espectrofotómetro con celdas

Balanza analítica

## **REACTIVOS**

Ácido clorhídrico concentrado

Permanganato de potasio

Agua destilada

3-5 tabletas comerciales de sulfato ferroso (blancas)

## **PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL**

### **A) Planeación del experimento**

1. Indique qué especies dan propiedad y su coeficiente de absorvividad molar teórico a la longitud de onda máxima.
2. Indique la forma de la curva de valoración esperada.
3. Establezca la tabla de variación de cantidades molares para la reacción.
4. Calcular la concentración de Fe, en el punto de equivalencia del sistema, necesaria para tener una absorbancia de 1.0.

- Calcular la concentración de la solución de hierro que se debe preparar para ser valorada y cumplir con el párrafo anterior.
- Establezca el volumen al punto de equivalencia.
- Calcular la concentración de la solución de orto-fenantrolina necesaria para llevar a cabo la valoración, tomando en cuenta la estequiometría.
- Calcular la absorbancia esperada para cada uno de los sistemas planteados (se anexa tabla ejemplo, pero puede ser planteado con otros volúmenes):

Sistema	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Muestra	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
MnO <sub>4</sub> <sup>-</sup>	0	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0	1.2	1.4	1.6	1.8	2.0	2.2
A <sub>teórica</sub>												
V <sub>peqv</sub>												

## B) Preparación de soluciones

Indicar el procedimiento para la preparación de:

- Solución de permanganato (valorarla).
- Preparación de la muestra.

## C) Obtención del espectro de absorción del Fe, MnO<sub>4</sub><sup>-</sup>

Preparar una solución de MnO<sub>4</sub><sup>-</sup> de concentración conocida y obtener el espectro de absorción, variando la  $\lambda$  en el equipo de 400 a 600 nm, a intervalos de 10 nm. Tabular y graficar  $A=f(\lambda)$  y  $A=f(\epsilon)$ . Seleccionar la longitud de onda de trabajo.

## D) Valoración - Medición de la absorbancia

Colocar la muestra en un vaso de precipitados y comenzar la valoración, después de cada adición, agitar y tomar la lectura correspondiente e ir realizando la gráfica  $A=f(\text{mL de titulante})$  para determinar hasta donde se tomarán lecturas de absorbancia.

## E) Análisis de resultados y cuantificación

Grafique  $A = f [\text{mL MnO}_4^-]_{\text{std}}$  y  $A' = f [\text{mL MnO}_4^-]_{\text{std}}$ .

Haga la regresión lineal de ambas rectas y obtenga la pendiente y ordenada al origen de las curvas. Indique el significado químico en términos de  $P=KC$  de ambas rectas.

Determine la concentración de metal en la muestra en el sistema de medición y después los miligramos de hierro en la muestra.

## INFORME DE TRABAJO

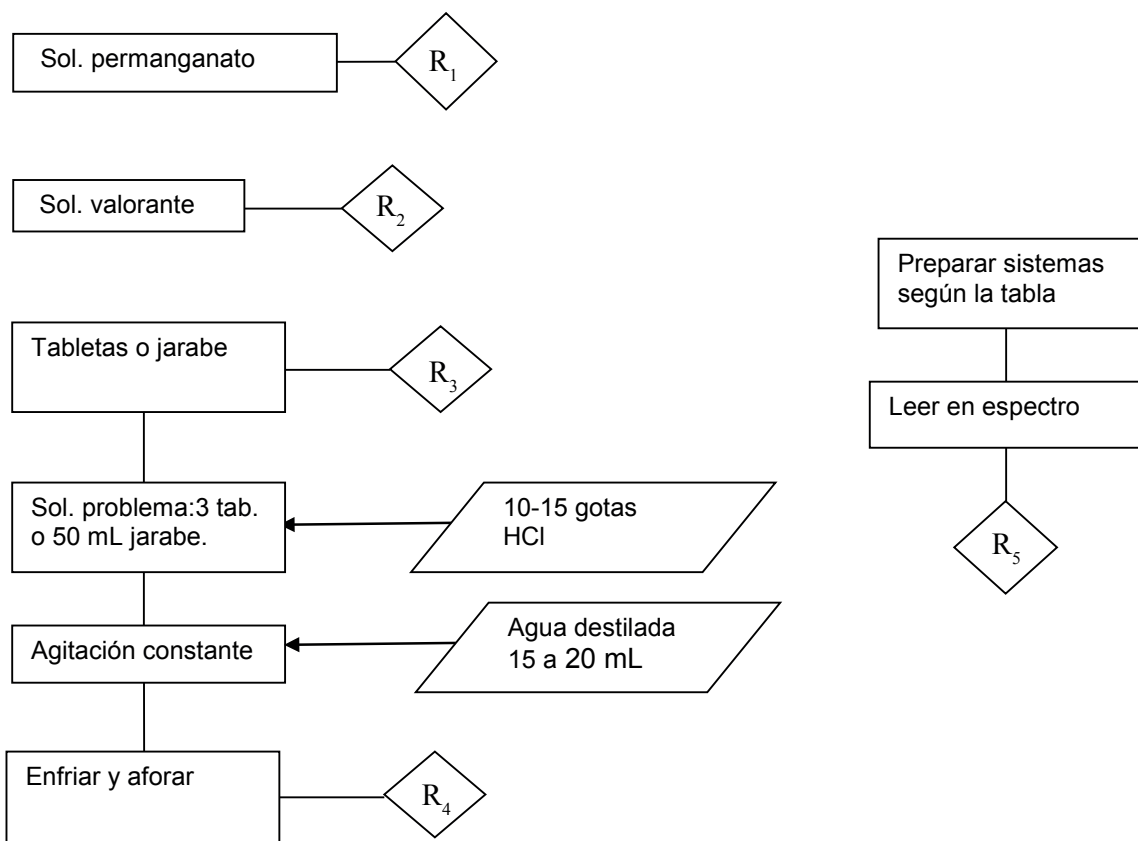
El informe de trabajo debe de contener lo siguiente, empleando un formato de reporte.

1. Los objetivos particulares de la práctica, así como una breve introducción al tema incluyendo las propiedades fisicoquímicas del Fe(II) y del titulante.
2. Un diagrama de flujo con las actividades desarrolladas.
3. Resultados y análisis de los mismos que incluyan:
  - a. Gráficos de las curvas:  $A = f(\text{mL de MnO}_4^-)$  y  $A' = f(\text{mL de MnO}_4^-)$ . Indique sus comentarios relacionados con la comparación de ambas gráficas y con las absorbancias esperadas.
  - b. Análisis de linealidad de las curvas relacionadas a  $A' = f(\text{mL de MnO}_4^-)$ , establecer las ecuaciones que relacionan cada una de las variables con su gráfico correspondiente, indicando el valor de la pendiente, la ordenada al origen y sus unidades, en cada ecuación.
  - c. Los cálculos correspondientes para la determinación de la concentración, la cantidad y el porcentaje de hierro por tableta.
4. Conclusiones.
5. Referencias bibliográficas.

## BIBLIOGRAFÍA

1. Ramette, G. W. (1983). *Equilibrio y análisis químico*. México: Fondo Educativo Interamericano.
2. Skoog, D. A., West, D. M., Holler, F. J. & Crouch, S. R. (2001). *Química analítica*. (7.ª Ed.) México: Mc Graw-Hill Interamericana.
3. Harris D. C. (2001). *Análisis químico cuantitativo*. (2.ª Ed.). Barcelona, España: Reverté.
4. O'Neil, M. J. (Ed.). (2006). *The merck index: an encyclopedia of chemicals, drugs and biologicals*. N.J.: Merck.

## DIAGRAMA ECOLÓGICO Y TRATAMIENTO DE RESIDUOS



**R1.** Mezclar con el sobrante de R2, R3, R4 y R5, con el fin de neutralizar el Mn(VII), antes de ser vertido a la tarja.





# PROYECTO. CUANTIFICACIÓN ESPECTROFOTOMÉTRICA MOLECULAR EN EL UV-VIS

(TEMA ASIGNADO A CADA EQUIPO DE TRABAJO)

## OBJETIVOS

- Que el estudiante aplique los conocimientos teórico-prácticos adquiridos para efectuar adecuadamente la cuantificación asignada por el profesor, mediante alguno de los métodos de cuantificación estudiados previamente. *Unidades 1 a 3.*
- Que el alumno sea capaz de implementar su protocolo de trabajo en su totalidad y, al llevarlo a cabo, detecte los posibles errores y los resuelva, con el fin de lograr la cuantificación designada. *Unidades 1 a 3.*

## INTRODUCCIÓN

Este proyecto es la confrontación del estudiante ante un problema real, con el propósito de que ponga a prueba los conocimientos adquiridos hasta el momento, para la resolución de dicho problema.

El proyecto contempla desde el pre-tratamiento de la muestra y la planeación de todas y cada una de las soluciones necesarias, tanto en concentración como en volumen a utilizar, etc.

Cuando el estudiante salga a trabajar en el sector industrial, es muy probable que se enfrente a la cuantificación de un analito en una matriz real, como un medicamento, alimento, aleación, etc., tal y como se enseña en la mayoría de los libros de texto y de aplicaciones (1-3), por lo que, debe ser capaz de plantear un protocolo de trabajo que le permita resolver dicha actividad de manera adecuada y satisfactoria, tomando en cuenta el material y reactivos con los que cuenta en su área de trabajo.

En general, deberá seleccionar algún método de cuantificación (curva de valoración, preferentemente), junto con un método analítico instrumental (espectrofoto-

metría, en este caso). Es por ello que, enfrentar al estudiante con un reto o proyecto que simule su actividad en el campo profesional lo ayudará a resolver este tipo de situaciones de manera eficiente y sentirse satisfecho de su propio desempeño.

## PROCEDIMIENTO TEÓRICO-EXPERIMENTAL

**A) Planeación teórica del experimento** (semanas 5 a 7 del calendario de actividades)

1. Plantee la reacción asociada y balancéela.
2. Calcule su  $K_{eq}$  y calcule la  $K_{eq}$  condicional, si es necesario.
3. Investigue que especies pueden dar propiedad en el rango UV-VIS, su espectro de absorción y el coeficiente de absorptividad molar teórico a la longitud de onda máxima; si no los encuentra, obténgalos experimentalmente (semana 7 del calendario de actividades).
4. Indique la forma de la curva de cuantificación esperada.
5. Establezca la tabla de variación de cantidades molares para la reacción.
6. Establezca una tabla de preparación de sistemas para el método de cuantificación asignado.
7. Calcular la concentración necesaria de cada una de las especies involucradas en la reacción para tener valores de absorbancia entre 0.2 y 1.
8. Calcular la absorbancia esperada para cada uno de los sistemas planteados con base en las concentraciones calculadas en el párrafo anterior.
9. Indicar el procedimiento para la preparación de cada una de las soluciones necesarias para el proyecto, incluido el tratamiento a la muestra.

10. Realizar un protocolo de trabajo en el cual se basará el experimento e incluir la siguiente información:

- Nombre completo de los integrantes del equipo.
- Indicar los antecedentes e información existente relacionada al proyecto, incluyendo las referencias bibliográficas.
- Plantear el problema y una hipótesis.
- Justificar teóricamente las condiciones experimentales a emplear.
- Hacer un cronograma de actividades.
- Indicar a detalle la preparación de cada una de las soluciones a emplear.
- Estimar los resultados a obtener, incluyendo los cálculos realizados para su obtención.
- Un diagrama ecológico y manejo de residuos.

**B) Procedimiento experimental** (semanas 8 y 9 del calendario de actividades)

1. Llevar a cabo la preparación de cada una de las soluciones necesarias para el proyecto, incluida la muestra.
2. Preparar los sistemas planteados en el inciso anterior.
3. Realizar la medición de la absorbancia.
4. Graficar los resultados y obtener los parámetros relacionados.
5. Cuantificar el analito de interés en la muestra.

## INFORME DE TRABAJO

El informe de trabajo debe contener lo siguiente, empleando un formato de reporte.

1. Los objetivos particulares de la práctica, así como una breve introducción al tema, incluyendo las propiedades fisicoquímicas del analito de interés.
2. Un diagrama de flujo con las actividades desarrolladas.
3. Observaciones: incluir los cambios realizados al protocolo de trabajo a lo largo de la experimentación.
4. Resultados y análisis de los mismos que incluyan:
  - a. Gráficos de todas las curvas realizadas (incluyendo espectros de absorción).
  - b. Análisis de linealidad de las curvas relacionadas a la cuantificación, establecer las ecuaciones que relacionan cada una de las variables con su gráfico correspondiente, indicando el valor de la pendiente, la ordenada al origen y sus unidades, en cada ecuación.
  - c. Los cálculos correspondientes para la determinación de la concentración y cantidad del analito en la muestra.
5. Conclusiones.
6. Referencias (libros, artículos, páginas web, etc.).
7. Anexos. Por ejemplo, diagramas de zonas de predominio, de Pourbaix, u otro material necesario para la mejor comprensión del proyecto realizado, justificando las condiciones experimentales empleadas.

## PROYECTOS TENTATIVOS

Determinación de peróxido de hidrógeno mediante una valoración con permanganato de potasio

Determinación de peróxido de hidrógeno mediante una valoración con dicromato de potasio

Determinación de peróxido de hidrógeno mediante una valoración con triioduro de potasio

Determinación de sulfato ferroso mediante una valoración con dicromato de potasio

Determinación de sulfato ferroso mediante una valoración con triioduro de potasio

## **BIBLIOGRAFÍA**

1. Harris, D. C. (2001). *Análisis químico cuantitativo*. (2.<sup>a</sup> Ed.). Barcelona, España: Reverté.
2. Ramette, G. W. (1983). *Equilibrio y análisis químico*. México: Fondo Educativo Interamericano.
3. Skoog, D. A., West, D. M., Holler, F. J. & Crouch, S. R. (2001). *Química analítica*. (7.<sup>a</sup> Ed.) México: Mc Graw-Hill Interamericana.



# PRÁCTICA 5. ESPECTROFOTOMETRÍA DE INFRARROJO

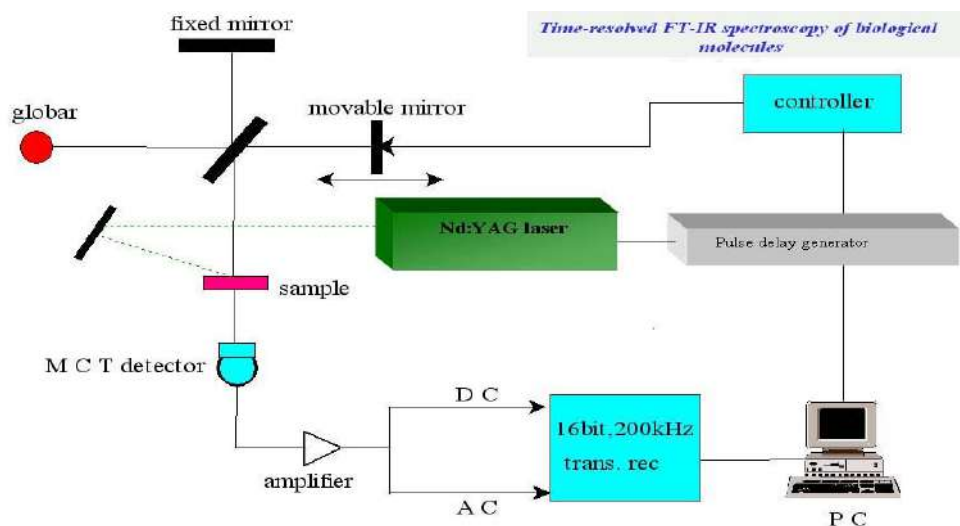
## (IDENTIFICACIÓN CUALITATIVA DE UN COMPUESTO)

### OBJETIVOS

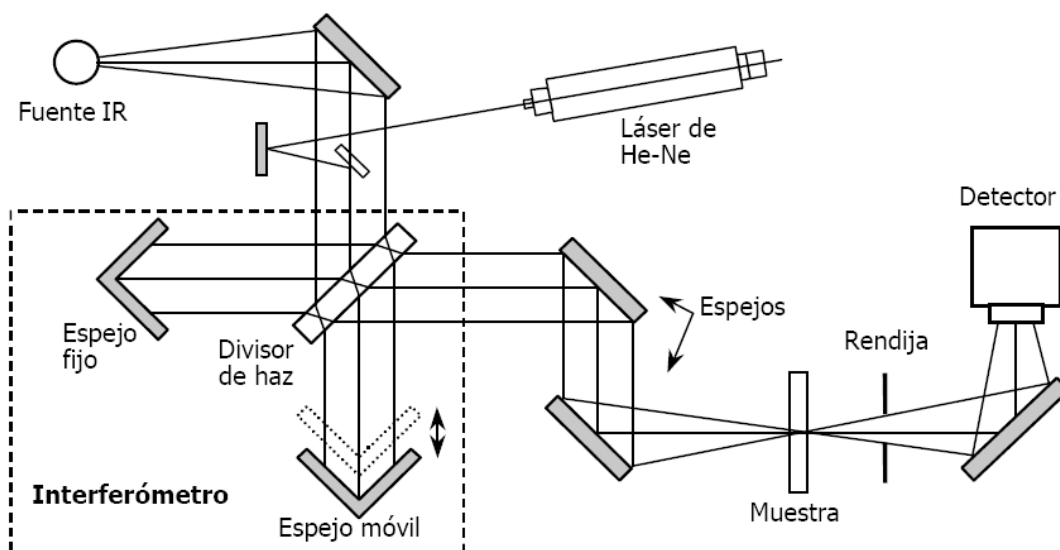
- Aplicar los conocimientos teóricos adquiridos para efectuar la identificación cualitativa de un compuesto orgánico mediante espectrofotometría de infrarrojo, con ayuda del profesor. *Unidad 3.*
- Que el estudiante conozca los componentes básicos del equipo, así como su manejo y cuidados necesarios. *Unidad 3.*
- Que el estudiante conozca los parámetros de selección relacionados con el manejo del equipo, así como el procedimiento de preparación de una muestra sólida. *Unidad 3.*

### INTRODUCCIÓN

La espectroscopia infrarroja se basa en la medición de la intensidad de la absorción de luz infrarroja de una muestra, en función del número de onda asociado. La luz infrarroja tiene la energía suficiente para excitar vibraciones moleculares a niveles de energía más altos. La longitud de onda de las bandas de absorción infrarroja es típica de enlaces químicos específicos y la mayor utilidad de la espectroscopia infrarroja se encuentra en la identificación de moléculas orgánicas y órgano-metálicas. Este método implica el análisis de los movimientos de torsión, rotatorios y de vibración de los átomos en una molécula. Debido a que los enlaces en una molécula orgánica interactúan con la radiación infrarroja, el espectro IR brinda una considerable cantidad de datos estructurales.



Esquema de un espectrofotómetro infrarrojo



Esquema del sistema óptico de un espectrofotómetro de transformada de Fourier

La ventaja fundamental de la técnica FTIR, frente al IR convencional, es la rapidez en la adquisición del espectro, debido a que se evita tener que variar la longitud de onda en el tiempo para medir cada espectro individual. En FTIR se adquieren *simultáneamente* todos los componentes de frecuencia del espectro, lo que permite acumular un gran número de espectros en poco tiempo, con la consiguiente mejora en la relación señal/ruido. Esto es especialmente importante en las regiones del espectro infrarrojo en que la fuente tiene una emisión débil o el detector es poco sensible.



**Tabla 1. Ubicación de los grupos funcionales más comunes**

<b>Gpo. funcional</b>	<b>O-H</b>	<b>C-H</b>	<b>C=O</b>	<b>C=C</b>	<b>C-O</b>	<b>Aromáticos</b>
<b>Número de onda</b>	<b>3700-3230</b>	<b>3120-2860</b>	<b>1750-1690</b>	<b>1670-1610</b>	<b>1250-1000</b>	<b>910-670</b>
R-O-H	X	X			X	
R-C(=O)-R(H)		X	X			
R-C(=O)-O-H	X	X	X		X	
R-C(=O)-O-R		X	X		X	
R-O-R		X			X	
Aromáticos		X		1610-1480		X
C=C		X		X		
C-C		X				

## MATERIAL Y EQUIPO

Mortero de ágata con pistilo

Espátula

Prensa y soporte para tabletas

Piseta

2 vasos de precipitados de 50 mL

Espectrofotómetro IR

## REACTIVOS

Analito orgánico

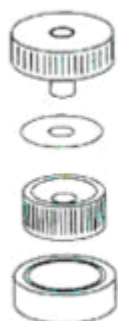
Bromuro de potasio

Agua destilada

## PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

### A) Preparación de la muestra

1. La muestra sólida y el KBr deben de ser molidos por separado para reducir el tamaño de partícula a menos de 5 mm de diámetro. Si no es así, las partículas más grandes pueden afectar la obtención del espectro.
2. (Poner una espátula llena con KBr en un mortero de ágata y muela hasta obtener un polvo fino, hasta que los cristales no puedan ser vistos como tales y se obtenga una "pasta" que se adhiere al mortero.
3. Tomar una pequeña cantidad de la muestra sólida (aproximadamente, del 0.1 al 2 % de la cantidad del KBr, o solo la punta de la espátula) mezclar con el KBr y moler la mezcla, aproximadamente de 3 a 5 minutos.



Pastillador



Prensa



Portamuestra

4. Ensamblar el molde, como se muestra en el esquema arriba, poniendo el polvo en el collar. Coloque el molde ensamblado con el polvo en una prensa y aplique presión por 2 minutos para formar la pastilla.
5. Abrir el molde, sacar la pastilla y ponerla en el portamuestra
6. Limpie el molde al terminar el experimento.

## B) Obtención de los espectros

El equipo comercial que utilizaremos en el laboratorio está controlado mediante una computadora, con un *software* de control que permite seleccionar el tipo de experimento, las condiciones de trabajo, así como visualizar y analizar los espectros obtenidos.

Con el programa, accedemos a la ventana de medida de espectros. Antes de comenzar la adquisición de los espectros, es necesario realizar una medida de referencia (*Background*).

Las condiciones en las que se realizan los espectros, tanto de la muestra, como la de la medida de referencia, se seleccionan en el *software*. Las condiciones más convenientes para realizar los espectros son las que aparecen de manera automática, es decir, número de barridos: 20, resolución de 0.5  $\text{cm}^{-1}$  y el espectro de la muestra en % de transmitancia. Los parámetros de las carpetas restantes de la ventana serán fijados por el profesor y no deben ser modificados.

Una vez medida la referencia, se pueden realizar medidas de espectros de la muestra.

La biblioteca de espectros se utiliza para el análisis de los espectros realizados. Se utilizará el programa para hacer *zoom* sobre distintas regiones de cada espectro, así como para imprimir y exportar los ficheros de datos. Este programa tiene una herramienta de búsqueda de picos (*PeakFind*), que localiza todos los picos con una intensidad mayor que un nivel proporcionado por el usuario (*noiselevel*).

## INFORME DE TRABAJO

El informe de trabajo debe contener lo siguiente, empleando un formato de reporte.

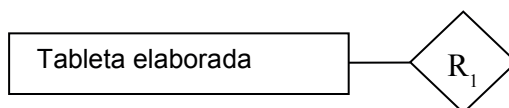
1. Los objetivos particulares de la práctica, así como una breve introducción al tema, incluyendo las propiedades fisicoquímicas del analito de interés.
2. Un diagrama de flujo con las actividades desarrolladas.
3. Observaciones: incluir los cambios realizados al protocolo de trabajo a lo largo de la experimentación.

4. Resultados y análisis de los mismos que incluyan:
  - a. Gráficos de todas las curvas realizadas (incluyendo espectros de absorción).
  - b. Análisis de linealidad de las curvas relacionadas a la cuantificación, establecer las ecuaciones que relacionan cada una de las variables con su gráfico correspondiente, indicando el valor de la pendiente, la ordenada al origen y sus unidades, en cada ecuación.
  - c. Los cálculos correspondientes para la determinación de la concentración y cantidad del analito en la muestra.
5. Conclusiones.
6. Referencias bibliográficas.
7. Anexos. Por ejemplo, diagramas de zonas de predominio, de Pourbaix, u otro material necesario para la mejor comprensión del proyecto realizado.

## **BIBLIOGRAFÍA**

1. Flores Alcántara, K. A. (2008). *Manual de laboratorio de espectroscopia de infrarrojo (Instrumentación, manejo del equipo y prácticas)* (Tesis de licenciatura). UNAM FES-C, México
2. Harris D. C. (2001). *Análisis químico cuantitativo*. (2.<sup>a</sup> Ed.). Barcelona, España: Reverté.
3. Ramette, G. W. (1983). *Equilibrio y análisis químico*. México: Fondo Educativo Interamericano.
4. Skoog, D. A., West, D. M., Holler, F. J. & Crouch, S. R. (2001). *Química analítica*. (7.<sup>a</sup> Ed.) México: Mc Graw-Hill Interamericana.

## DIAGRAMA ECOLÓGICO Y TRATAMIENTO DE RESIDUOS



**R1.** Desechar al bote de basura en un pedazo de papel.



# PRÁCTICA 6. CROMATOGRAFÍA DE GASES

## (FACTOR RESPUESTA Y PARÁMETROS DE INFLUENCIA)

### Identificación y cuantificación de alcoholes en bebidas alcohólicas

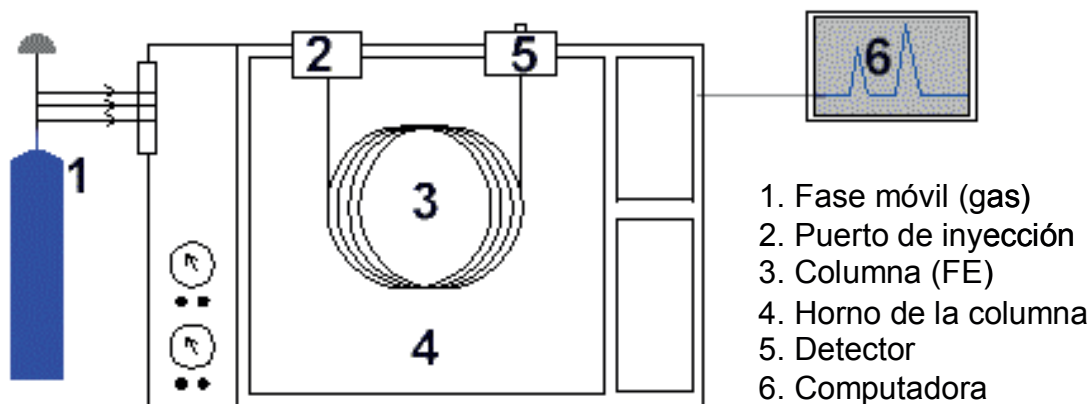
#### OBJETIVOS

- Conocer el fundamento, las partes de un cromatógrafo de gases, así como su manejo y cuidados necesarios. *Unidad 4.*
- Estudiar los parámetros que afectan la elución, la resolución y la eficiencia de los picos en la cromatografía de gases. *Unidad 4.*
- Separar, identificar y cuantificar etanol y metanol en licores comerciales, mediante el método de estándar interno, empleando el factor respuesta. *Unidades 1, 2 y 4.*

#### INTRODUCCIÓN

La cromatografía de gases (CG) es una técnica de separación ampliamente utilizada en la industria, esto debido a su sensibilidad y al empleo de detectores selectivos o universales. Es idónea para sustancias volátiles no termolábiles, tales como alcoholes, cetonas, hidrocarburos aromáticos, pesticidas órgano-clorados, etc. Tiene aplicaciones en la industria, en muchos campos de la ciencia y en estudios de contaminación ambiental.

En la cromatografía de gases, se ponen en contacto dos fases, una gaseosa (fase móvil) y otra sólida o líquida, (fase estacionaria). La muestra líquida o gaseosa se introduce en la columna y ahí se lleva a cabo la separación. Los componentes separados emergen hacia el detector y se obtiene un cromatograma. La retención de los solutos depende de las interacciones que se logren con la fase estacionaria. El éxito de la separación depende básicamente de: el tipo y longitud de la columna, la temperatura del horno durante la separación, la velocidad de flujo de la fase móvil, etc.



Componentes básicos que integran un cromatógrafo de gases

## CUESTIONARIO PREVIO A LA PRÁCTICA

1. ¿Cuál es el fundamento de la cromatografía de gases (gas-líquido y gas-sólido)? Explique ampliamente.
2. ¿Qué tipo de fase móvil y estacionaria se emplea en la cromatografía de gases?
3. ¿Qué sustancias pueden separarse por cromatografía de gases?
4. ¿Qué es el tiempo de retención y la resolución en cromatografía?
5. ¿Cuáles son los factores que afectan a la resolución y cómo lo hacen?
6. Mencione los componentes básicos de un cromatógrafo de gases y explique brevemente en qué consisten cada uno de ellos.
7. Explique de forma breve el fundamento del detector de ionización de flama (FID).
8. Diga en qué consiste el método de patrón interno y cuál es su utilidad en la cromatografía de gases.



## PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

### A) Condiciones del equipo y del software

1. Abrir los gases del equipo (llave del tanque).
2. Encender la computadora.

### B) Análisis cualitativo de diversos alcoholes

Realice la inyección de 1  $\mu$ 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 elución de cada compuesto.

Condiciones de análisis:

- Flujo de nitrógeno  $2.8 \pm 0.2$  mL/min
- Temperatura del horno de la columna isotérmica: 100 °C
- Temperatura del inyector: 200 °C
- Temperatura del detector: 250 °C, FID

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

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

### C) Influencia de la temperatura en la resolución

1. Prepare una mezcla con 100  $\mu$ l de cada uno de los STD de los alcoholes y realice la inyección de 1  $\mu$ l de esta mezcla, en las mismas condiciones del apartado anterior (isotérmica a 100 °C).

- Inyecte 1  $\mu\text{l}$  de la misma mezcla anterior, pero en condiciones isotérmicas a 200  $^{\circ}\text{C}$  (cambiar la temperatura en el método).
- Inyecte 1  $\mu\text{l}$  de la misma mezcla anterior, pero realizando un gradiente de temperatura del horno de 80  $^{\circ}\text{C}$  por 2 min, con una rampa de 15  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , hasta 180  $^{\circ}\text{C}$ , hold 0.0.

**Tabla 2. Resultados del análisis de la mezcla de alcoholes a varias temperaturas**

Analito	$t_R$ (min) a 100 $^{\circ}\text{C}$	$t_R$ (min) a 200 $^{\circ}\text{C}$	$t_R$ (min) gradiente	W a 100 $^{\circ}\text{C}$	W a 200 $^{\circ}\text{C}$	W gradiente
MeOH						
EtOH						
n-propanol						
n-butanol						
n-amílico						

#### D) Análisis de MeOH y EtOH por el método de factor de respuesta

Para esta cuantificación, se empleará como estándar interno: n-propanol, por lo que se prepararan 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 <sub>std</sub> ( $\mu\text{l}$ )	EtOH <sub>std</sub> ( $\mu\text{l}$ )	n-Prop <sub>std</sub> ( $\mu\text{l}$ )	V Problema (mL)	V <sub>aforo</sub> /H <sub>2</sub> O (mL)
STD's	200	200	100	-	10.0
Prob. MeOH	-	-	100	10.0	10.0
Prob. EtOH	-	-	100	0.240	10.0

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

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

Sistema	Área MeOH	Área EtOH	Área n-Prop	FR	Conc. del analito
F.R.					
Prob. MeOH				-	
Prob. EtOH				-	

## INFORME DE TRABAJO

El informe de trabajo debe de contener lo siguiente, empleando un formato de reporte.

1. Los objetivos particulares de la práctica, así como una breve introducción al tema, incluyendo las propiedades fisicoquímicas del analito de interés.
2. Un diagrama de flujo con las actividades desarrolladas.
3. Observaciones: incluir los cambios realizados al protocolo de trabajo a lo largo de la experimentación.
4. Resultados y análisis de los mismos que incluyan:
  - a) Identificación de cada uno de los alcoholes en la mezcla, con la ayuda de los tiempos de retención de los estándares inyectados individualmente.
  - b) Discutir cómo influye la temperatura en la resolución de los componentes de la muestra, calculando la  $N$  y la  $R_s$  para cada componente a las diferentes temperaturas (100, 200 °C y gradiente).
  - c) Mencionar las mejores condiciones de separación de los alcoholes estudiados.
  - d) Explicar ampliamente si es más adecuado utilizar un programa de temperatura para separar la mezcla de alcoholes.
  - e) Los cálculos correspondientes para la determinación de la concentración de MeOH y EtOH en el licor analizado y compárelo con el contenido reportado en la botella. Discuta al respecto.

5. Conclusiones.
6. Referencias bibliográficas.

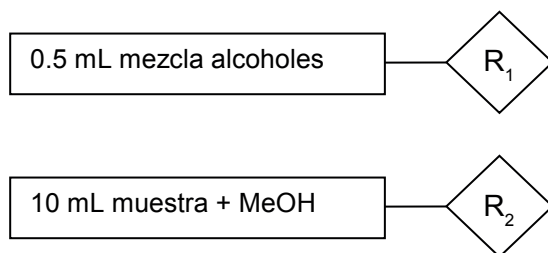
## BIBLIOGRAFÍA

1. Harris, D. C. (2001). *Análisis químico cuantitativo*. (2.ª Ed.). Barcelona, España: Reverté.
2. Ramette, G. W. (1983). *Equilibrio y análisis químico*. México: Fondo Educativo Interamericano.
3. Rubinson J. F., Rubinson, K. A. (2000). *Química analítica contemporánea* (1.ª Ed.). México: Pearson Education.
4. Skoog, D. A., West, D. M., Holler, F. J. & Crouch, S. R. (2001). *Química analítica*. (7.ª Ed.) México: Mc Graw-Hill Interamericana.

## MANEJO DE RESIDUOS

Los alcoholes no pueden ser vertidos a la tarja. Colectarlos en un envase de plástico para su posterior tratamiento.

## DIAGRAMA ECOLÓGICO Y TRATAMIENTO DE RESIDUOS



**R1:** Evaporar con calor.

**R2:** Desechar a la tarja.

## ANEXO

### DATOS DE LOS REACTIVOS Y DE LA COLUMNA PARA LA PRÁCTICA 6

**Columna:** DB-WAX 304

30 mx 0.32 mm ID, film 0.25  $\mu\text{m}$ , bonded fused silica open tubular polyethylene glycol column (PEG). High polarity.

Lower temperature limit of 20°C. Higher temperature limit: 250 °C.

**Gas acarreador:** Nitrógeno de alta pureza.

**Gases para el detector de ionización de flama (FID):** Hidrógeno-aire de alta pureza.



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



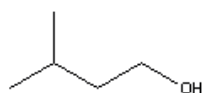
ETANOL, J. T. Baker, P.M. 46.0 g/mol, 99.85 % de pureza, densidad 0.79 g/mL, punto de ebullición: 78.3 °C



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-BUTANOL, Monterrey, P.M. 74.12 g/mol, 99.0 % de pureza, densidad 1.04 g/mL, punto de ebullición: 117.6 °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: 138.0 °C



# PRÁCTICA 7. CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS DE ALTA EFICIENCIA

## (FACTOR RESPUESTA Y PARÁMETROS DE INFLUENCIA)

### Determinación de metil y propil-parabeno en cremas, shampoo y otros

#### OBJETIVOS

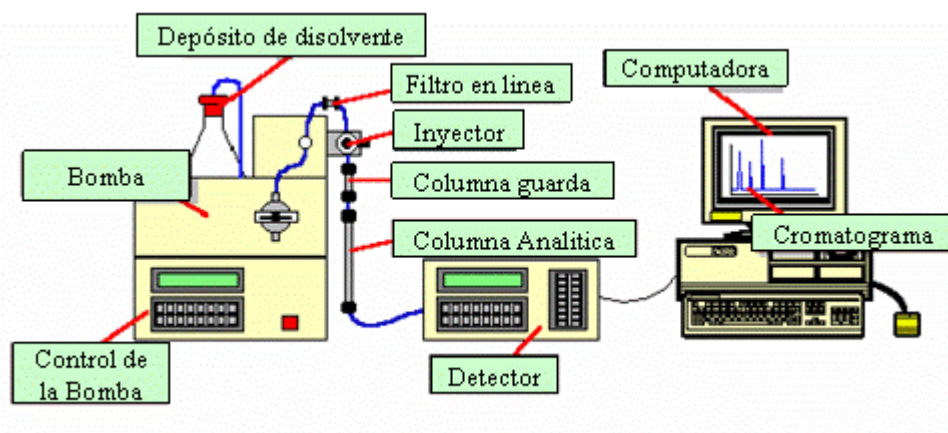
- Conocer los componentes básicos del cromatógrafo de líquidos de alta resolución (HPLC), así como su manejo y cuidados necesarios. *Unidad 4.*
- Seleccionar las condiciones instrumentales óptimas para la cuantificación de los parabenos. *Unidad 4.*
- Aplicar los conocimientos teóricos adquiridos para efectuar adecuadamente la cuantificación de los parabenos, mediante el método de estándar interno. *Unidades 1, 2 y 4.*

#### INTRODUCCIÓN

La cromatografía de líquidos de alta resolución (HPLC) es la técnica de separación más ampliamente utilizada en la industria, esto debido a su sensibilidad y su fácil adaptación a determinaciones cuantitativas, es idónea para sustancias no volátiles o termolábiles, tiene aplicaciones en la industria, en muchos campos de la ciencia y en la sociedad en general.

En la cromatografía de líquidos de alta resolución se ponen en contacto dos fases mutuamente inmiscibles, una de las fases es estacionaria y la otra es móvil. Una muestra que se introduce en la fase móvil es transportada a lo largo de la columna que contiene a la fase estacionaria distribuida. Los componentes separados emergen en orden creciente de interacciones con la fase estacionaria. La migración depende de la solubilidad de los solutos en fase móvil o fase estacionaria.

En HPLC, el éxito de la separación, para un compuesto dado, depende de las condiciones de operación como son: tipo y longitud de columna, proporción y tipo de fase móvil, velocidad de flujo de la fase móvil, etc.



Componentes básicos que integran un equipo de HPLC

## CUESTIONARIO PREVIO A LA PRÁCTICA

1. ¿Cuál es el fundamento de la cromatografía de líquidos de alta resolución?
2. ¿Qué tipo de fase móvil y estacionaria se utilizan en HPLC?
3. Defina la cromatografía de líquidos en fase normal y en fase reversa.
4. Mencione los métodos de evaluación más utilizados para las determinaciones cuantitativas por HPLC.
5. Mencionar las ventajas y desventajas de la cromatografía de líquidos, en comparación con la cromatografía de gases
6. Describir las propiedades fisicoquímicas de los reactivos utilizados en la práctica.
7. Efectuar los cálculos de preparación de soluciones.

## PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

### A) Preparación de soluciones

#### FASE MÓVIL

- 1.- Mezclar 100 mL de acetonitrilo con 100 mL de agua desionizada (50:50).



2.- Mezclar 60 mL de acetonitrilo con 140 mL de agua desionizada (30:70).

Filtrar cada una, utilizando una membrana con diámetro de poro 0.45 $\mu$ m y, posteriormente, colocarlas al ultrasonido de 10 a 15 minutos.

ESTÁNDAR DE METILPARABENO. Pesar 25 mg de metilparabeno, disolver en aproximadamente 15 mL de agua desionizada, calentar ligeramente, enfriar y aforar a 25 mL.

ESTÁNDAR INTERNO (PROPILPARABENO). Pesar 25 mg de propilparabeno, disolver en aproximadamente 15 mL de agua desionizada, calentar ligeramente, enfriar y aforar a 25 mL.

MEZCLA DE ESTÁNDARES. Tomar un mililitro de la solución estándar de metilparabeno, un mililitro de estándar de propilparabeno, aforar a 25 mL con fase móvil 50:50 y colocarla en ultrasonido de 3 a 5 min. (sol. mezcla).

MUESTRA. Pesar con exactitud cerca de 100 mg de crema, en un vaso de precipitados de 50 mL, adicionar 5 mL de una solución de NaOH 0.5 N y 2 mL de metanol HPLC, agitar y filtrar con filtro milipore, adicionar 0.5 mL del estándar interno y aforar a 10 mL con fase móvil 50:50, colocarla en ultrasonido de 3 a 5 min (sol. problema).

## B) Optimización de condiciones experimentales

### SELECCIÓN DE FASE MÓVIL ÓPTIMA

Se enciende el cromatógrafo, según el procedimiento indicado por el profesor, colocando la fase móvil preparada 30:70 y se corroboran las siguientes condiciones:

Columna	Flujo de la F. M.	Detector	$\lambda$ trabajo	Volumen de inyección fijo
C-18 de 15cm	1.0 mL/ min.	UV/VIS $\lambda$ variable	254 nm	20 $\mu$ l

1. Con la fase móvil de 30:70, se estabiliza la presión de la bomba y se equilibra la columna por 10 o 15 min. Después, se inyecta la solución mezcla de estándar

dares. Registrar el tiempo de retención, ancho y área de cada pico. Calcular el valor de  $K'$ , la eficiencia (N) y la  $R_s$  a las condiciones de análisis.

2. Cambiar la fase móvil por la de 50:50, dejando que se establezca la presión de la bomba y se equilibre la columna con la nueva fase móvil (10-15 min). Después, se inyecta la solución mezcla de estándares. Registrar el tiempo de retención, ancho y área de cada pico. Calcular el valor de  $K'$ , la eficiencia (N) y la  $R_s$ , a las condiciones de análisis.

Colocar los resultados en la tabla siguiente y elegir la fase móvil que presenta mayor eficiencia y resolución.

**Tabla 1. Comparación de resultados para la separación de parabenos en 2 F.M.**

F.M.	Pico 1			Pico 2			Rs
	$t_r$	Área pico	Ancho	$t_r$	Área pico	Ancho	
30:70							
	K'		N	K'		N	
50:50							
	K'		N	K'		N	

#### SELECCIÓN DEL FLUJO ÓPTIMO

Con la fase móvil seleccionada en el parte anterior, realizar el siguiente estudio: efectuar la corrida de la mezcla de estándares a diferentes flujos de F.M.: 2.0, 1.5 y 0.7 mL/min. (Ya se tiene el de 1.0 mL/min de la parte anterior).

Llene la siguiente tabla de resultados:

**Tabla 2. Comparación de resultados a diferentes flujos de la F.M.**

Flujo	Pico 1			Pico 2			Rs
	$t_R$	Área Pico	Ancho	$t_R$	Área Pico	Ancho	
2.0							Rs
	AEPT	N		AEPT	N		
1.5							Rs
	AEPT	N		AEPT	N		
1.0							Rs
	AEPT	N		AEPT	N		
0.7							Rs
	AEPT	N		AEPT	N		

Con base en los resultados de la tabla 2, elegir el flujo que genere una mejor Rs y mayor eficiencia.

### C) Separación y cuantificación del metilparabeno en una muestra

En las condiciones óptimas, se inyecta la muestra preparada y una dilución 1 en 25 mL de la solución estándar del metilparabeno.

Después de la última inyección, es necesario lavar la columna con agua desionizada filtrada y sonicada para eliminar los restos de sales en la columna.

### INFORME DE TRABAJO

El informe de trabajo debe de contener lo siguiente, empleando un formato de reporte.

1. Los objetivos particulares de la práctica, así como una breve introducción al tema incluyendo las propiedades fisicoquímicas del analito de interés.
2. Un diagrama de flujo con las actividades desarrolladas. Describir perfectamente el procedimiento de preparación de la muestra problema).
3. Observaciones: incluir los cambios realizados al protocolo de trabajo a lo largo de la experimentación
4. Resultados y análisis de los mismos que incluyan:
  - a) Las tablas de resultados de las dos primeras partes. Concluir acerca de la selección de condiciones óptimas.
  - b) Mencionar qué parámetros se ven afectados y por qué, al variar:
    - La proporción polar de la fase móvil
    - El flujo de la fase móvil
    - La columna
  - c) Mencionar el procedimiento de identificación en la muestra.
  - d) Calcular el factor respuesta y poner los cálculos empleados para la cuantificación de los mg de MP en la muestra (% p/p), por el método del estándar interno.
5. Conclusiones y recomendaciones, de acuerdo a los objetivos planteados.
6. Referencias bibliográficas.

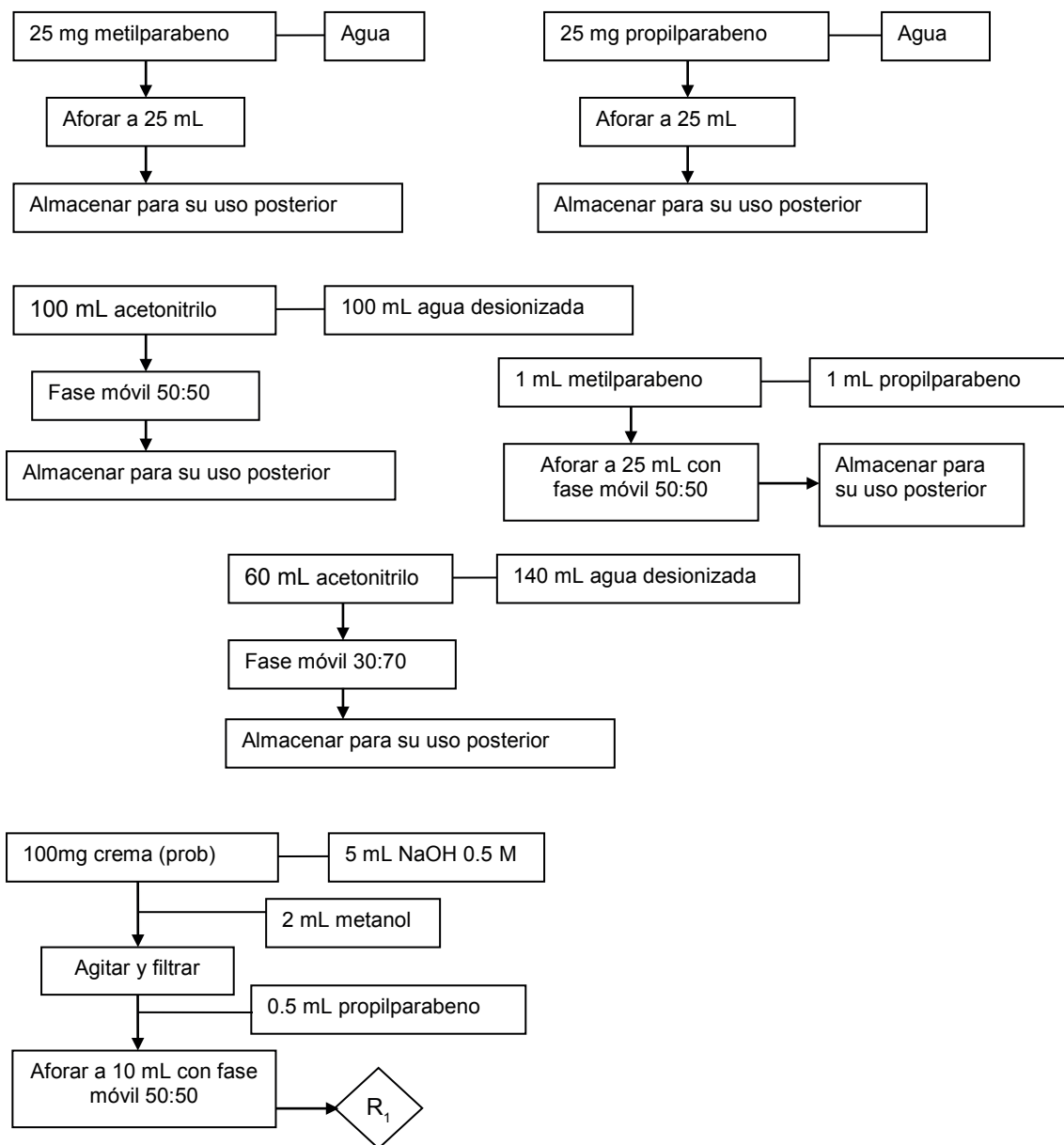
## **BIBLIOGRAFÍA**

1. Harris, D. C. (2001). *Análisis químico cuantitativo*. (2.<sup>a</sup> Ed.). Barcelona, España: Reverté.
2. Ramette, G. W. (1983). *Equilibrio y análisis químico*. México: Fondo Educativo Interamericano.
3. Rubinson J. F., Rubinson, K. A. (2000). *Química analítica contemporánea* (1.<sup>a</sup> Ed.). México: Pearson Education.
4. Skoog, D. A., West, D. M., Holler, F. J. & Crouch, S. R. (2001). *Química analítica*. (7.<sup>a</sup> Ed.) México: Mc Graw-Hill Interamericana.

## MANEJO DE RESIDUOS

Todas las soluciones de metilparabeno deben desecharse en la tarja, dejando correr suficiente agua. La fase móvil de desecho se almacena para la recuperación de acetonitrilo.

## DIAGRAMA ECOLÓGICO Y TRATAMIENTO DE RESIDUOS



**R1.** Vaciar en un contenedor de vidrio y etiquetar, para su futura disposición, neutralización e incineración.



# PRÁCTICA 8. POLAROGRAFÍA

## (VOLTAMPEROMETRÍA CON ELECTRODO GOTEANTE DE MERCURIO)

### Determinación de Pb(II) mediante una curva de adiciones patrón

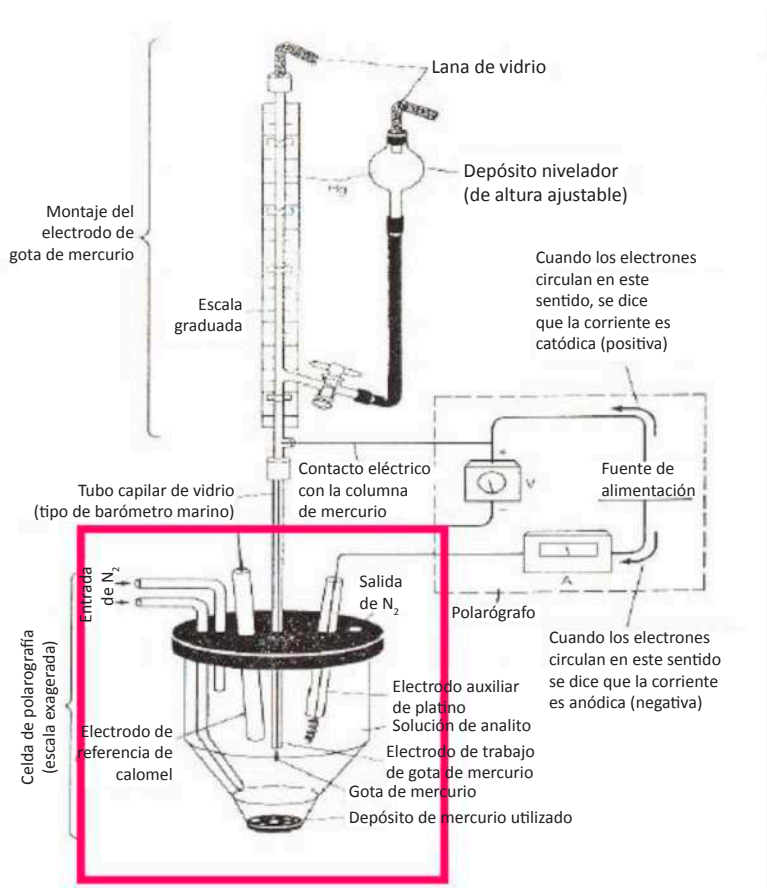
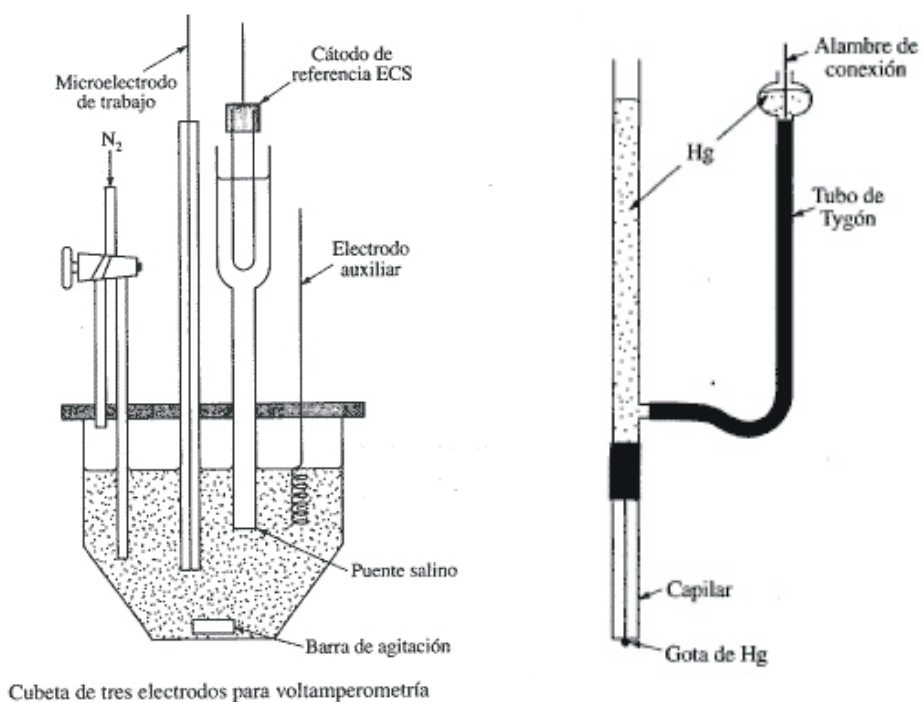
#### OBJETIVOS

- Conocer el fundamento y el uso de un polarógrafo con electrodo goteante de mercurio. *Unidad 3.*
- Identificar las reacciones electroquímicas asociadas a cada meseta y muro bajo las condiciones experimentales. *Unidad 3.*
- Determinar el potencial normal aparente de diversos pares redox con base en el polarograma experimental. *Unidad 3.*
- Determinar la concentración de una solución problema de plomo mediante una curva de adiciones patrón. *Unidades 1, 2 y 3.*

#### INTRODUCCIÓN

Las reacciones electroquímicas involucran el intercambio de electrones (reacciones redox), por lo que, cuando estos electrones se hacen fluir por un circuito eléctrico, es posible obtener información acerca de la reacción. El campo de la química electro-analítica abarca una amplia variedad de técnicas, basadas en los diversos fenómenos que tienen lugar dentro de una celda electroquímica. Todas las mediciones eléctricas básicas (corriente, resistencia y voltaje) se han empleado solas o en combinación para propósitos analíticos.

### Componentes básicos que integran un polarógrafo





## CUESTIONARIO PREVIO A LA PRÁCTICA

1. Defina la voltamperometría y, particularmente, la polarografía clásica.
2. Explique lo que es una curva intensidad vs. potencial ( $i$  vs  $E$ ).
3. Defina los conceptos de macro y micro electrólisis.
4. ¿Qué es la corriente residual y cuál es su naturaleza?
5. Defina la corriente de convección, la corriente de migración, la corriente de difusión y explique cuál de ellas 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?

## PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

### 1. Equipo

Polarógrafo POL110

Electrodo indicador: gota de mercurio

Electrodo referencia: electrodo de calomel

Contraelectrodo: electrodo de platino

### 2. Condiciones de operación del equipo

E inicial	E intermedio	E final	I rango	Step dT	Step E	Ciclo	Baudios
250 mV	0 mV	-1400 mV	100    A	0.033 s	10 mV	Simple	19200

Colocar 20 mL de una solución buffer de acéticoacetato 0.5 M de pH = 5 (electrolito soporte) en la celda polarográfica.

3. Trazo de los polarogramas: se trazarán los polarogramas de los diferentes sistemas descritos según la tabla 1.

**Tabla 1. Soluciones de trabajo**

Sistemas	Electrólito soporte (mL)	Problema (mL)	Estándar Pb(II) 0.1M (mL)
1	20	0	0*
2	20	0.25	0
3	20	0.25	0.125
4	20	0.25	0.250
5	20	0.25	0.375
6	20	0.25	0.500
7	20	0.25	0.625

\*Se traza el polarograma del electrolito soporte (sistema 1), sin burbujear nitrógeno. Después, burbujear el sistema con nitrógeno, durante aproximadamente 10 minutos y trazar el polarograma.

1. Se trazan los dos polarogramas del electrolito soporte (sistema 1), de 250 mV a -1900 mV.
2. A partir del sistema 1, se van preparando en forma sucesiva los sistemas del 2 al 7 y se trazan los demás polarogramas de acuerdo con la tabla 2. Se burbujea nitrógeno aproximadamente 1 minuto después de cada adición.
3. Se identifica la meseta producida por el metal y se elige un potencial adecuado para leer la corriente límite de difusión ( $i_M$ ), restando previamente la corriente residual del sistema 1.
4. Trazar la curva de calibración  $i_M = f(\text{mL estándar})$  y calcular sus parámetros estadísticos.
5. Finalmente, realizarle adiciones sucesivas, 125 $\mu$ l, 250 $\mu$ l, 400 $\mu$ l y 650 $\mu$ l de una solución de EDTA 0.1 M al sistema 7. Tomar la lectura de  $i_M$  correspondiente, después de cada adición. Se burbujea nitrógeno aproximadamente 1 minuto después de cada adición.

## INFORME DE TRABAJO

El informe de trabajo debe contener lo siguiente, empleando un formato de reporte.

1. Los objetivos particulares de la práctica, así como una breve introducción al tema, incluyendo las propiedades fisicoquímicas del analito de interés.
2. Un diagrama de flujo con las actividades desarrolladas.
3. Observaciones: incluir los cambios realizados al protocolo de trabajo a lo largo de la experimentación
4. Resultados y análisis de los mismos que incluyan:
  - a) Asociar a cada muro y meseta la reacción electroquímica correspondiente.
  - b) Determinar los potenciales de media onda para todos los pares redox presentes en el sistema a las condiciones de trabajo, con base en la gráfica.
  - c) Calcular los valores de potencial de media onda teóricos y compararlos con los obtenidos a partir de las curvas  $i$  vs  $E$ . Explicar las diferencias.
  - d) Calcular la concentración del metal en la solución problema.
  - e) Con base en los polarogramas obtenidos, proponga un método indicador para cuantificar al metal mediante una valoración complejométrica. Mencione como determinaría el punto de equivalencia.
5. Conclusiones.
6. Referencias bibliográficas.
7. Anexos. Por ejemplo, diagramas de zonas de predominio, de Pourbaix u otro material necesario para la mejor comprensión de la práctica realizada.

## **BIBLIOGRAFÍA**

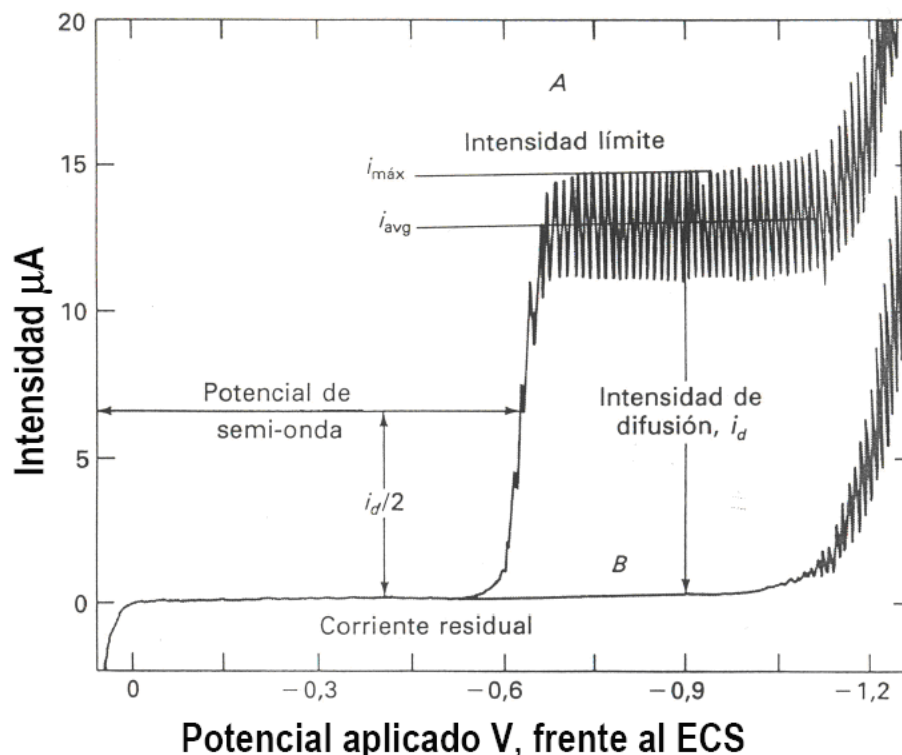
1. Charlot, G. (1977). *Curso de química analítica general*. Barcelona, España: TorayMasson.
2. Charlot, G. (1980). *Química analítica general*. Barcelona, España: TorayMasson.
3. Erwing, G. W. (1980). *Métodos instrumentales de análisis químicos*. México: Mc GrawHill.
4. Harris D. C. (2001). *Análisis químico cuantitativo*. (2.ª Ed.). Barcelona, España: Reverté.

5. Skoog, D. A., West, D. M., Holler, F. J. & Crouch, S. R. (2001). *Química analítica*. (7.ª Ed.) México: Mc Graw-Hill Interamericana.
6. Rubinson J. F. & Rubinson, K. A. (2000). *Química analítica contemporánea* (1.ª Ed.). México: Pearson Education.
7. Vassos, B. H. & Ewing, G. W. (1987). *Electroquímica analítica*. México: Limusa.

## DATOS

$\text{Pb}^{2+}/\text{Pb}(\text{Hg})$	$E_{1/2} = 0.405 \text{ V}$ ( $\text{HNO}_3$ 1M con respecto a ECS)
$\text{Pb}(\text{OH})_n$	$\log \beta_1 = 7.82$ , $\log \beta_2 = 10.85$ y $\log \beta_3 = 14.58$
$\text{Pb}(\text{Ac})_n$	$\log \beta_1 = 2.52$ , $\log \beta_2 = 4.0$ , $\log \beta_3 = 6.4$ y $\log \beta_4 = 8.5$
$\text{PbY}^{2-}$	$\log \beta_1 = 18.0$
$\text{PbHY}^- / \text{PbY}^{2-}$	$\text{pK}_a = 2.8$
$\text{HAc} / \text{Ac}^-$	$\text{pK}_a = 4.76$
$\text{H}_4\text{Y}$	$\text{pK}_a = 2.07, 2.75, 6.24, \text{ y } 10.34$

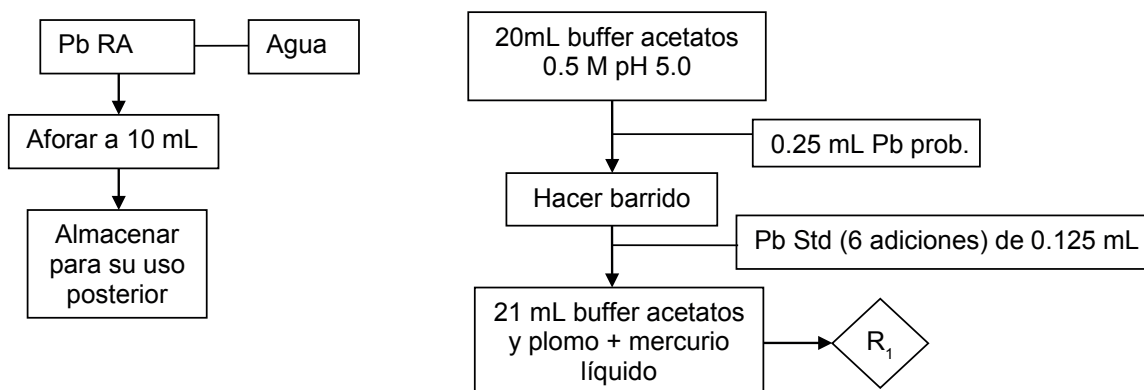
## Polarograma



## MANEJO DE RESIDUOS

El mercurio es un metal altamente tóxico. No lo toque con las manos ni lo vierta a la tarja. Decante la mayor cantidad de líquido posible y **vacíe los residuos de mercurio en un contenedor especial para su recuperación posterior.**

## DIAGRAMA ECOLÓGICO Y TRATAMIENTO DE RESIDUOS



**R1.** Decantar la mayor parte de líquido y hacer con este el procedimiento marcado para R2. **Vacíe los residuos de mercurio y el líquido sobrante en un contenedor especial (de vidrio ambar) para su recuperación posterior por el profesor.**

# PRÁCTICA 9. ELECTROGRAVIMETRÍA

## (PARÁMETROS DE INFLUENCIA)

### Electrodeposición de Cu(II)

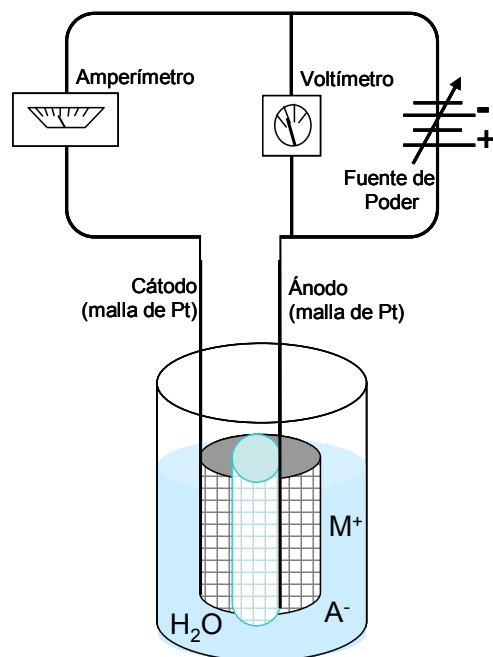
#### OBJETIVOS

- Identificar las diferentes técnicas para llevar a cabo una electrodeposición, así como los principios en que se basan estas técnicas. *Unidades 1 y 3.*
- Determinar el método electrogravimétrico que permita llevar a cabo la separación selectiva y cuantitativa de una mezcla de cationes, en disolución acuosa. *Unidad 3.*
- Evaluar si la electrodeposición se realiza con rendimiento adecuado para fines cuantitativos. *Unidad 3.*

#### INTRODUCCIÓN

En el análisis electrogravimétrico, el analito se deposita cuantitativamente en forma de un sólido sobre el cátodo o el ánodo. El aumento de masa del electrodo mide directamente la cantidad del analito. Para saber que ha terminado la electrodeposición, se puede observar la desaparición del color de la disolución. Otra manera, es exponer la disolución la mayor parte de la superficie del electrodo, pero no toda. Después, exponer otra parte del electrodo y ver si se ha producido un depósito en esta nueva zona. Repetir el procedimiento hasta que ya no se forme depósito. Un tercer método es tomar una pequeña muestra de la disolución y hacer un análisis cualitativo para ver si aún queda analito.

En la práctica, hay más de una especie electroactiva, que puede interferir de diversas maneras. Por ejemplo, el agua es electroactiva, puede reducirse a  $H_2$  o bien oxidarse a  $O_2$ , a un determinado valor de voltaje. Las burbujas de gases interfieren en la deposición de sólidos, a causa de esto, es importante controlar adecuadamente el potencial del electrodo.



Componentes básicos que integran un equipo de electrodeposición

## CUESTIONARIO PREVIO A LA PRÁCTICA

1. ¿Qué es una reacción electroquímica?
2. Enunciar la primera ley de Faraday.
3. ¿Qué es un sistema rápido, lento y casi lento?
4. Explique si la electrodeposición es una técnica de macro o micro electrólisis.
5. Explique qué es una electrodeposición a potencial y a intensidad controlada.
6. ¿Qué es un dominio de electroactividad y de qué depende?
7. ¿Las reacciones electroquímicas del agua sobre el electrodo de platino son lentas o rápidas?
8. Si alguno de los muros del dominio de electroactividad está determinado por alguna reacción electroquímica del agua, ¿cómo afecta el pH a la posición del muro en la curva de  $i$  vs.  $E$ ?
9. Mencione algunas aplicaciones de los procesos de electrodepósito.



## PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

### A) Electrodeposición a intensidad controlada

En un vaso de precipitados de 200 mL, se colocan 50 mL de una mezcla de Cu(II) y Ni(II) de concentraciones conocidas, y se añade 1 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1:1. Introducir dos electrodos de rejilla de platino (limpios y pesados) dentro del vaso y agregar agua destilada hasta que el nivel de la solución alcance aproximadamente 3.0 cm por debajo de la parte superior de las rejillas.

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.

Después de 10 minutos, añadir agua destilada para elevar el nivel de la solución y observar si continua realizándose el depósito en la superficie recién cubierta de agua del electrodo; si es así, se continua el proceso por 20 minutos más, o hasta que se observe la desaparición de color en la solución.

Al finalizar el proceso, se sacan los electrodos de la solución y se lavan sin interrumpir la fuerza electromotriz.

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.

Disolver el depósito, introduciendo el electrodo en HNO<sub>3</sub> 1:1, caliente, de preferencia. (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 a potencial controlado

En un vaso de precipitados de 200 mL, se colocan 50 mL de una mezcla de Cu(II) y de Ni(II) de concentraciones conocidas, añadir 1 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1:1. Introducir dos electrodos de rejilla de platino (limpios y pesados) dentro del vaso y agregar agua destilada hasta que el nivel de la solución alcance aproximadamente 3.0 cm por debajo de la parte superior de las rejillas.

Colocar otro vaso con agua destilada y añadir un poco de NaCl u otra sal, colocar en electrodo de calomel y un puente de agar para unir los dos vasos. El electrodo de calomel y el cátodo de platino se conectan mediante caimanes a un potenciómetro (de Corning, preferentemente), con el fin de controlar el potencial del cátodo.

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).

Después de 10 minutos, añadir agua destilada para elevar el nivel de la solución y observar si continua realizándose el depósito en la superficie recién cubierta de agua del electrodo, si es así, se continua el proceso por 20 minutos más, o hasta que se observe la desaparición de color en la solución.

Al finalizar el proceso, se sacan los electrodos de la solución y se lavan sin interrumpir la fuerza electromotriz.

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.

Disolver el depósito introduciendo el electrodo en  $\text{HNO}_3$  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.

## **INFORME DE TRABAJO**

El informe de trabajo debe contener lo siguiente, empleando un formato de reporte.

1. Los objetivos particulares de la práctica, así como una breve introducción al tema, incluyendo las propiedades fisicoquímicas del analito de interés.
2. Un diagrama de flujo con las actividades desarrolladas.
3. Observaciones: incluir los cambios realizados al protocolo de trabajo a lo largo de la experimentación.

4. Resultados y análisis de los mismos que incluyan:

- a) Justificar por qué es posible llevar a cabo la separación mediante el control de pH.
- b) Explicar cada una de las condiciones experimentales seguidas en la técnica.
- c) Establecer las reacciones electroquímicas que tienen lugar en cada uno de los electrodos durante el análisis.
- d) Explicar de qué manera influye la composición del electrolito en la cuantitatividad del electrodepósito.
- e) Justificar los valores de potenciales a los que se controló el potencial del cátodo en el método a potencial controlado.
- f) Calcular el porcentaje de metal electrodepositado.
- g) Proponer un esquema sencillo y completo de los circuitos eléctricos empleados en las electrodeposiciones efectuadas en la práctica.

5. Conclusiones.

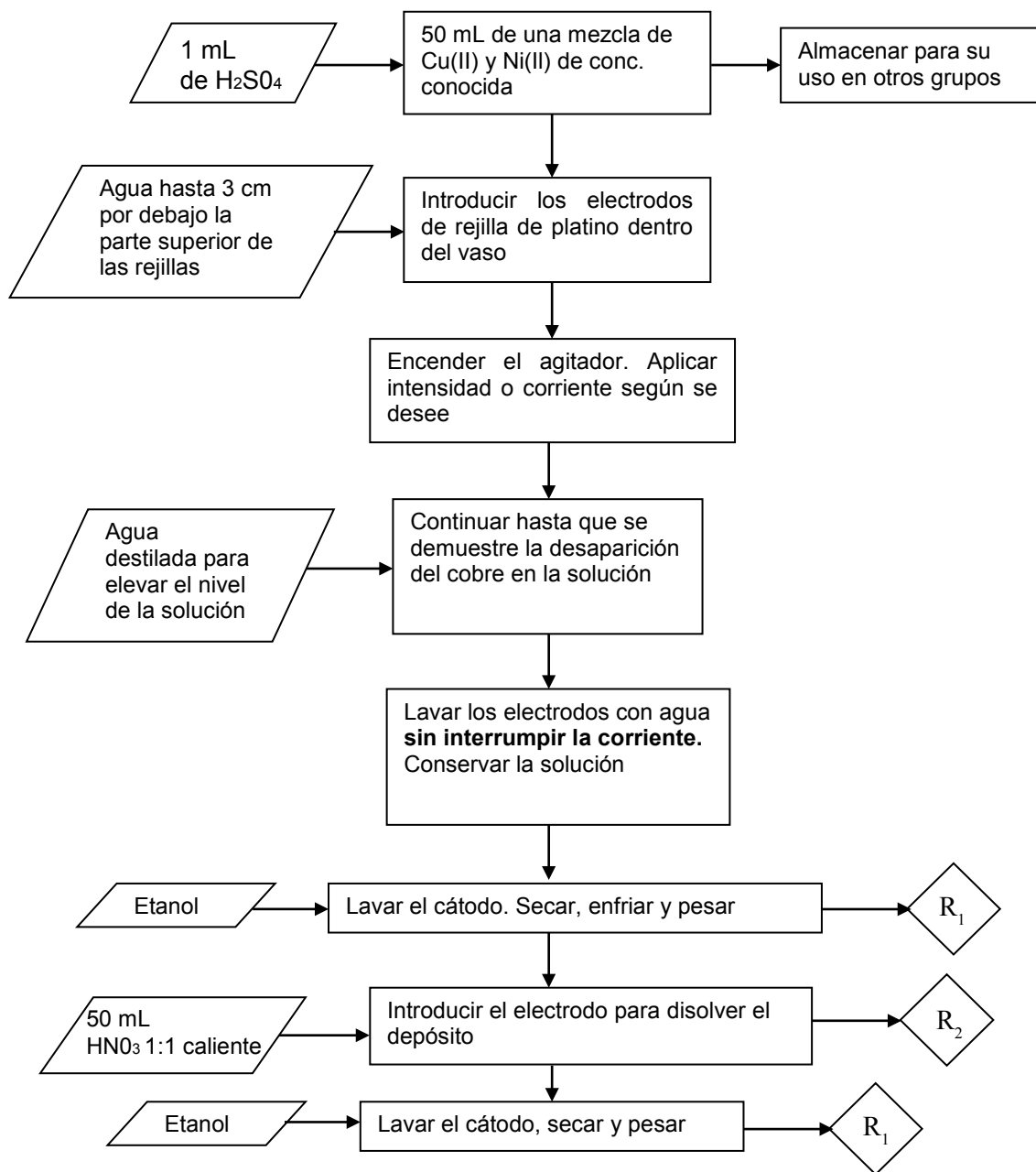
6. Referencias bibliográficas.

7. Anexos. Por ejemplo, diagramas de zonas de predominio, de Pourbaix u otro material necesario para la mejor comprensión de la práctica realizada.

## **BIBLIOGRAFÍA**

1. Charlot, G. (1980). *Química analítica general*. Barcelona, España: TorayMasson.
2. Crow, D.R. (1988). *Principles and applications of electrochemistry* (3.<sup>a</sup> Ed.). USA: Chapman & Hall.
3. Erwing, G. W. (1980). *Métodos instrumentales de análisis químicos*. México: Mc GrawHill.
4. Koryta, J., Dvorak, J. & Kavan, L. (1993). *Principles of electrochemistry* (2.<sup>a</sup> Ed.). N. Y., USA: J. Wiley & Sons Inc.
5. Vassos, B. H. & Ewing, G. W. (1987). *Electroquímica analítica*. México: Limusa.

## DIAGRAMA ECOLÓGICO Y TRATAMIENTO DE RESIDUOS



**R1.** Evaporar con calor.

**R2.** Neutralizar con algún hidróxido (se sugiere cal común) y desechar a la tarja.



## ***Química Analítica IV (Prácticas de laboratorio para Q.I.)***

Atendiendo a los propósitos de la materia, este manual plantea actividades de laboratorio, en las cuales, el alumno debe enfrentarse a la elaboración de su propia práctica; es decir, debe plantear la preparación de soluciones y sistemas para llevar a cabo la cuantificación del analito de interés.

Además, se emplea ese mismo sistema de análisis para comprender los métodos de cuantificación, con el fin de simplificar los parámetros de la reacción y realizar una cinética rápida.

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

