



UNIVERSIDAD DE QUINTANA ROO
DIVISIÓN DE CIENCIAS E INGENIERÍA

MÉTODOS ANALÍTICOS APLICADOS EN LA QUÍMICA

Trabajo monográfico
PARA OBTENER EL GRADO DE
INGENIERO AMBIENTAL

CARRERA
INGENIERÍA AMBIENTAL

PRESENTA
BR. ADÁN GONZÁLEZ ROSALES

supervisores
M.E.M. JOSÉ LUIS GONZÁLEZ BUCIO
DR. JAIME DIONISIO CUEVAS DOMÍNGUEZ
DR. JOSÉ MANUEL CARRIÓN JIMÉNEZ



CHETUMAL QUINTANA ROO, MÉXICO, DICIEMBRE DE 2018



UNIVERSIDAD DE QUINTANA ROO
DIVISIÓN DE CIENCIAS E INGENIERÍA

TRABAJO MONOGRÁFICO TITULADO
"METODOS ANALITICOS APLICADOS EN LA QUÍMICA"

ELABORADO POR
ADÁN GONZÁLEZ ROSALES

BAJO SUPERVISIÓN DEL COMITÉ DEL PROGRAMA DE LICENCIATURA Y APROBADO COMO
REQUISITO PARCIAL PARA OBTENER EL GRADO DE:

INGENIERÍA AMBIENTAL

COMITÉ SUPERVISOR

SUPERVISOR:

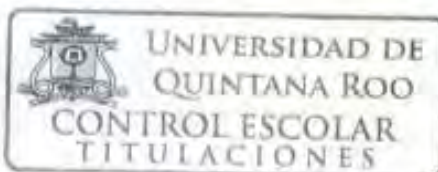
M.E.M. JOSÉ LUIS GONZÁLEZ BUCIO

SUPERVISOR:

DR. JAIME DIONISIO CUEVAS DOMÍNGUEZ

SUPERVISOR:

DR. JOSÉ MANUEL CARRIÓN JIMÉNEZ



CHETUMAL QUINTANA ROO, MÉXICO, DICIEMBRE DE 2018

Contenido

INTRODUCCIÓN.....	4
CAPITULO I. Concepto y objetivos de la Química Analítica	7
1.1. Unidades de concentración.....	7
1.2. Leyes que se aplican a las reacciones químicas	10
1.3. Método algebraico o analítico	11
CAPITULO II. Técnicas químicas analíticas.....	16
2.1. Análisis Químico Cualitativo.....	16
2.2. Análisis Químico Cuantitativo.	17
CAPITULO III. Métodos Volumétricos	26
3.1. Peso equivalente. Normalidad	26
3.2. Titulación de las soluciones	27
3.3. Normalidad de una solución obtenida por mezcla de dos o más soluciones	28
3.4. Dilución con agua, de una solución de normalidad conocida, para llevar a otra normalidad deseada.	29
3.5. Preparación de una solución de determinada normalidad, mezclando dos soluciones.....	31
3.6. Determinación del por ciento de un compuesto en una substancia dada.....	32
CAPITULO IV. Métodos Gravimétricos	34
4.1. Análisis Gravimétrico.....	34
CAPITULO V. Métodos Instrumentales.....	39
5.1. Métodos cromatográficos	39
5.2. Métodos de espectroscopia de absorción atómica	42
CAPITULO VI. Bibliografía.....	47

INTRODUCCIÓN

En la química analítica existen una serie de métodos analíticos y conceptos básicos de química general que ayudan a la resolución teórica de los ejercicios teórico-prácticos. La primera sección que debemos contemplar, es el método volumétrico dentro de la química analítica y se refieren a la titulación, valoración y neutralización de soluciones ácido-básicas, donde es aplicativo el análisis cualitativo y cuantitativo.

La Química Analítica es una rama de la Ciencia que trata acerca de la caracterización de las sustancias químicas. Por ello, su objeto lo constituye la materia en todas sus formas, ya sea inanimada o viviente, existente o posible. Su amplitud es enorme, pues abarca desde los átomos más sencillos hasta los productos naturales o sintéticos más complejos. Según la naturaleza de los objetos analizados, puede tomar distintas acepciones, como “Análisis Clínico”, “Análisis de Alimentos”, “Análisis Medioambiental”, “Análisis Farmacéutico”, etc. Este amplio campo hace imprescindible una relación con la práctica totalidad de las ciencias experimentales y con la tecnología industrial, colaborando a la resolución de sus problemas y convirtiéndose en un poderoso auxiliar para su desarrollo e investigación. (Brown T., Lemay H., Bursten B., & Burdge J. , 2004)

Dentro de los análisis químico cualitativo, también es importante determinar las concentraciones de un componente de las muestras en cuestión, por ello, se debe aplicar el análisis químico cuantitativo con el uso y aplicación de los método ópticos y de separación, de tal modo se debe aplicar el uso de los métodos espectrofotométricos UV-VIS y el uso de un método espectroscópico aplicando Absorción Atómica.

La química es una ciencia cualitativa y cuantitativa (Skoog and West, 2014), y se encarga de estudiar los cambios en la composición y estructura de la materia, los cuales ocurren mediante procesos denominados reacciones químicas que se representan por medio de ecuaciones químicas.

La información que nos proporcionan las ecuaciones químicas es muy útil, porque nos indican las sustancias que intervienen como reactivos y que sustancias se generan, es decir quiénes son los productos.

En estos procesos es importante considerar el estado de agregación de las sustancias que participan y las condiciones (temperatura, presión, catalizadores) bajo las cuales se efectúan las reacciones.

Las reacciones químicas se realizan considerando algunas leyes generales como la ley de conservación de la materia: la misma cantidad de materia que reacciona es la que se produce, pues solo sufre una transformación de los compuestos químicos que intervienen en la reacción. (Mortimer., 1983 y 1992)

En este sentido los cursos de química tienden a desarrollar conocimientos y habilidades en el estudiante para que pueda responder preguntas como las siguientes:

¿Cuándo es posible que dos o más sustancias reaccionen?

¿Cómo se produce una reacción?

¿Cómo determinar las sustancias que se producen en una reacción química?

¿Qué cantidad de las sustancias producidas se obtienen?

Al combinar una cantidad de sustancias ¿Qué cantidad de cada producto se obtiene?

En los cursos de química los estudiantes van desarrollando conocimientos y habilidades para utilizar los siguientes conceptos:

Átomo, ion, molécula, fórmula química, fórmula molecular, número de oxidación o valencia, número de Avogadro, peso atómico, peso molecular, mol, masa de una sustancia, Ley de la conservación de la materia, Ley de proporciones constantes o definidas, Ley de las proporciones múltiples, las propiedades particulares de cada elemento y sustancia para reaccionar con otras y las propiedades de las familias de elementos según la tabla periódica (Chang, 2007).

¿Por qué es importante que los alumnos tengan que balancear una reacción química?

Toda persona que trabaje con sustancias químicas y sus transformaciones, debe desarrollar su habilidad para analizar, describir y balancear reacciones químicas. De tal forma que puedan en condiciones particulares determinar si es factible que se produzca una reacción entre sustancias, determinar cuáles son las sustancias que se producen, en que cantidad se producen, en que proporciones se producen y bajo qué condiciones se producen dichas reacciones químicas.

Aprender a balancear ecuaciones requiere de mucha experiencia y conocimientos de las propiedades físicas y químicas fundamentales y de las leyes ponderales que se aplican a los procesos químicos. El balanceo de ecuaciones químicas se basa en la ley de la conservación de la materia, en las propiedades de combinación de los elementos, de la valencia, la ley de las proporciones múltiples, la ley de las proporciones constantes y definidas.

En el balanceo de ecuaciones químicas se utilizan los métodos: “al tanteo”, de óxido-reducción y el algebraico.

El método de balanceo de reacciones al tanteo, es un método al que recurren personas que han desarrollado mucha experiencia en el análisis de reacciones químicas. Consiste en que a partir de observar las sustancias y elementos que reaccionan pueden señalar cuáles serán las sustancias producidas y su número de moléculas, átomos e iones.

CAPITULO I. Concepto y objetivos de la Química Analítica

1.1. Unidades de concentración.

Las reacciones químicas son procesos en los cuales dos o más sustancias se ponen en contacto bajo ciertas condiciones, reaccionan, se combinan, se transforman, apareciendo después de las reacciones, nuevas sustancias. El problema es determinar las condiciones bajo las cuales las sustancias reaccionan y poder predecir las nuevas sustancias que se forman. Dependiendo de las condiciones de la reacción química y de las sustancias, el profesionista sabrá qué se estará formando como producto. ¿Cómo sabrá que se formará una molécula, un ion o un átomo?, ¿Cómo sabrá diferenciar a una molécula de un ion y un átomo?, ¿En qué momento sabrá diferenciar estas especies químicas? ¿Cómo sabrá que los reactivos podrán formar un producto o la reacción es inerte? ¿Qué concentración puede tener cada sustancia involucrada en las reacciones químicas?. (Douglas A., West D., Holler F., & Crouch S., 2005)

El análisis cuantitativo se basa en la determinación de la cantidad de analito (sustancia que se desea analizar) en una muestra que se disuelve y se hace reaccionar con otra de concentración conocida, la determinación se puede llevar a cabo por peso (gravimetría) o por relación con el volumen gastado de reactivo (volumetría o titulometría), puesto que la mayoría de las reacciones químicas se llevan a cabo solución, es necesario estudiar la composición de ellas para lo cual definiremos lo siguiente: Una solución (Sol) es una mezcla homogénea de dos o más componentes, aquel que se encuentra en mayor proporción se llama solvente (se) y las demás sustancias se denominan solutos (so) y decimos que están disueltas en el disolvente.

$$\text{Solución} = \text{soluto} + \text{solvente}$$

1. Definiremos con el término concentración a la cantidad de soluto disuelta en una cantidad dada de disolvente o de solución. Entre mayor sea la cantidad de soluto disuelta más concentrada estará la solución. Las unidades de concentración más empleadas son la Molaridad, porcentajes, fracción molar, partes por millón, Normalidad y molalidad, las cuales están dadas por las expresiones matemáticas de la siguiente tabla. (Douglas A., West D., Holler F., & Crouch S., 2005)

Molaridad

$$\text{Molaridad} = \frac{n_s}{V_{sol}}$$

$$M = \frac{m_s}{p_m \times V_{Sol}}$$

$$n_{so} = \text{moles del soluto}$$

$$V_{sol} = \text{volumen de la solución}$$

$$m_{so} = \text{masa del soluto}$$

$$p_m = \text{peso molecular}$$

Molalidad

$$m = n_{so} / Kg_{se}$$

$$n_{so} = \text{moles del soluto}$$

$$Kg_{se} = \text{Kg del solvente}$$

Normalidad

$$N = eq_{so} / V_{sol}$$

$$N = eq_{so} * M$$

$$eq_{so} = \text{peso equivalente del soluto}$$

$M = \text{Molaridad}$

Fracción Molar

$$X = \frac{n_{so}}{n_{totales}}$$

$n_{so} = \text{moles del soluto}$

$n_{totales} = \text{moles totales}$

Por ciento mol

$$\%_{mol} = X * 100$$

$X = \text{fracción molar}$

Por ciento Peso

$$\%_{P/P} = \left(\frac{g_{so}}{g_{sol}} \right) * 100$$

Para líquidos % Volumen

$\% \text{ volumen}$

$$\%_{\bar{V}} = (V_{so}/V_{sol})100$$

Relación % Peso y Volumen

$$\%_{P/V} = (g_{so}/V_{sol})100$$

Partes por millón

$$ppm = \frac{mg_{so}}{L_{sol}} = \frac{mg_{so}}{Kg_{sol}}$$

1.2 Leyes que se aplican a las reacciones químicas

Leyes clásicas o ponderables de la química:

- Ley de conservación de la masa (Antoine Lavoisier)
- Ley de composición definida (Joseph Louis Proust)
- Ley de las proporciones múltiples (Dalton)

Antoine Lavoisier descubrió la importante ley de la conservación de la materia a fines del siglo XVI, la planteo de elocuente manera “Podemos asentar como axioma incontrovertible que, en todas las operaciones del arte y la naturaleza, nada se crea; existe una cantidad igual de materia tanto antes como después del experimento” (Chang, 2007). La ley de la conservación de la masa dice que en cualquier reacción química la masa se conserva, es decir, la masa y la materia ni se crea ni se destruye, sólo se transforma y permanece invariable. Esta importante Ley se enuncia del modo siguiente: en una reacción química, la suma de las masas de las sustancias reaccionantes es igual a la suma de las masas de los productos de la reacción.

Joseph Louis Proust en el siglo XIX enunció la ley de las proporciones constantes. Él mostró que la composición del carbonato de cobre era fija, independientemente de cómo se prepare y de cómo se presente en la naturaleza o se obtenga por alguna síntesis (Jensen, 2003). Esta ley enuncia que, para formar un determinado compuesto, dos o más elementos químicos se unen y siempre en la misma proporción ponderal.

Dalton en 1803, describe la ley de las proporciones múltiples. Cuando dos especies se combinan para formar compuestos diferentes, si fijamos la cantidad de uno de ellos, la relación entre las cantidades de la segunda es una relación de números enteros sencillos. Esta ley enuncia que los pesos de uno de los elementos

combinados con un mismo peso de otro, guardaran entre si una relación (Chang, 2007).

Aplicando estas leyes ponderales, al efectuar el balanceo de una reacción química se debe hacer una descripción cualitativa de la reacción química a balancear y seguidamente se debe hacer un análisis cuantitativo, para poder llegar a la solución (Brown T., Lemay H., Bursten B., & Burdge J. , 2004).

Cuando se enseña estequiometría, en el balanceo de reacciones químicas se deben abordar los siguientes conceptos: peso atómico, peso molecular, número de Avogadro, mol, molécula, ion, átomo, reactivo, solución o disolución, producto, soluto, número de oxidación o valencia, concentración, ionización y disociación, conocer los conceptos de la tabla periódica (Jensen, 2003).

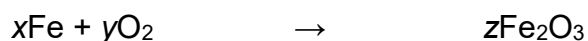
1.3 Método algebraico o analítico

Se basa en el uso de los *Sistemas de Ecuaciones Lineales* (SEL) para representar la reacción química. Se parte de la aplicación de la ley de la conservación de la materia, esto es, la cantidad de cada elemento es la misma antes y después de la reacción. Para establecer las ecuaciones lineales se utilizan letras para representar la cantidad de moléculas de cada sustancia que interviene en los reactivos y las que aparecen en los productos, también se les llama *coeficientes molares* y representan la cantidad desconocida de moléculas tanto en los reactivos como en los productos. Las moléculas de los reactivos no siempre son igual a las moléculas de los productos, pero si son igual la suma de las masas de los reactivos con la suma de las masas de los productos, aquí se pondera la utilización de la ley de la conservación de las masas.

Para balancear ecuaciones se deben considerar los siguientes puntos:

i) A cada sustancia de la ecuación química se le asigna un símbolo literal como coeficiente y a la flecha de reacción el signo de igual. Observamos en el **ejemplo 1**,

que en esta reacción, del lado izquierdo hay x molécula de Hierro, y moléculas de Oxígeno y del lado derecho hay z molécula de Fe_2O_3 que contiene dos Hierros y tres Oxígenos. Las letras que se utilizan son x , y , z , que denotan: x cantidad de moléculas de hierro, y cantidad de moléculas de oxígeno y z cantidad de moléculas de óxido férrico (Douglas A., West D., Holler F., & Crouch S., 2005).



$$x + y \quad \quad \quad z$$

Balancear significa determinar cuántas moléculas de Hierro y Oxígeno deben de haber para que cada elemento quede equilibrado tanto reactivos como productos. La igualdad de $x + y = z$, no es válida si x , y , z representan el número de moléculas. Si x , y , z representan la masa de cada molécula, entonces por la de la ley de la conservación de la masa: la masa de las sustancias reactivas debe ser iguala la masa de las sustancias producidas. Considerando la siguiente relación. Si m representa la masa de una molécula, n el número de moles (moléculas) y p_m el peso molecular de la molécula, entonces:

$$n = m/p_m \quad \text{Despejando } m \text{ obtenemos}$$

$$m = n \cdot p_m$$

Es importante observar que el uso del término molécula está sujeto a las propiedades químicas de los elementos y las sustancias, en algunos casos denotaremos como moléculas a los átomos esto solamente con fines de contar (algunas moléculas son monoatómicas, diatómicas, triatómicas).

ii) Para cada elemento químico de la ecuación, se plantea una ecuación algebraica.

Para el Hierro $x = 2z$ *la cantidad de moléculas de hierro en los reactivos debe ser igual a la cantidad de hierro contenido en la molécula de óxido ferroso producida. Se debe observar que la afirmación anterior debería plantearse como "la cantidad de hierro en los reactivos es igual a la cantidad de hierro en los productos".*

Para el Oxígeno $2y = 3z$ la cantidad de moléculas de oxígeno en los reactivos debe ser igual a la cantidad de oxígeno contenido en las moléculas de óxido férrico producido.

Así el SEL:

$$x = 2z$$

$$2y = 3z$$

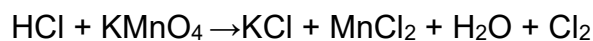
Representa la aplicación de la ley de la conservación de la materia en la reacción, el SEL puede ser escrito en la forma:

$$x - 2z = 0$$

$$2y - 3z = 0$$

Ejemplo 1.

En el siguiente ejemplo podemos observar que a partir de dos compuestos químicos reactantes obtendremos cuatro productos químicos diferentes. Observemos el balanceo algebraico de esta reacción química.



Para este tipo de reacciones, se debe tener los conocimientos de conceptos que definan la formación de múltiples compuestos, se deben conocer las condiciones de la reacción química.

Para balancear esta ecuación se consideraron los siguientes puntos:

i) A cada sustancia de la ecuación química se le asignó una literal como coeficiente y a la flecha de reacción el signo de igual.



En esta reacción, del lado izquierdo hay **A** molécula de HCl y **B** molécula de KMnO₄ y del lado derecho hay **C** moléculas de KCl, **D** moléculas de MnCl₂, **E** moléculas de H₂O y **F** moléculas de Cl₂. Las letras que se utilizan son **A, B, C, D, E, F**, denotan: **A** la cantidad de moléculas de HCl, **B** la cantidad de moléculas de KMnO₄, **C** la cantidad de moléculas de KCl, **D** la cantidad de moléculas de MnCl₂, **E** la cantidad de moléculas de H₂O, **F** la cantidad de moléculas de Cl₂. Cada molécula en particular tiene átomos que constituyen cada una de las moléculas de los reactivos y de los productos.

Balancear significa determinar cuántas moléculas de HCl y KMnO₄ deben de haber para que cada elemento quede equilibrado tanto reactivos como productos.

ii) Para cada elemento químico de la ecuación, se plantea una ecuación algebraica.

Para el Hidrógeno (H) la ecuación $A = 2E$ representa que la cantidad de hidrógeno en la molécula del ácido clorhídrico debe ser igual a la cantidad de hidrógeno presente en la molécula de agua en los productos.

Para el Cloro (Cl) la ecuación $A = C + 2D + 2F$ indica que la cantidad de cloro en la molécula de HCl en los reactivos debe ser igual a la cantidad de cloro en las moléculas que contienen cloro en los productos (cloruro de potasio, cloruro de manganeso y cloro molecular).

Para el Potasio (K) la ecuación $B = C$ señala que la cantidad de potasio en las moléculas de permanganato de potasio en los reactivos debe ser igual a la cantidad de potasio en las moléculas del cloruro de potasio en los productos.

Para el Manganeseo (Mn) la ecuación $B = D$ indica que la cantidad de manganeseo en las moléculas de permanganato de potasio en los reactivos debe ser igual a la cantidad de manganeseo en las moléculas del cloruro manganeseo en los productos.

Para el Oxígeno (O) la ecuación $4B = E$ representa la cantidad de oxígeno en las moléculas de permanganato de potasio en los reactivos debe ser igual a la cantidad de oxígeno en las moléculas de agua en los productos.

Se formaron las siguientes ecuaciones:

$$A = 2E$$

$$A = C + 2D + 2F$$

$$B = C$$

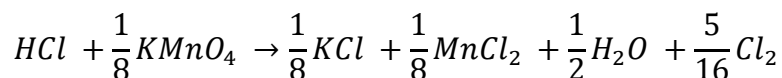
$$B = D$$

$$4B = E$$

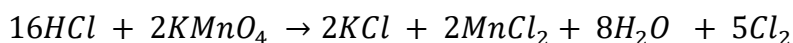
Es un SEL: 5 x 6 (cinco ecuaciones con seis incógnitas).

iii) Resolver este SEL significa determinar los valores de las incógnitas que satisfagan las cinco condiciones o ecuaciones. En este caso una solución lleva a los siguientes valores fraccionarios.

Inicialmente se hizo reaccionar una cantidad de moléculas de HCl con una cantidad de moléculas de $KMnO_4$ y se obtienen como productos moléculas. La solución del SEL pueden ser números fraccionarios, en este caso no significa que sean fracciones de molécula. Deben buscarse las soluciones enteras al sistema. Por ejemplo, la reacción siguiente es válida para estos coeficientes.



Expresada en coeficientes enteros sería:



Observe que la expresión anterior se obtuvo multiplicando todos los coeficientes por 16.

CAPITULO II. Técnicas químicas analíticas

2.1 Análisis Químico Cualitativo.

La Química Analítica es una rama de la Ciencia que trata acerca de la caracterización de las sustancias químicas. Por ello, su objeto lo constituye la materia en todas sus formas, ya sea inanimada o viviente, existente o posible. Su amplitud es enorme, pues abarca desde los átomos más sencillos hasta los productos naturales o sintéticos más complejos.

Este amplio campo hace imprescindible una relación con la práctica totalidad de las ciencias experimentales y con la tecnología industrial, colaborando a la resolución de sus problemas y convirtiéndose en un poderoso auxiliar para su desarrollo e investigación.

El conocimiento de la composición de la materia presenta los aspectos de:

- Identificación de los grupos químicos presentes en ella (moléculas, átomos, iones)
- Determinación de la proporción en la que dichos grupos constituyen la muestra.

Estos campos de acción dan lugar a la clásica división de la Química Analítica en Cualitativa y Cuantitativa. (Mortimer, 1983).

El Análisis Cualitativo tiene por objeto el reconocimiento o identificación de los elementos o de los grupos químicos presentes en una muestra (Douglas A., West D., Holler F., & Crouch S., 2005).

2.2 Análisis Químico Cuantitativo.

El objeto fundamental del *ANÁLISIS QUÍMICO CUANTITATIVO* es el de encontrar la respuesta que nos diga CUÁNTO contiene de uno o varios de los constituyentes de una sustancia dada.

La importancia que esta disciplina tiene dentro de la química, es que permite saber con exactitud las cantidades de las sustancias que toman parte en una reacción y las de los cuerpos resultantes de ella.

“El gran sabio francés Lavoisier, sintió la necesidad de poder pesar con exactitud los cuerpos para conocer el mecanismo de las de las reacciones químicas. Esa inquietud lo llevó a inventar la balanza de precisión, con la que pudo comprobar varias leyes de la química, que hasta entonces habían ya sido descubiertas por científicos de inteligencia privilegiada. Con la invención de la balanza de precisión nació la química cuantitativa...”

El gran significado que el análisis cuantitativo ha tenido y seguirá teniendo, está también en que abarca campos no industriales y se constituye en auxiliar indispensable de otras ciencias, como son la medicina, la bioquímica, la geología, la geoquímica, la farmacia, la agricultura, la oceanografía, etc. (Mortimer, 1983)

Algunas observaciones sobre el estudio del análisis cuantitativo

Para lograr la exactitud en los trabajos analíticos es necesario:

- ✓ ejecutarlos con limpieza, cuidando siempre de mantener en buenas condiciones el material empleado, principalmente aquellos instrumentos que por su naturaleza y función influyen más en los resultados, como son la balanza y la caja de pesas analíticas, las buretas, las pipetas, etc.

- ✓ Llevar con orden y limpieza sus apuntes sobre el método seguido, sin omitir ninguna observación relativa a irregularidades encontradas o a cualquier otro punto que pudiera ser de valor para juzgar el resultado final.
- ✓ La paciencia, atributo que debe caracterizar al químico en su trabajo. En la mayoría de los casos, acelerar el proceso de las operaciones analíticas significa una modificación a los métodos y, por ende, una menor exactitud en los resultados.

En cuanto a la clasificación de los métodos cuantitativos, tenemos los siguientes:

1. Gravimetría
 - a. Gravimetría de cationes
 - b. Gravimetría de aniones

El presente método, es para la obtención del peso en balanza analítica, del compuesto estable que contiene el elemento que se desea cuantear.

2. Volumetría por neutralización
 - a. Acidimetría
 - b. Alcalimetría

Este método, es para medición del volumen de solución valorada (estándar) ácida o alcalina, que neutraliza la solución problema.

3. Volumetría por precipitación
 - a. Argentometría

La base del método es prácticamente trata de medición del volumen necesario para precipitar con exactitud el compuesto correspondiente.

4. Volumetría por formación de complejos
 - a. Complejometría

El presente, es para la medición del volumen necesario de solución valorada, por lo general de un compuesto orgánico, para formar un compuesto complejo con el ión metálico que se cuantea.

5. Volumetría por intercambio de electrones (oxidación-reducción)
 - a. Permanganimetría
 - b. Yodometría
 - c. Dicromatometría
 - d. Cerimetría

Este método, consta de la medición del volumen de solución oxidante valorada, necesario para oxidar exactamente la solución reductora problema, o inversamente (Douglas A., West D., Holler F., & Crouch S., 2005).

Instrumentos y utensilios usados en análisis cuantitativo

En el análisis cuantitativo, para determinar la masa de un cuerpo, que es la que científicamente nos interesa, se debe emplear la balanza analítica, y no la de torsión o la de resortes, así como un juego de pesas analíticas de una exactitud en consonancia con la balanza empleada, la cual deberá darnos valores fidedignos por lo menos de .1 mg.

Tomando en cuenta que en estas condiciones tanto el objeto como las pesas hacen bance con su masa, y que ambos, objeto y pesas, están sujetos a la misma atracción de la gravedad, hemos determinado su masa y su peso, que aunque no son sinónimos, aún para trabajos analíticos muy exactos se pueden tomar como iguales, siempre y cuando la operación se haya efectuado equilibrando en balanza analítica la masa desconocida del cuerpo investigado, con la masa conocida de las pesas empleadas (Brown T., Lemay H., Bursten B., & Burdge J. , 2004).

Esto puede expresarse también basándose en la relación de Newton:

$$f = m * g$$

En la que

f = peso del objeto, debido a la fuerza de la gravedad

m = masa del objeto

g = aceleración debida a la gravedad

Para la balanza analítica la anterior relación puede escribirse:

$$P = m * g$$

Donde

P = peso del objeto

M = masa del objeto

G = aceleración debida a la gravedad

- **Balanza analítica.**- es el instrumento más importante en el análisis cuantitativo, permite hacer pesadas hasta de 200 g con exactitud de +- 0.1 mg. Existen varios tipos de balanzas analíticas, siendo más común el representado en la **Ilustración 1**;

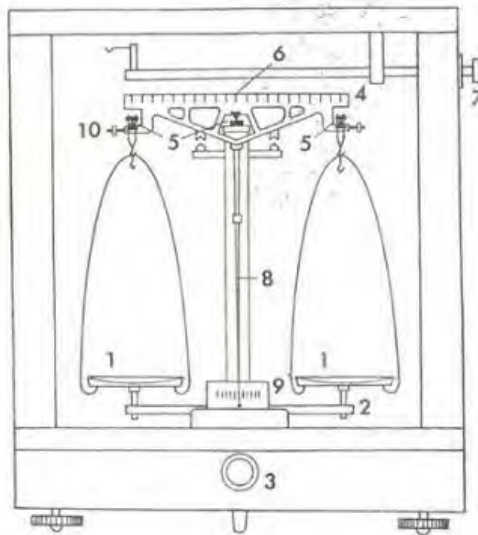


Ilustración 1. 1.- Platillos; 2.- Freno de los platillos; 3.-Botón de control de los platillos y del brazo; 4.-Escala para jinete; 5.-Cuchillas y placas de ágata; 6.-Brazo de palanca; 7.-Corredera manual para el jinete; 8.-Aguja indicadora del punto cero; 9.-Escala del punto cero; 10.-Tornillos de ajuste del balance.

consiste esencialmente de una caja de vidrio que se abre por la parte delantera por medio de una puerta que se desliza verticalmente y que está balanceada con

contrapesos para permitir se mantenga a la altura deseada. La mayor parte de los tipos de balanzas analíticas están provistos de puertas laterales que permiten la cómoda introducción de los objetos por pesar y las pesas. La citada caja de vidrio descansa sobre una placa de mármol, de pizarra o de vidrio, y el conjunto se apoya sobre la mesa mediante dos tornillos y un pie, que facilitan el colocar el instrumento en posición horizontal; ésta se comprueba mediante un nivel de burbuja o una plomada.

- **Caja de pesas.**- tanta o mayor importancia que a la balanza, debe darse a la caja de pesas analíticas o sea la caja de pesas empleada en análisis cuantitativo, puesto que de su exactitud depende fundamentalmente el resultado que se obtenga en los análisis.

La caja de pesas analítica más comúnmente empleada, tiene la siguiente distribución:

Pesas de gramos:

100, 50, 20, 10, 10,5, 2, 2, 1.

Pesas de miligramos:

500, 200, 100, 100, 50, 20, 10, 10, 5, 2,

- **Recipientes y utensilios de vidrio.** Vidrio especial, resistente a la acción de sustancias químicas, principalmente las soluciones alcalinas, y más aún si son concentradas y en caliente, tienden a atacar el vidrio solubilizando los silicatos por efecto hidrolítico.

Los utensilios de vidrio más usados en análisis gravimétricos son los siguientes:

- Vasos cilíndricos
- Vasos cónicos
- Matraces Erlenmeyer
- Balones
- Pissetas
- Probetas graduadas
- Cápsulas

- Pesa filtros (pesa muestra)
- Embudos
- Filtros de fondo poroso
- Frascos para filtración al vacío
- Alargaderas porta crisoles
- Vidrios de reloj (varios diámetros)
- Desecadores
- Varilla de vidrio
- Tubo de vidrio (etc)

- **Recipientes y utensilios de porcelana**

Los utensilios de porcelana más usados en el análisis son las cápsulas y crisoles; las primeras tienen muy diversas formas y tamaños: desde la pequeña en forma de media esfera, con 20 ml de capacidad, hasta la de 600 ml.

Otros de los utensilios muy empleados en el análisis son los crisoles de porcelana, de calidad similar a la empleada en las cápsulas; pueden tener diversos perfiles, pero los más comunes con el crisol con tapa y crisol de Gooch para filtraciones.

- **Mecheros.**

Para el calentamiento con flama de gas se emplean en los laboratorios mecheros de varios tipos, de los cuales el más común es el Bunsen fig. 12, para temperaturas más elevadas se emplean los mecheros Teclu fig. 13, mismos en los que se puede regular la entrada de aire mediante un disco giratorio, así como la de gas, con un tornjillo. El mechero Fisher de la fig. 14, tiene un dispositivo especial para la administración dl gas, y es un modelo mejorado del tipo Meker (**Ilustración 2**). (Douglas A., West D., Holler F., & Crouch S., 2005)



*Ilustración 2 mecheros más utilizados en la Química Analítica.
(Brown T., Lemay H., Bursten B., & Burdge J. , 2004)*

- **Estufas.-** está constituida por una caja metálica de cobre o de aluminio, con una puerta en el frente. Estas estufas están calentadas con gas o por resistencia eléctrica (**Ilustración 3**). Las temperaturas máximas que alcanzan generalmente no pasan de 250°C, pero ordinariamente se ajustan para temperaturas entre 100-110°C

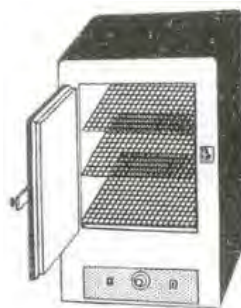


Ilustración 3 Estufa eléctrica.

- **Hornos y muflas.-** para calentar una sustancia a temperatura elevada se emplean los hornos o muflas de calefacción eléctrica (**Ilustración 4**), provistos de un pirómetro de termopar y de una resistencia variable para

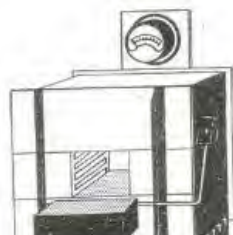


Ilustración 4 Horno o mufla de calefacción.

regular la temperatura. La temperatura alcanzada en estos aparatos no pasa generalmente de los 100°C.

- **Desecadores.-** con objeto de enfriar los crisoles, capsulas, pesafiltros, etc., antes de ser pesados, en una atmósfera libre de vapor de agua, se emplean los desecadores (**Ilustración 5**), los cuales son aparatos que constan de un recipiente de vidrio o de aluminio, cerrado mediante una tapa con ajuste esmerilado; en la parte inferior del recipiente se pone un cuerpo deshidratante, con objeto de mantener la atmósfera prácticamente libre de humedad.

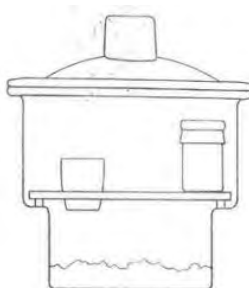


Ilustración 5 Desecador.

- **Pisetas.-** constituido por un matraz de fondo plano de un litro de capacidad, el cual lleva un tapón de caucho horadado provisto de dos tubos de vidrio de 6 a 8 mm de diámetro exterior (**Ilustración 6**). La piseta sirve fundamentalmente para bajar los precipitados del recipiente que los contiene, al filtro, para lavarlos sobre éste; generalmente se usa con agua destilada. En algunos casos particulares el líquido del lavado puede ser alguna solución especial.



Ilustración 6 Piseta.

Cabe mencionar que los instrumentos y utensilios ya señalados, son solo parte fundamental para la praxis de esta materia, sin embargo, existe una gama amplia de materiales y equipos que permiten un mejor desempeño en el laboratorio de manera rápida y eficaz.

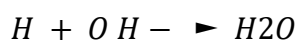
CAPITULO III. Métodos Volumétricos

3.1 Peso equivalente. Normalidad

Las definiciones de “peso equivalente” y de “normalidad” son esencialmente las mismas para todos los casos del análisis volumétrico; sin embargo, es más fácil comprender sus aplicaciones tratándose de reacciones en las que los elementos no cambian de valencia, como son las reacciones por sustitución, cuyo ejemplo más sencillo lo encontramos en las reacciones de neutralización; tratándose de proceso de oxidación-reducción, la comprensión del sistema de calcular es menos fácil para el principiante, debido a los cambios de valencia que sufren los iones.

Por este motivo, al estudiar en este capítulo los métodos para efectuar los cálculos volumétricos, nos referiremos únicamente a reacciones de sustitución, con el fin de hacer más comprensibles aquéllos; posteriormente no habrá dificultad en comprender la aplicación de estos mismos cálculos a los métodos de oxidación-reducción.

En una reacción volumétrica de neutralización, la reacción fundamental expresada teóricamente es:



Indica que el peso equivalente del hidrógeno (1.008g) reacciona estequiométricamente neutralizando el peso equivalente de un hidroxilo (17.008), para dar lugar a la formación de una molécula de agua. Lo que esta reacción del ión hidrógeno representa a un ácido monobásico y el ión hidroxilo a una base monovalente, pudiendo escribirse entonces:



es decir, que el peso molecular del ácido clorhídrico (36.46), o sea su peso equivalente, reacciona exactamente con el peso molecular del hidróxido de sodio

(40.00), que también es su peso equivalente. Si se tiene una solución de ácido clorhídrico que contenga, por litro, 36.46 g del ácido esa solución, de acuerdo con la definición, es una solución normal; por otra parte, una solución de hidróxido de sodio con 40.00 g por litro, es también una solución normal; ambas son equivalentes entre sí, puesto que las cantidades de ácido y de hidróxido son capaces de reaccionar cuantitativamente, es decir, de neutralizarse; por lo tanto, si se mezclan entre sí, un litro de la solución normal del ácido con un litro de la solución normal de la base, se obtendrán dos litros de solución neutra (suponiendo que al mezclar no hay variación de volumen) (Risteski, 2007).

3.2 Titulación de las soluciones

En la determinación de la normalidad o titulación de las soluciones, los casos más comunes son los siguientes:

Un peso conocido de una sustancia Q. P. se hace reaccionar con la solución en cuestión, y se relaciona el peso de aquella con el volumen empleado de ésta.

Un volumen de la solución que se titula se hace reaccionar cuantitativamente con el volumen correspondiente de una solución de título conocido. Se valora gravimétricamente la sustancia contenida en la solución cuyo título se desea conocer, y se relaciona a la normalidad (Brown T., Lemay H., Bursten B., & Burdge J., 2004).

A continuación se encuentran algunos ejemplos numéricos concernientes a estos casos.

Ejemplo. Con carbonato de sodio puro y seco se determina la normalidad de una solución de ácido clorhídrico, obteniéndose los datos siguientes:

Peso de carbonato de sodio empleado 0.2348 g y el volumen de la solución ácida requerida para neutralizar el carbonato de 39 mililitros.

El peso equivalente del carbonato de sodio es la mitad de su peso molecular, Na_2CO_3 106 g, o sea 53. ¿Cuál será la Normalidad de la solución?

$$Normalidad = \frac{0.2348 \text{ g}}{\frac{106 \text{ g/mol}}{2} \times 0.039 \text{ ml}} = 0.1135 \text{ normal}$$

En general, el cálculo de la normalidad en casos similares al anterior se hará según la siguiente fórmula general:

$$Normalidad = \frac{ms}{P_{eq} \times V_{sol}}$$

$$Normalidad = \frac{ms}{\frac{Ms}{\#eq} \times V_{sol}}$$

$$\# \frac{eq}{1000} = me$$

me = miliequivalentes

En general, el cálculo de la normalidad en casos similares al anterior se hará según la siguiente fórmula general:

3.3 Normalidad de una solución obtenida por mezcla de dos o más soluciones

Ejemplo. Mezcla de dos soluciones de diferente normalidad, pero de la misma sustancia.

Se mezclan 800 ml de solución de NaOH, 0.2530 N, con 200 ml de solución también de NaOH, 0.9229 N; ¿cuál es la normalidad de la solución resultante?

Se convierten los 800 ml en normales, multiplicándolos por su normalidad, y lo mismo se hace con los 200 ml con la Normalidad correspondiente.

$$N_1V_1 + N_2V_2 = N_3V_3$$

$$C_1V_1 + C_2V_2 = C_3V_3$$

$$800 \text{ ml} \times 0.2530 \text{ N} = 202.40 \text{ meq}$$

$$200 \text{ ml} \times 0.9220 \text{ N} = 184.40 \text{ meq}$$

$$202.40 \text{ meq} + 184.40 \text{ meq} = 386.80 \text{ meq}$$

$$\frac{386.80 \text{ meq}}{1000 \text{ ml}} = 0.3868 \text{ N}$$

Si aplicamos la ecuación:

$$N_1V_1 + N_2V_2 = N_3V_3$$

Obtenemos:

$$(0.2530 \text{ N} \times 800 \text{ ml}) + (0.9220 \times 200 \text{ ml}) = N_3 \times 1000 \text{ ml}$$

$$N_3 = \frac{386.80}{1000} = 0.3868 \text{ Normal}$$

3.4 Dilución con agua, de una solución de normalidad conocida, para llevar a otra normalidad deseada.

|

En algunos casos se desea obtener, por dilución de una solución concentrada, otra solución de determinada normalidad, bien sea para que ésta quede expresada en números redondos, o bien para que su concentración tenga determinado título, expresado en términos de un compuesto o elemento.

Ejemplo. Se desea diluir un volumen de 700 ml de una solución 0.1208 N para obtener una solución exactamente decinormal.

¿Qué volumen de agua es necesario añadir a aquél?

Teniendo en cuenta que toda solución normal contiene un miliequivalente por mililitro (cualquiera que sea la sustancia disuelta), los 700 ml contendrán $700 \times 0.1208 \text{ N} = 84.56 \text{ m.e.}$ Si esta solución se diluye, el número total de miliequivalentes no se modificará, y sólo variará la relación con respecto al volumen. Para obtener la solución 0.1 N deseada, bastará con buscar el volumen total que, conteniendo 84.56 m.e., a cada mililitro le corresponda 0.1 de m.e. Como ya se tienen 700 ml de la solución, se deberán agregar $845.6 - 700 = 145.6 \text{ ml}$ de agua. El mismo cálculo se puede hacer aplicando directamente la fórmula:

$$N_1V_1 = N_2V_2$$

$$0.1208 N \times 700 \text{ ml} = 0.1000 N \times V_2$$

$$V_2 = \frac{0.1208 N \times 700 \text{ ml}}{0.1000 N} = 845.6 \text{ ml}$$

$$845.6 \text{ ml} - 700 \text{ ml} = 145.6 \text{ ml que se agregarían}$$

3.5 Preparación de una solución de determinada normalidad, mezclando dos soluciones.

Se presenta a menudo el caso en los laboratorios de tener que preparar una solución de normalidad deseada, mezclando volúmenes de dos soluciones, una más concentrada y otra más diluida que la que se desea obtener. El número de miliequivalentes contenidos en el volumen de la solución que se desea, debe ser igual a los miliequivalentes de las dos soluciones que se mezclan; el cálculo del volumen de cada una de ellas se efectúa algebraicamente en la forma siguiente;

A = Normalidad de la solución concentrada

B = Normalidad de la solución diluida

C = Normalidad de la solución deseada

x = volumen de la solución A

y = volumen de la solución B

m = volumen deseado de la mezcla

$$Ax + By = Cm$$

$$x + y = m$$

x + y = m si multiplicamos por -B esta ecuación obtenemos;

$$-Bx - By = -Bm$$

$$Ax + By = Cm$$

$$Ax - Bx = Cm - Bm$$

$$x(A - B) = m(C - B)$$

$$x = \frac{m(C - B)}{(A - B)}$$

También podemos despejar y:

$$Ax + By = Cm$$

x + y = m si multiplicamos por -A esta ecuación obtenemos;

$$-Ax - Ay = -Am$$

$$Ax + By = Cm$$

$$By - Ay = Cm - Am$$

$$y(B - A) = m(C - A)$$

$$y = \frac{m(C - A)}{B - A}$$

Ejemplo. Se tienen dos soluciones de la misma sustancia: una es 0.1224 N y la otra 0.0826 N. Se desea obtener un litro de solución 0.1 N exactamente. Se pregunta: ¿qué volúmenes deberán mezclarse de cada una de las dos soluciones?

$$y = \frac{m(C - A)}{(B - A)}$$

$$y = 1 \text{ lt} \frac{(0.1 \text{ N} - 0.1224 \text{ N})}{(0.0826 - 0.1224)} = 0.5628 \text{ lt}$$

$$x + y = m$$

$$x = m - y$$

$$x = 1 \text{ lt} - 0.5628 \text{ lt} = 0.4372 \text{ lt}$$

O sea, que se mezclan 562.81ml de solución B con 437.19 ml de solución A, estos son los volúmenes necesarios para mezclar la solución más diluida y la más concentrada, respectivamente, para obtener un litro de solución exactamente 0.1 N. (Douglas A., West D., Holler F., & Crouch S., 2005)

3.6 Determinación del porcentaje de un compuesto en una sustancia dada

El porcentaje de pureza de una sustancia puede ser determinado volumétricamente, si se conocen la normalidad y el volumen de la solución empleada en la titulación y el peso de la muestra analizada.

Ejemplo. Para determinar el porcentaje de NaOH en una muestra, con solución aproximadamente normal de ácido clorhídrico, se pesan 0.8250 g del producto, los cuales requieren 18 ml de la solución de ácido, que es 1.0335 N.

Como cada mililitro de una solución normal corresponde a un miliequivalente, el número de mililitros empleados, multiplicado por el miliequivalente del hidróxido de sodio, nos dará el número de miliequivalentes, en gramos, del hidróxido contenido en la muestra que se pesó; téngase en cuenta que es necesario multiplicar el volumen de ácido por su normalidad para obtener mililitros normales, y con éstos efectuar el cálculo:

$$\text{Normalidad} = \frac{ms}{\text{Peq} \times V_{\text{sol}}}$$

$$\text{Peq} \times V_{\text{sol}} \times N = ms$$

$$0.040 \times (18 \text{ ml} \times 1.0335 \text{ N}) = 0.7441 \text{ g de NaOH}$$

Cantidad contenida en 0.8250 g de la muestra, corresponden al 100% de la muestra, ¿Entonces 0.7441 g de muestra a que porcentaje pertenece?

0.8250 g > 100% entonces 0.7441 g ¿A qué porcentaje pertenece?

$$\frac{0.7441 \text{ g} \times 100\%}{0.8250 \text{ g}} = 90.19\%$$

Se puede establecer una fórmula general para casos similares:

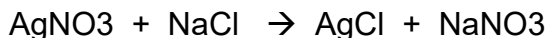
$$\frac{\text{meq} \times V_{\text{sol}} \times N \times 100}{P} = \%$$

CAPITULO IV. Métodos Gravimétricos

4.1 Análisis Gravimétrico

Con objeto de comprender claramente el sistema fundamental para efectuar los cálculos numéricos en el análisis gravimétrico, es conveniente atender a un hecho elemental, pero de gran importancia, que se relaciona con las ecuaciones químicas. Un cambio en la naturaleza química de las sustancias se representa mediante una ecuación; pero ésta no sólo nos indica ese cambio, sino también las cantidades de cada uno de los elementos o compuestos que en el fenómeno intervienen (Douglas A., West D., Holler F., & Crouch S., 2005).

Así, por ejemplo, la reacción;



No únicamente nos dice que el nitrato de plata al reaccionar con el cloruro de sodio produce cloruro de plata y nitrato de sodio, que sería una indicación puramente cualitativa, sino que dicha reacción expresa también las cantidades relativas que de cada una de las sustancias reaccionantes intervienen.

Ejemplo. Para determinar la cantidad de plata contenida en el nitrato de plata impuro, se disuelve convenientemente, la plata se precipita al estado de cloruro, el cual se filtra, se lava y seca. El peso del precipitado obtenido fue de 0.8250 g de AgCl.

La siguiente proporción nos indica la forma de hacer el cálculo de la cantidad de plata contenida en la muestra:

$$\text{AgCl} : \text{Ag} = 0.8250 : x$$

$$143.13 : 107.88 \rightarrow 0.8250 : x$$

$$Ag = \frac{107.88 \times 0.8250}{143.13} = 0.6209 \text{ g}$$

4.1.1 Cálculo de porcentos

El ejemplo puesto anteriormente se refiere, como hemos dicho, al cálculo gravimétrico más simple, pero por lo general es necesario calcular, no la cantidad absoluta del elemento contenido en una muestra analizada, sino la cantidad relativa, es decir, en comparación con los demás componentes de la muestra. En otras palabras, es necesario indicar el porcentaje del elemento en cuestión, y por ello es preciso conocer además el peso de la muestra empleada en el análisis.

Ejemplo. Supongamos que la cantidad de muestra utilizada en el análisis del ejemplo anterior sea de 2 g exactamente. Entonces estableceremos la siguiente proporción, basada en la misma cantidad de plata obtenida antes:

$$2 \text{ g} : 0.6209 = 100 : x$$

$$\frac{0.6209 \times 100}{2} = 31.045 \% \text{ de Ag}$$

El cálculo del primer ejemplo unido al cálculo del segundo, nos dará directamente el porcentaje de plata en la muestra que se analiza; las dos proporciones establecidas pueden reunirse en una sola.

$$\frac{F \times P \times 100}{M} = \%$$

F = Factor Gravimetrico
P = peso del precipitado
M = Peso de la muestra

$$\frac{0.7526 \times 0.8250 \times 100}{2} = 31.045\%$$

Ejemplo. Se desea conocer el porcentaje de FeO en una muestra, y para ello se pesan 5.1586 g del producto; el Hierro se precipita al estado de hidróxido férrico, el cual se calcina y se pesa como Fe₂O₃ de éste se obtiene 0.2580g. Aplicando la fórmula general anterior y sustituyendo valores, tenemos:

$$\frac{0.8998 \times 0.2580 \times 100}{5.1586} = 4.5\%$$

4.1.2 Análisis indirectos

En análisis cuantitativo se dice que una determinación es indirecta, cuando la cantidad o por ciento de un constituyente se obtiene sin necesidad de pesar separadamente el precipitado que pueda dar esa substancia, sino que se calcula basándose en ciertos datos analíticos.

El cálculo más sencillo de un análisis indirecto lo encontramos en el caso de una mezcla de dos componentes cuyo peso total se conoce, y en la que se determina sólo uno de ellos; por simple diferencia mostrando “indirectamente” el peso del otro constituyente (Chang, 2007).

Ejemplo. Para cuantificar fierro y aluminio en una muestra, se pesan 3 g de ella; los dos elementos se precipitan como hidróxidos y se pesan juntos como Fe₂O₃ y Al₂O₃, obteniéndose 0.4552 g de ambos; en esta forma se cuenta el fierro, del cual se obtienen 0.3150 g de Fe₂O₃.

¿Cuál es el porcentaje de Fe y de Al en la muestra analizada?

Si de la mezcla de los dos óxidos, 0.3150 g se refieren a Fe₂O₃, 0.4552 – 0.3150 = 0.1402, corresponderá a Al₂O₃.

El cálculo del porcentaje de Fe se hace aplicando la fórmula general ya conocida:

$$\frac{F \times 0.3150 \times 100}{3} = 7.34\%$$

y análogamente, el porcentaje de aluminio será:

$$\frac{F \times 0.1402 \times 100}{3} = 2.47\%$$

Otro tipo de análisis indirecto es aquel en que teniendo una mezcla cuyo peso se conoce, de dos o más constituyentes, éstos se transforman en otros compuestos para obtener un nuevo peso de la mezcla, en la que los pesos moleculares de los componentes no sólo son diferentes entre sí, sino también diferentes del peso molecular de las sustancias de la mezcla original. A un cuando teóricamente es factible establecer tantas ecuaciones simultáneas como componentes existan en la mezcla, prácticamente se obtienen resultados exactos sólo cuando el número de componentes no es mayor de dos. Así, por ejemplo, en una mezcla pura de NaCl y de KCl, es posible conocer la cantidad de cada uno de ellos si se determina previamente el peso total de la mezcla, y después el peso de cloruro de plata que se obtenga del cloro de ambos cloruros.

$x = \text{peso de NaCl}$

$y = \text{peso de KCl}$

$a = \text{peso de la mezcla de NaCl y KCl}$

$b = \text{peso del producto AgCl}$

los factores respectivos son;

$$\frac{\text{AgCl}}{\text{NaCl}} = m \quad y \quad \frac{\text{AgCl}}{\text{KCl}} = n$$

$$x + y = a$$

$$mx + ny = b$$

$$-nx - ny = -na$$

$$mx + ny = b$$

$$(m - n)x = b - na$$

$$x = \frac{b - na}{m - n} = \frac{b}{(m - n)} - \frac{na}{(m - n)}$$

Los valores de b, a, m, n,... son conocidos.

Ejemplo. Se tiene una mezcla de cloruro de sodio y de cloruro de potasio que pesa 1.0000 g. Estos cloruros, al ser transformados en sulfatos, dan 1.1980 g. ¿Cuál es la cantidad de cada uno de los cloruros en la mezcla original?

$$\frac{NaSO_4}{2NaCl} = 1.2151$$

$$\frac{KSO_4}{KCl} = 1.1687$$

$$\text{si; } \quad x + y = 1.000$$

$$\text{Entonces; } \quad mx + ny = 1.1980$$

Eliminar por cualquier método de eliminación o matrices una variable y despejar la otra, para conocer un de las dos variables, primeramente.

CAPITULO V. Métodos Instrumentales

5.1 Métodos cromatográficos

En 1906, el botánico Ruso M. Tswett realizó un experimento que condujo al descubrimiento de lo que hoy conocemos como cromatografía. Colocó un extracto de pigmentos vegetales en la parte superior de una columna de vidrio rellena de carbonato de calcio (CaCO_3). Al agregar éter, observó que la mezcla original se separaba en diversas bandas coloridas que descendían a través de la columna a diferentes velocidades.

Un rasgo característico de la cromatografía es la presencia de dos fases; dispuestas de tal manera que mientras una permanece estacionaria dentro del sistema (fase estacionaria), la otra se desplaza a lo largo de él (fase móvil). La clave de la separación en cromatografía es que la velocidad con la que se mueve cada sustancia depende de su afinidad relativa por ambas fases (equilibrio de distribución). En el experimento de Tswett, la separación de los pigmentos vegetales se logró gracias a que cada uno de ellos tenía una afinidad diferente por las fases. En general, los componentes más afines a la fase estacionaria avanzan lentamente (más retenidos) mientras que los más afines a la fase móvil (menos retenidos) se mueven con mayor rapidez. Por consecuencia, el medio cromatográfico (columna, placa o papel) funciona como un controlador de la velocidad de cada sustancia que constituye la mezcla, logrando así su separación y mediante el uso de un detector, su caracterización química. (México, 2007).

5.1.1 Cromatografía líquida.

La fase móvil es un disolvente o mezcla de disolventes y la fase estacionaria un sólido que interactúa con las sustancias que se desea separar (cromatografía

líquido-sólido), o bien un líquido inmisible con la fase móvil, depositado en la superficie de un sólido (cromatografía líquido-líquido). Esta forma de cromatografía puede realizarse con diferentes arreglos experimentales: en columna, en capa delgada o en papel. En el primer caso, la fase estacionaria se encuentra relleno de un tubo; en el segundo, se dispersa sobre una lámina de vidrio o aluminio formando un lecho de espesor uniforme; en la cromatografía en papel, la fase estacionaria es la solución acuosa contenida en el interior de las celdas formadas por las fibras de la celulosa, y es por tanto una forma de cromatografía líquido-líquido. (México, 2007)

5.1.2 Cromatografía de gases

En este caso la fase móvil es un gas inerte (helio o nitrógeno) y la fase estacionaria es un sólido (cromatografía gas-sólido) o un líquido “sostenido” por un sólido inerte (cromatografía gas-líquido). Este tipo de cromatografía siempre es en columna, ya que es la única manera de que la fase móvil gaseosa se mantenga fluyendo, confinada dentro del sistema. La columna puede estar rellena con la fase estacionaria, en forma semejante a la cromatografía líquida, o bien la fase estacionaria puede depositarse sobre las paredes de un tubo muy delgado (0.25mm de diámetro) y largo (hasta 100m). Este tipo de columnas se conocen como columnas capilares y proporcionan la mayor capacidad de separación. (México, 2007)

5.1.3 Parámetros teóricos que afectan la separación cromatográfica

El comportamiento cromatográfico de un soluto puede describirse de diversas formas. Considero ahora importante introducir las definiciones de algunos términos importantes para la cromatografía en columna (ver figura 1), como son:

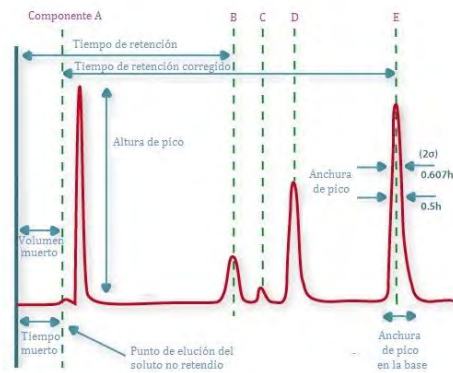


Ilustración 7 Curva de elución que se obtiene en una cromatografía.

Tiempo de retención, t_r . El tiempo que un soluto permanece en la columna, se mide desde el momento de la inyección hasta la elusión del pico máximo. Es característico del soluto para condiciones de operación constantes. Auxiliar en la identificación de los solutos.

Tiempo muerto, t_o . El tiempo requerido para eluir un soluto que no se retiene en la fase estacionaria. Tiempo que un soluto permanece en fase móvil. Representa el espacio vacío de la columna.

Tiempo de retención ajustado, t'_r . Mide el tiempo que el componente permanece en fase estacionaria. $t'_r = t_r - t_o$.

Ancho a la base, W_b . Es la porción de la línea base intersectada por las tangentes al pico. Para un pico gaussiano es igual a 4σ . Tradicionalmente usado en el cálculo de la eficiencia del sistema.

Ancho a la mitad de la altura, $W_{0.5}$. Una medida más reproducible, adecuada para evaluar manualmente la eficiencia del sistema (platos teóricos). Número de platos

teóricos (N). Cada plato teórico representa un equilibrio teórico de distribución del soluto entre las fases. El número total de platos teóricos de una columna representa el poder de separación de la columna. Una buena columna tiene un número alto de platos teóricos. Se calcula con cualquiera de las ecuaciones:

$$N = 16\left(\frac{t_r}{W_b}\right)^2 = 5.545\left(\frac{t_r}{W_{1/2}}\right)^2 = 2\pi\left(\frac{t_r}{\text{Area/Altura}}\right)^2$$

5.2 Métodos de espectroscopia de absorción atómica

5.2.1 Definición

La espectroscopia de absorción atómica (a menudo llamada AA) es un método instrumental de la Química analítica que determina una gran variedad de elementos metálicos al estado fundamental como analitos.

Descripción. Es un método instrumental que está basado en la atomización del analito en matriz líquida y que utiliza comúnmente un nebulizador pre-quemador (o cámara de nebulización) para crear una niebla de la muestra y un quemador con forma de ranura que da una llama con una longitud de trayecto más larga. La niebla atómica es desolvatada y expuesta a una energía a una determinada longitud de onda emitida ya sea por una Lámpara de Cátodo hueco construida con el mismo analito a determinar o una Lámpara de Descarga de Electrones (EDL). Normalmente las curvas de calibración no cumplen la Ley de Beer-Lambert en su estricto rigor. La temperatura de la llama es lo bastante baja para que la llama de por sí no excite los átomos de la muestra de su estado fundamental. El nebulizador y la llama se usan para desolvatar y atomizar la muestra, pero la excitación de los átomos del analito es hecha por el uso de lámparas que brillan a través de la llama a diversas longitudes de onda para cada tipo de analito. En AA la cantidad de luz absorbida después de pasar a través de la llama determina la cantidad de analito existente en la muestra. Hoy día se utiliza frecuentemente una mufla de grafito (u horno de grafito) para calentar la muestra a fin de desolvatarla y atomizarla,

aumentando la sensibilidad. El método del horno de grafito puede también analizar algunas muestras sólidas o semisólidas. Debido a su buena sensibilidad y selectividad, sigue siendo un método de análisis comúnmente usado para ciertos elementos traza en muestras acuosas (y otros líquidos). Otro método alternativo de atomización es el Generador de Hidruros (Pérez, 2011).

Para explicar o definir esta técnica, basta analizar su título o enunciado.

Espectro, que se refiere a radiaciones electromagnéticas, o sea, luz monocromática, caracterizada por una frecuencia o un número de onda o una longitud de onda. El término opuesto es la colorimetría de filtros, que emplea luz no monocromática, sin posibilidad de barrer el espectro.

Fotometría, es decir, medición de luz o energía radiante en cuanto a su intensidad. El término opuesto es la espectroscopia basada en el estudio de distribución de espectro.

Absorción, que indica que se mide la luz absorbida por la muestra. El concepto opuesto es la emisión.

Atómica, ya que los átomos son los causantes de esta absorción de luz monocromática, que se mide.

Todo átomo situado en un nivel de baja energía es capaz de absorber unas determinadas radiaciones pasando a un nivel energético superior, o bien, situado en este nivel, es capaz de emitir la misma energía.

Absorción



Emisión

La absorción obedece a las leyes de Lambert-Beer que relacionan su magnitud con la concentración y espesor del medio absorbente.

$$A = -\log T = K \cdot c \cdot Z$$

Donde A representa la absorción; T, la transmisión; K, una constante; c, la concentración, y Z, el espesor.

Ello permite la utilización del método de análisis cuantitativo que se ajusta al siguiente esquema (Figura 2).

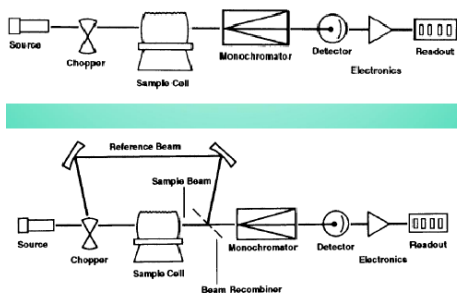


Figura 2. Esquema del espectrofotómetro de absorción atómica (<https://www.monografias.com/trabajos106/absorcion-y-emision-radiacion-electromagnetica/absorcion-y-emision-radiacion-electromagnetica2.shtml>).

5.2.2 Características del funcionamiento de los atomizadores de llama

Señal de salida

La señal del detector aumenta al máximo algunos segundos después de la ignición y cae rápidamente a cero cuando los productos de atomización salen fuera.

Atomización en vapor frío

La técnica de vapor frío solamente aplicable a la determinación de mercurio ya que es el único elemento metálico que tiene una presión vapor apreciable a temperatura ambiente.

Fuentes de radiación

Los métodos analíticos basados en la absorción atómica son potencialmente muy específicos, ya que las líneas de absorción atómica son considerablemente estrechas (de 0,002 a 0,0005 nm) y las energías de transición electrónica son específicas de cada elemento.

Lámpara de cátodo hueco

Este tipo de lámparas consiste en un ánodo de wolframio y un cátodo cilíndrico cerradas herméticamente en un tubo de vidrio lleno con neón / argón a una presión de 1 a 5 torr. El cátodo está constituido con el metal cuyo espectro se desea obtener, o bien, sirve de soporte para una capa de dicho metal. Una parte de estos átomos se excitan con la luz que pasa a través de ellos y, de este modo, al volver al estado fundamental emiten su radiación característica, los átomos metálicos se vuelven a depositar difundiendo de nuevo hacia la superficie del cátodo o hacia las paredes del vidrio. La configuración cilíndrica del cátodo tiende a concentrar la radiación en una región limitada del tubo metálico, este diseño aumenta la probabilidad de que la redistribución sea en el cátodo y no sobre la pared del vidrio.

Instrumentos de haz sencillo

Consiste en una fuente de cátodo hueco, un contador o una fuente de alimentación de impulsos, un atomizador, un espectrofotómetro sencillo de red de difracción y un detector. El haz de luz proveniente de la fuente pasa directamente a través de todos los componentes del instrumento hasta llegar al detector.

Instrumentos de doble haz

Básicamente consta de las mismas partes que el sistema de haz sencillo, sólo que el haz que proviene de la fuente de cátodo hueco se divide mediante un contador reflejante y un divisor de haz, una mitad pasa a través de la llama y la otra es enviada por un paso óptico interno. Los dos haces se encuentran nuevamente en el mismo camino óptico mediante un espejo semiplatedado o recombinador antes de entrar al monocromador.

Monocromadores

Existen diversas combinaciones y distribuciones de los componentes ópticos dentro de un monocromador que buscan optimizar la calidad del espectro generado. Las más comunes son las denominadas, prisma de Nicoll o el de Litrow y Zerny-Turner para sistemas convencionales con redes de difracción holográficas. También se están comenzando a utilizar monocromadores con redes Echelle.

Detectores

El detector es el dispositivo encargado de captar la señal óptica proveniente del monocromador y transformarlo en una señal electrónica capaz de ser convertida en un valor legible. El más común es el fotomultiplicador, tubo de vacío provisto de placas fotosensibles que recibe los fotones, los convierte en impulsos electrónicos y multiplica hasta obtener la suficiente intensidad eléctrica. En años recientes se están utilizando también los detectores de estado sólido CCD, de alta sensibilidad asociados a los monocromadores Echelle.

Interferencias

Se producen cuando la absorción o emisión de una especie interferente se solapa o aparece muy próxima a la absorción o emisión del analito, de modo que su resolución por el monocromador resulte imposible. Las interferencias químicas se producen como consecuencia de diversos procesos químicos que ocurren durante la atomización y que alteran las características de absorción del analito. Dado que las líneas de emisión de las fuentes de cátodo hueco son muy estrechas es rara la interferencia debida a la superposición de las líneas, para que exista esta interferencia la separación entre las dos líneas tiene que ser menor a $0,1 \text{ \AA}$. Algunos instrumentos poseen Slit (rendija) y monocromadores muy finos que pueden discernir en $0,1 \text{ nm}$ de diferencia. Algunas matrices presentan señal de ruido que se elimina con el background del instrumento permitiendo resultados (Pérez, 2011).

CAPITULO VI. Bibliografía

Bibliografía

Brown T., L., Lemay H., E., Bursten B., E., & Burdge J., R. (2004). *Química, la Ciencia Central. 9na Ed.* Pearson, México.

Chang, R. (2007). *Química 9na Edición.* Editorial Mc Graw Hill.

Douglas A., S., West D., M., Holler F., J., & Crouch S., R. (2005). *Fundamentos de Química Analítica, 8va edición.* Thompson.

Jensen, W. (2003). "The origin of stoichiometry problems". *Journal of Chemical Education.*

México, U. N. (Diciembre de 2007). *depa.fquim.unam.m.* Obtenido de http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/M.Cromatograficos_6700.pdf

Mortimer, C. E. (1983). *Química General.* Muhlenber College: Iberoamericana.

Mortimer., C. E. (1983 y 1992). *Química General (Muhlenberg College).* Editorial Iberoamericana.

PÉREZ, G. P. (2011). *Espectrometría de absorción atómica.* Obtenido de http://llamados.ancap.com.uy/docs_concursos/ARCHIVOS/2%20LLAMADOS%20FINALIZADOS/2011/REF%2022_2011%20TECNICO%20LABORATORIO%20LUBRICANTES/MATERIAL%20DE%20ESTUDIO/ESPECTROSCOPIA.PDF

Risteski, I. B. (2007). "A New Approach to Balancing Chemical Equations (Solved)". En *SIAM Problems and Solution* (págs. 35-40).