

**QUIMICA ANALITICA****Fundamentos generales**

*Química Analítica para los alumnos de la Carrera Licenciatura en Nutrición, es una asignatura cuyos conocimientos corresponden en general a las denominadas Química Analítica Cualitativa, Cuantitativa e Instrumental. En esta asignatura se imparten conocimientos básicos y necesarios que permitan al alumno aplicar los principios y metodologías analíticas en muestras de interés.*

*El objetivo fundamental de esta asignatura es introducir al alumno en el esquema general del proceso analítico total; formándolo y capacitándolo de esta manera, en la aplicación de los principios y metodologías de la Química Analítica. El programa contiene una primera parte, de introducción a los fundamentos en los que se basa la Química Analítica. Una segunda parte, de principios y operaciones analíticas que involucran cuantificación desarrollando las distintas técnicas volumétricas y gravimétricas y finalmente, se contemplaran técnicas instrumentales consideradas de interés: Espectrometría Molecular.*

**Equipo Docente:**

*Dr. Franco Bertolino, Profesor Asociado*

*Dr. Germán Messina, Profesor Titular*

*Dr. Julio Raba, Profesor Titular*

*Lic. Cristian M. Moreira, Jefe de Trabajos Prácticos*

*Lic. María Luz Scala Benuzzi, Jefe de Trabajos Prácticos*

*Lic. Claudio F. Jofre, Auxiliar de Primera*

*Lic. Sofía Piguillem Palacios, Auxiliar de Segunda*

## INTRODUCCIÓN

La Química como ciencia básica tiene multiplicidad de ramas que permiten el estudio de la totalidad del entorno que rodea al hombre. Es por ello, que los nuevos enfoques de enseñanza deben tender a visualizar el papel fundamental que cumple la cultura científica y tecnológica en el desarrollo social.

Ahora bien, en particular, la Química Analítica que tiene por objeto lograr una real comprensión de los fenómenos físico-químicos que ocurren en los diferentes ecosistemas, debe estudiarse en profundidad. Para ello es fundamental la formación de profesionales e investigadores en áreas de indudable importancia y significación social como lo son la Bioquímica, Biología, Geología, entre otras. Cabe destacar que la interdisciplinariedad debe ser una meta a alcanzar, por cuanto la química no solamente utiliza y alimenta otras áreas de las ciencias naturales y de las matemáticas, sino que es una conjunción, en constante crecimiento, de teoría elegante, técnica precisa y pertinencia práctica.

### Definición

*“La química Analítica es una ciencia metrológica que desarrolla, optimiza y aplica herramientas (materiales, metodológicas y estratégicas) de amplia naturaleza, que se concretan en procesos de medida encaminados a obtener información (bio)química de calidad, tanto parcial (presencia/concentración en muestra de especies-analitos (bio)químicos) como global sobre materias o sistemas de amplia naturaleza (química, bioquímica, biológica) en el espacio y en el tiempo para resolver problemas científicos, técnicos, económicos y sociales.”*

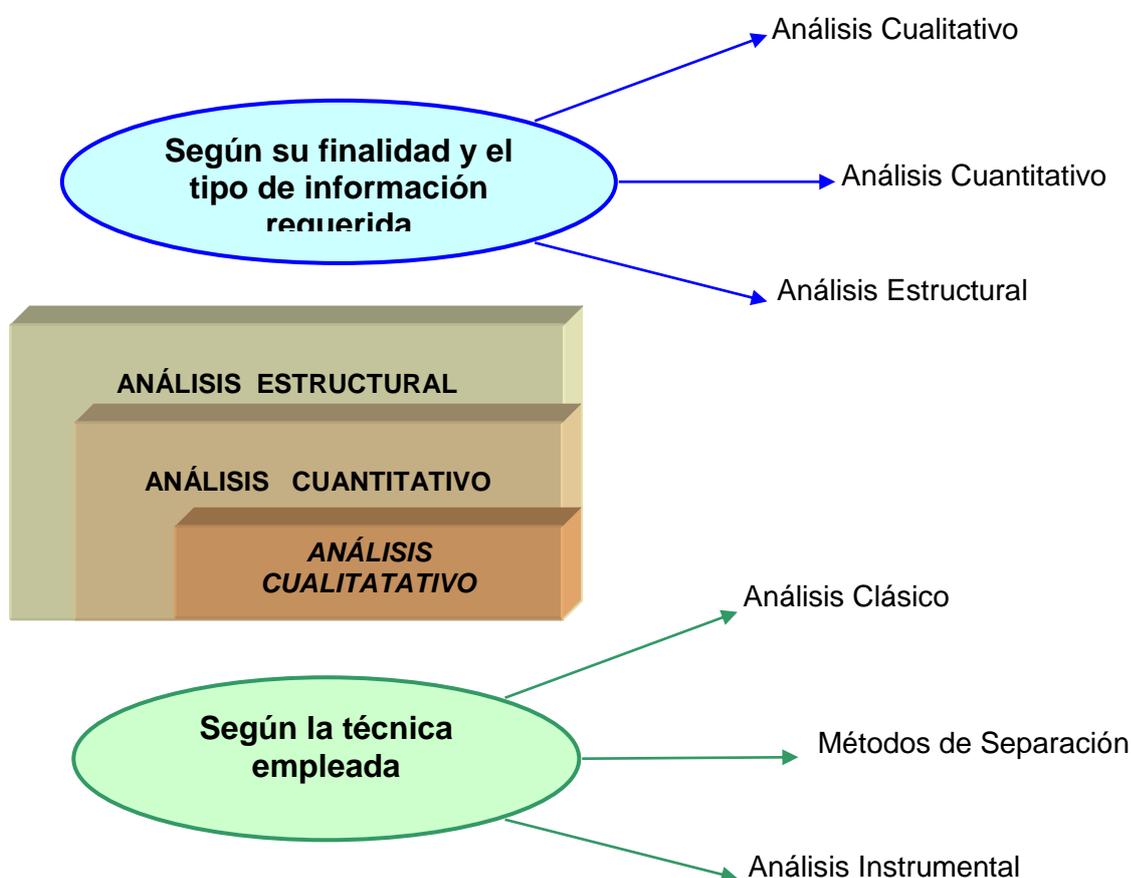
Las características relevantes de esta definición son:

- 1- Se trata de una ciencia **metrológica**.
- 2- Tiene un doble carácter: básico (desarrollo) y práctico (aplica).
- 3- Genera información sobre la materia (o sistema) en estudio, diferenciando la misma en global o parcial (componentes) y teniendo en cuenta donde y cuando existe.
- 4- Considera a los procesos analíticos como vías genéricas de conseguir información.

- 5- Tiene en cuenta las denominadas **Herramientas Estratégicas** (planificación, diseño, optimización, adaptación, etc.), metodológicas y materiales (aparatos, instrumentos, reactivos, etc.).
- 6- Incluye y diferencia los problemas analíticos y los problemas científicos, técnicos, económicos y sociales.
- 7- Incorpora la calidad en forma directa, referida a información generada, e indirecta, referida a herramientas y procesos.

### ❖ CLASIFICACIÓN DE LA QUÍMICA ANALÍTICA

Entre las clasificaciones mencionadas en la bibliografía actual, las más significativas son esquematizadas en la figura I:



El análisis cualitativo identifica una propiedad del analito o sus productos de reacción, el análisis cuantitativo lo mide numéricamente y el análisis estructural lo interpreta.

Para llevar a cabo un análisis cuantitativo es preciso tener un conocimiento cualitativo previo, no solo sobre el analito sino sobre las otras especies presentes en la muestra (matriz) que pueden ser interferentes en el proceso analítico.

### ❖ EL PROBLEMA ANALÍTICO

Tal como se ha indicado la Química Analítica es una ciencia o disciplina que tiene como meta la extracción de la información (bio)química latente de un objeto o sistema para tomar decisiones fundamentadas, eficaces y a tiempo.

El problema analítico representa la faceta aplicada de la Química Analítica, ejemplo de problemas analíticos son:

- Aceptación/rechazo de una partida de vino embotellado.
- Decisión sobre la potabilidad de un agua
- Confirmación del apelativo *light* de un alimento

Los datos analíticos suministrados deben ser claros y contundentes, para tomar decisiones fundamentadas en los pertinentes contextos económicos sociales. Además esta información debe cumplir requisitos tales como rapidez, bajos costes, etc.

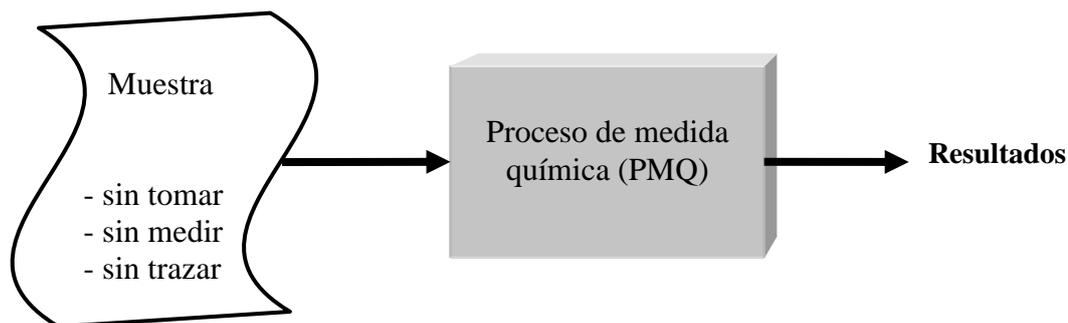
El problema analítico puede considerarse como una interfase activa entre el “cliente” que solicita la información y el químico analítico que la genera.

Problema	Objeto	Muestra(s)	Analito(s)
Contaminación de un río	El río con sus características geográficas y temporales	Alicuotas del objeto tomadas en diferentes lugares y tiempos	Especies contaminantes orgánicas e inorgánicas
Doping en los juegos Olímpicos	Atletas	Orinas	Anfetaminas, hormonas, B-bloqueantes
Adulteración de aceite de oliva con otras grasas	Producción de una factoría	Alicuotas representativas de la producción	Grasas vegetales Grasas animales

## ❖ EL PROCESO DE MEDIDA QUÍMICO

### Definición

Un proceso de medida química (PMQ) se define como *conjunto de operaciones que separan a la muestra (sin tomar, sin medir, sin tratar) de los resultados generados y expresados según los requerimientos del problema analítico planteado.*



## ❖ ANÁLISIS CUALITATIVO

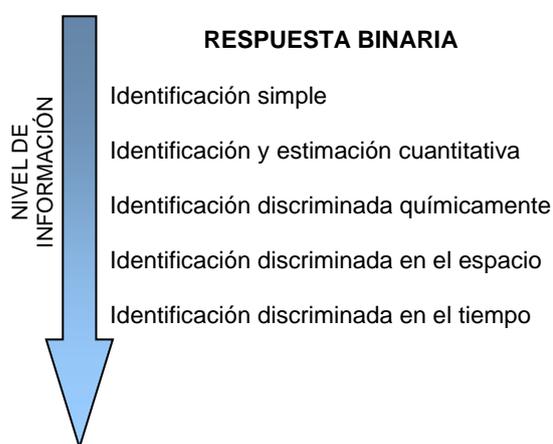
Este es el primer eslabón de las tres finalidades de la Química Analítica, según la información requerida. No se puede cuantificar sin conocer previamente si está o no presenta el analito en la muestra. El análisis cualitativo tiene como objetivo la *identificación* del analito (átomos, iones, moléculas o grupos químicos) presente en la muestra sometida al proceso analítico. La palabra *identificación* se emplea comúnmente para describir el proceso analítico cualitativo comporta un reconocimiento a través de las características químicas o físico-químicas del analito o su producto de reacción. La palabra *determinación* es empleada usualmente en el ámbito del análisis cuantitativo.

La forma más habitual de información cualitativa es la que origina una **respuesta binaria Si/No**, la cual reduce considerablemente la incertidumbre, según sea su nivel informativo. La demanda de información (bio)química se concreta en importantes respuestas binarias tales como: ¿ está o no contaminada esta muestra? ¿hay o no hay aditivo prohibido? ¿ha ingerido o no drogas el atleta? etc.

La forma más habitual de la información cualitativa es la respuesta binaria, esta respuesta aparentemente tan simple, tiene siempre connotaciones cuantitativas. En definitiva, se trata de comparar datos que corresponden a cantidades del analito. Debe tenerse presente que la posibilidad de detectar pequeñas concentraciones, está marcada por el límite de detección, por lo que la respuesta es **Si/No** existe el analito por encima o por debajo de la concentración límite característica del proceso analítico aplicado.

El proceso de medida química (PMQ) para generar información cualitativa toma en la práctica diferentes denominaciones, tales como “*test*”, “*ensayo*”, “*screening*”, en lugar de análisis.

### Tipos de Respuesta binaria



El nivel informativo de una respuesta binaria puede variar significativamente. En la figura II se muestra el nivel creciente de información cualitativa. La respuesta binaria más simple se concreta en la identificación de un analito en la muestra. La información cualitativa puede requerir que se tenga en cuenta la existencia del analito por encima o por debajo de un límite de concentración, en

este caso el nivel de información es mayor. Es cada vez más frecuente la necesidad de ofrecer información cualitativa discriminada sobre las diferentes formas en que puede encontrarse un analito en la muestra (*especiación*).

### Tipos de Análisis Cualitativo

#### *Análisis Cualitativo Clásico*

El análisis cualitativo clásico se fundamenta en el empleo de reacciones químicas (ácido-base, redox, formación de complejos o precipitación), bioquímicas o inmunológicas, que generan un producto identificado por los sentidos humanos, a través de un cambio bien definido (formación de un gas, un precipitado, un color diferente).

La identificación de un analito en análisis cualitativo clásico se basa en la comparación del comportamiento del sistema químico entre un estandar del analito, un blanco y la muestra

## ANÁLISIS CUALITATIVO CLÁSICO

**DIRECTO:** hace uso de reacciones específicas para identificar todos y cada uno de los iones

**SEPARACIONES:** hace uso de reactivos para separar cada analito o para separar grupos de analitos (Marcha Analítica)

**MIXTO:** cada analito se identifica en una alícuota de la muestra pero en cada uno de ellos se aplica una técnica de separación en orden riguroso.

### *Análisis Cualitativo Instrumental*

Las características físico-químicas del analito o de su producto de reacción, son transformadas en señales medibles por instrumentos: ópticos, electroanalíticos, térmicos, etc. que son utilizadas para su identificación. La identificación, depende de la comparación de la señal, al someter al proceso analítico cualitativo a tres alícuotas de:

- a) Un estándar, que contiene al analito.
- b) Un blanco, que no contiene al analito y cuya matriz sea semejante a la de la muestra.
- c) Una muestra, que puede o no contener al analito.

El potencial de la instrumentación confiere al análisis cualitativo instrumental un mayor campo de aplicación.

## ❖ REACCIONES DE USO FRECUENTE EN QUÍMICA ANALÍTICAS

Una reacción química es utilizable en la Química Analítica porque origina fenómenos fácilmente observables que, de alguna manera se relacionan con la sustancia -elemento o grupo químico- que se analiza, entonces recibe el nombre de *REACCIÓN ANALÍTICA*.

Estas reacciones pueden verificarse por *vía húmeda* que, generalmente, tienen lugar entre iones en disolución y por *vía seca* que se verifican entre sólidos.

Las reacciones analíticas por *vía húmeda* pueden clasificarse según los cuatro tipos fundamentales que se indica a continuación:

- a) *Reacciones ácido-base*, que implican una transferencia de protones.
- b) *Reacciones de formación de complejos*, en las que se produce una transferencia de iones o de moléculas.

- c) *Reacciones de precipitación*, en las que además de haber un intercambio de iones o de moléculas tienen lugar la aparición de una fase sólida.
- d) *Reacciones redox*, que implican un intercambio de electrones.

### Condiciones de una Reacción Para la Identificación y la Cuantificación

El *Análisis Cualitativo Clásico* se fundamenta en el empleo de reacciones químicas (ácido-base, redox, formación de complejos o precipitación), bioquímicas o inmunológicas, que generan un producto identificado por los sentidos humanos, a través de un cambio bien definido (formación de un gas, un precipitado, un color diferente).

La identificación de un analito en análisis cualitativo clásico se basa en la comparación del comportamiento del sistema químico entre un estándar del analito, un blanco y la muestra

Muchas reacciones usadas en el análisis cualitativo pueden servir para el desarrollo de métodos cuantitativos, se prefieren las condiciones operativas; sin embargo, no debe creerse que siempre una reacción útil en el análisis cualitativo puede ser aplicada en el análisis cuantitativo.

El *Análisis Cuantitativo Clásico* se basa en el empleo de dos instrumentos usados desde hace siglos: *la bureta y la balanza*, para desarrollar las técnicas analíticas gravimétricas y volumétricas, respectivamente.

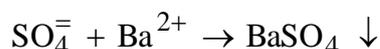
Una reacción para ser usada como base de un método volumétrico deberá cumplir con los siguientes requisitos:

- 1- Rapidez
- 2- Estequiometría y ausencia de reacciones laterales
- 3- Presencia de un sistema de indicación adecuado para evidenciar el punto final.

### Expresión de las Reacciones En Química Analítica

Al expresar, mediante formulación química, lo que ocurre en una reacción analítica se procura que la ecuación se corresponda con lo que ha acontecido en el fenómeno. Así, cuando se añade una disolución de una sal de bario sobre otra que contiene el anión sulfato procedente, bien de una disolución de ácido sulfúrico o de cualquier sulfato soluble, se

obtiene un precipitado blanco de sulfato de bario. Han reaccionado exclusivamente el anión  $\text{SO}_4^-$ , y el catión  $\text{Ba}^{2+}$ , con independencia de que el primero proceda de la disociación del ácido sulfúrico o de algún sulfato soluble, y que el catión  $\text{Ba}^{2+}$  provenga del nitrato, del cloruro, o del acetato. Como han reaccionado iones, la formulación sería iónica, en la que intervienen únicamente los iones reaccionantes:



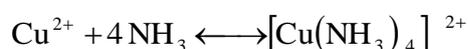
Los productos poco disociados (precipitados, sustancias covalentes típicas, electrolitos muy débiles) se escribirán en forma molecular, como así mismo las reacciones que tienen lugar entre sólidos.

Ejemplos:

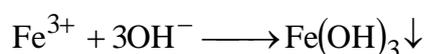
1.- El reactivo amoniacal es una disolución acuosa del gas amoniacal  $\text{NH}_3$ . En esta disolución existen gran concentración de moléculas de amoniacal más los iones  $\text{OH}^-$  y  $\text{NH}_4^+$  procedente de la débil reacción del amoniacal con el agua:



Así pues, en las reacciones en las que interviene el amoniacal como reactivo tomarán parte, o las moléculas de amoniacal, o el catión amonio o el anión oxhidrilo, o simultáneamente, algunas de estas especies, según la especial afinidad de los grupos químicos existentes sobre ellas. Por ejemplo, si se añade un exceso de disolución acuosa de amoniacal sobre otra de sulfato de cobre se obtiene un intenso color azul porque la apetencia del  $\text{Cu}^{2+}$  por las moléculas de amoniacal hace que se forme el complejo azul  $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+}$ . La reacción, se escribirá:



Pero si la misma disolución de amoniacal se adiciona sobre otra de cloruro férrico, se obtiene un precipitado pardo rojizo de  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  debido a que la escasa solubilidad de esta especie condiciona que el  $\text{Fe}^{3+}$  reaccione preferentemente con los iones  $\text{OH}^-$ .



Estas ecuaciones deben estar debidamente ajustadas, aunque para muchos aspectos puramente cualitativos no sea preciso, de tal manera que el número de especies atómicas de un miembro sea igual que el del otro y que la suma algebraica de las cargas positivas y negativas, sea, asimismo, igual en ambos miembros.

El ajuste de las ecuaciones que expresan una reacción analítica es en general sencillo, se logra por simple tanteo. Las reacciones que implican un proceso de oxidación-reducción (redox), se ajustan fácilmente por el proceso de cambio de valencia modificado. En este procedimiento, una vez escrito todas las especies que reaccionan y los productos resultantes de la reacción, se indaga cual es el número de electrones que ha perdido el elemento -o elementos- que actúan como oxidante en la molécula o grupo iónico considerado como tal y ese número es el que se pone como coeficiente del grupo que obra como reductor. Se hace lo mismo respecto al número de electrones que gana el elemento -o elementos- de la especie reductora y ese número se pone como coeficiente del grupo oxidante. Con esos dos números clave el resto del ajuste de la ecuación resulta sencillo por simple tanteo:

Ejemplos:

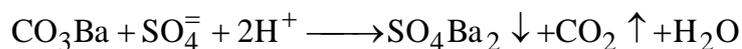
1.- El dicromato potásico,  $\text{Cr}_2\text{O}_7\text{K}_2$  en medio ácido, oxida el catión ferroso a férrico, mientras que él se reduce a catión  $\text{Cr}^{3+}$ .



El cromo, número de oxidación (VI) en el dicromato pasa a número de oxidación (III) en el catión  $\text{Cr}^{3+}$ , ganando 3 electrones por cada átomo de cromo como hay dos átomos de cromo en el dicromato el número total de electrones ganados es 6 y éste será el coeficiente del  $\text{Fe}^{2+}$ ; como este  $\text{Fe}^{2+}$  pierde un solo electrón para pasar a  $\text{Fe}^{3+}$ , será la unidad el coeficiente del  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ; todo el oxígeno del dicromato ha pasado a formar agua con los protones del medio ácido, cuyo coeficiente será 14 para poder formar 7 moléculas de agua con los 7 átomos de oxígeno, quedando por lo tanto una ecuación ajustada atómica y electrónicamente.

En ocasiones, se pone una flecha hacia abajo para resaltar la formación de un precipitado, u otra hacia arriba para indicar la evolución de gases o vapores.

Por ejemplo:



❖ **REACTIVOS**

El procedimiento general para la identificación de una sustancia por el método clásico de análisis, consiste en provocar en la misma un cambio en sus propiedades que sea fácilmente observable y que se corresponda con la constitución de dicha sustancia. El agente que provoca el cambio se llama reactivo, porque generalmente reacciona químicamente con la sustancia que se quiere reconocer.

Comúnmente se entiende por reactivo un producto químico que en estado sólido o bien, lo que es más frecuente, en disolución adecuada, se utiliza para reaccionar químicamente con la sustancia objeto del análisis. En la reacción se puede producir la aparición de un precipitado (nitrato de plata con ácido clorhídrico) o el desprendimiento de un gas ( $\text{SO}_2$  al tratar un sulfito con ácido fuerte) o una coloración diferente (color rojo del  $\text{Fe}^{3+}$  con  $\text{SCN}^-$ ) o cualquier otro fenómeno o transformación suficientemente rápido y observable.

El análisis cualitativo convencional se realiza principalmente por vía húmeda. En él se utilizan reactivos inorgánicos y orgánicos para efectuar separaciones, acondicionamientos químico y también para la caracterización final de las especies contenidas en el sistema bajo análisis. Su estudio provee conocimientos fundamentales, que son también necesarios en la práctica del análisis instrumental, con el cual se constatan y miden propiedades específicas de los componentes de las muestras. Los métodos espectroscópicos, de emisión o absorción, la polarografía y la fluorescencia de rayos X, son ejemplos de este tipo de metodologías analíticas.

Particularmente en el caso de análisis por vía húmeda, no es posible efectuar ensayos directos, debido a que, salvo contadas excepciones, no se dispone de reactivos individuales para cada especie.

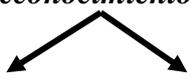
**Clasificación de los Reactivos:**

Los reactivos químicos se clasifican:

**SEGÚN SU NATURALEZA:**

- *Inorgánicos*
- *Orgánicos*
- *Bioquímicos*
- *Inmunológicos*

**SEGÚN SUS FUNCIONES:**

- *De grupo o generales*
- *De reconocimiento o especiales*
  - 
  - selectivos*
  - específicos*
- *Enmascarantes o auxiliares*

Los reactivos **generales** son casi todos inorgánicos y los **especiales** son generalmente de naturaleza orgánica.

**Los reactivos de grupo o generales.** son comunes a un número grande de especies y se utilizan habitualmente para separaciones en grupos iónicos como sucede en las denominadas Marchas Analíticas; tales son por ejemplo: el ácido sulfhídrico, el carbonato sódico, los hidróxidos alcalinos, especies capaces de formar complejos, etc.

Los reactivos especiales actúan sobre muy pocas especies químicas y se emplean para ensayos de identificación o reconocimiento.

**Los reactivos especiales** pueden ser: **selectivos o específicos**, según que actúen sobre un grupo pequeño de especies o sobre una sola.

**Selectivos:** son aquellos reactivos que bajo condiciones experimentales determinadas permiten la identificación de unas pocas sustancias. Por ejemplo: la dimetilglioxima produce, en medio neutro un precipitado amarillo con las sales Ni(II), una coloración roja con las sales de Fe(II) y un color pardo con las de Co(II). *La dimetilglioxima es un reactivo selectivo de estas especies.*

**Específicos:** son aquellos reactivos que bajo condiciones experimentales determinadas permiten la identificación de una sola sustancia. Por ejemplo: la ortofenantrolina origina, en medio neutro, un color rojizo con  $\text{Fe}^{2+}$  y ningún otro ion produce una reacción semejante ni perturba la observación del ensayo. *Se trata entonces de un reactivo específico.* Los reactivos específicos son muy escasos, pero un reactivo que tenga una selectividad definida puede hacerse específico variando convenientemente las condiciones del ensayo.

Además de estos dos tipos de reactivos existen otros que se usan esporádicamente y que podemos englobar en la denominación de **reactivos enmascarantes o auxiliares**. Tales son aquellos que se emplean en procesos de enmascaramiento de iones (fluoruros alcalinos, EDTA, etc.); ajustes de pH (disoluciones reguladoras); disolventes orgánicos (éter, acetona, alcoholes, cloroformo); indicadores de pH etc.

**LABORATORIO N° 1****ANALISIS CUALITATIVO****Objetivos**

- ✓ Aplicar propiedades químicas con fines analíticos.
- ✓ Emplear reactivos generales, de grupo y de identificación.
- ✓ Observar el comportamiento de los iones frente a diferentes reactivos.

**Material de laboratorio:**

- 1- Vaso de precipitación de 50 mL
- 2- Varilla de vidrio
- 3- Pipetas graduadas de 10 y 5 mL.
- 4- Tubos de centrifuga de 15 mL
- 5- Pipetas Pasteur

**Reactivos:**

1. Agua destilada.
2. Acido acético al 5%
3. HNO<sub>3</sub> (1:1 v/v) y 2N
4. AgNO<sub>3</sub> 0,05N
5. SnCl<sub>4</sub>
6. KSCN
7. Magnesón
8. NaOH 2N
9. BaCl<sub>2</sub> 1 M

**IDENTIFICACIÓN DE CLORUROS EN LECHE****Objetivo**

Determinar la presencia de cloruros en leches comerciales.

**Fundamento**

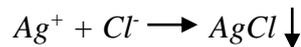
La leche es un alimento rico en minerales y vitaminas vitales para el organismo, este producto debe ser obtenido bajo estrictas condiciones de producción ecológica, de tambos certificados por la autoridad oficial competente. El resultado debe ser una leche integral, que conserve intacto el balance de su composición original.

Es de vital importancia el control de calidad en estos alimentos, la determinación de cloruros, es una de las determinaciones más importantes para detectar el aguado en leches ya que disminuye la concentración de cloruros en el producto con el aumento de agua. Por otro lado se pueden evidenciar leches provenientes de vacas con mastitis, lo que aumenta la concentración de cloruros.

El paso más importante en las operaciones previas a la determinación de cloruros es la eliminación de interferencias (proteínas, grasas); para ello se utiliza ácido acético al 5% el cual produce la floculación de las macromoléculas. Luego se filtra y se determina sobre una alícuota del filtrado la presencia de cloruros.

### Desarrollo

**Mecanismo** La reacción que se lleva a cabo es:



1. Tomar exactamente 10 mL de leche y adicionar 6 mL de agua destilada.
2. Adicionar 4 mL de ácido acético al 5%
3. Centrifugar. Desechar el residuo (proteínas, grasas, interferentes), seguir trabajando con el suero.
4. Tomar exactamente 10 mL de suero, adicionar 2 mL de HNO<sub>3</sub> (1:1).
5. Adicionar unas gotas de AgNO<sub>3</sub> 0,05N.

**Resultado:** precipitado blanco

## IDENTIFICACION DE HIERRO EN LECHE

### Objetivo

Determinar la presencia de hierro en leches comerciales.

### Fundamento

Este oligoelemento, interviene en la formación de la hemoglobina y de los glóbulos rojos, como así también en la actividad enzimática del organismo.

Dado que participa en la formación de la hemoglobina, transporta el oxígeno en sangre y que es importante para el correcto funcionamiento de la cadena respiratoria. Las reservas de este mineral se encuentran en el hígado, el bazo y la médula ósea.

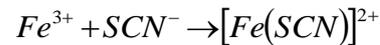
Se clasifica en hierro hémico y no hémico: El hierro hémico es de origen animal y se absorbe en un 20 a 30%. El no hémico, proviene del reino vegetal, es absorbido entre un 3% y un 8%. Para mejorar la absorción del hierro no hémico siempre es bueno consumir conjuntamente alimentos que contengan vitamina C.

La falta de hierro es la carencia nutricional más generalizada en todo el mundo y la principal causa de anemia en el bebé lactante, el niño pequeño, el adolescente y la mujer en edad fértil y embarazada.

La fortificación de los alimentos es uno de los métodos eficientes para prevenir la carencia de hierro en la población.

**Desarrollo**

**Mecanismo:** oxidación del  $Fe^{2+}$  a  $Fe^{3+}$  en medio ácido y posterior formación de un complejo coloreado



- 1- Colocar en un microtubo de ensayo 0,5 mL de muestra
- 2- Adicionar 4 gotas de  $HNO_3$
- 3- Luego 4 gotas de  $[SnCl_6]^{2-}$  [Sn(IV)]
- 4- Finalmente gotas de KSCN (tiocianato de potasio)

**Resultado:** Complejo de color rojo intenso

**IDENTIFICACIÓN DE MAGNESIO EN AGUA****Objetivo**

Determinar la presencia de magnesio en diferentes tipos de agua.

**Fundamento**

El magnesio es un mineral indispensable para la correcta asimilación de calcio y vitamina C y el buen funcionamiento nervioso y muscular. Se almacena principalmente en huesos, en el interior de las células y, en menor cantidad, en el suero sanguíneo. Es fácilmente eliminado a través de las heces y de la orina, además, sus sales se usan en antiácidos y laxantes.

Es responsable (junto con calcio y otros iones metálicos) de la dureza del agua. Se denomina agua dura a aquella que cuece mal las legumbres, o bien, aquella que no forma espuma con los jabones comunes. Se la suele clasificar en: dureza transitoria, dureza permanente y dureza total. La dureza transitoria se elimina cuando el agua se somete a ebullición. La dureza permanente no se elimina por ebullición y la total es la suma de las dos anteriores.

**Desarrollo**

**Mecanismo:** Adsorción de la forma tautomérica azul del colorante sobre el hidróxido de magnesio.

- 1- Colocar en microtubo de ensayo 3 gotas de solución muestra
- 2- Adicionar 1 gota de Magnesón al 1 % en etanol al 50 %
- 3- Agregar gotas de NaOH hasta alcalino, calentar a baño María

**Resultado:** color ó precipitado azul

**IDENTIFICACIÓN DE SULFATO EN VINO****Objetivo**

Determinar la presencia de sulfato en vino.

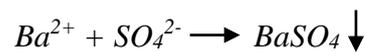
**Fundamento**

El contenido de sulfato en vino embotellado aumenta al envejecer el vino. El mismo procede de la uva y efectivamente la concentración aumenta de forma escalonada conforme envejece el vino una vez embotellado, aunque presenta un aumento elevado cuando pasa más de diez años.

El origen de los sulfatos es el grano de uva, aunque también pueden aumentar por enyesado. Cuando un vino es poco ácido se corrige mediante la adición de sulfato de calcio ( $\text{CaSO}_4$ ), o por adición de anhídrido sulfuroso ( $\text{SO}_2$ ), además este último se usa como antiséptico y antioxidante (conservante) del vino.

**Desarrollo**

**Mecanismo:** Formación de un precipitado.



- 1- Colocar en un microtubo de ensayo gotas de muestra
- 2- Adicionar 3-5 gotas de cloruro de bario 1 M

**Resultado:** Un precipitado blanco finamente dividido de  $\text{BaSO}_4$  confirma ion sulfato.

**INFORME DE LABORATORIO:**

Realizar en un cuaderno de notas el informe correspondiente, en donde consten los procedimientos utilizados, las ecuaciones químicas y las observaciones correspondientes a cada experiencia.

## MATERIAL DE LABORATORIO

Para una correcta realización del trabajo de prácticas es necesario familiarizarse con los nombres, manejo, aplicaciones, precisión del material de laboratorio, etc.

### MEDIDA DE MASA

**Balanza analítica:** La determinación de la masa de las sustancias se realiza habitualmente mediante una balanza monoplato. **Este aparato se calibra y se tara.** La lectura, con una precisión de  $\pm 0,001$  g, es prácticamente instantánea. La sustancia a medir nunca se deposita sobre el plato de la balanza. Si es un sólido, se emplea un **vidrio de reloj, vaso de precipitados** o un **papel de filtro** con los que previamente se haya tarado la balanza. Si es un líquido, éste puede pesarse sobre un **vaso de precipitados, un matraz** o un **erlenmeyer** que estén limpios y secos por debajo.



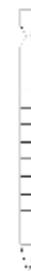
### MEDIDA DE VOLUMEN Y MANEJO DE DISOLUCIONES

La mayor parte de los instrumentos empleados en el laboratorio son de vidrio por ser éste transparente, de fácil limpieza, inerte químicamente y resistente a altas temperaturas. Los materiales que se utilizan para la medida de volúmenes están normalmente calibrados a una determinada temperatura. Debido al riesgo inherente de ruptura y cortes, el material de vidrio ha de sujetarse con firmeza pero evitando tensiones que provoquen su ruptura.

**Probeta:** Es un cilindro graduado provisto de un pie. **La probeta se usa cuando la precisión en la medida de volúmenes no deba ser muy elevada.** Típicamente, se miden volúmenes de disolventes (agua, metanol, etc.).



**Pipeta Graduada:** Pipetas graduadas: Están calibradas en unidades convenientes para permitir la transferencia de cualquier volumen desde 0.1 a 25 ml. Hacen posible la entrega de volúmenes fraccionados, permiten medir alícuotas de líquido con bastante precisión.



**Pipeta Aforada:** es un tubo cilíndrico con un ensanchamiento central que **mide volúmenes fijos con gran precisión** (5, 10, 20, 25 mL, etc. según el *aforo*). Presentan dos señales de *enrase* o *aforo*. Para cargar la pipeta, se aspira el líquido por la parte superior con la ayuda de una **pera de goma** hasta el enrase superior y se descarga hasta el enrase inferior sobre un **matraz** o **vaso de precipitados**.

**Bureta:** es un tubo cilíndrico graduado con estrechamiento en su parte inferior provisto de una llave. **La bureta permite medir y controlar capacidades no conocidas a priori** (por ejemplo, en **valoraciones**). Después de la carga de la bureta y antes de su uso, se debe tener la precaución de que no queden burbujas de aire en su interior.

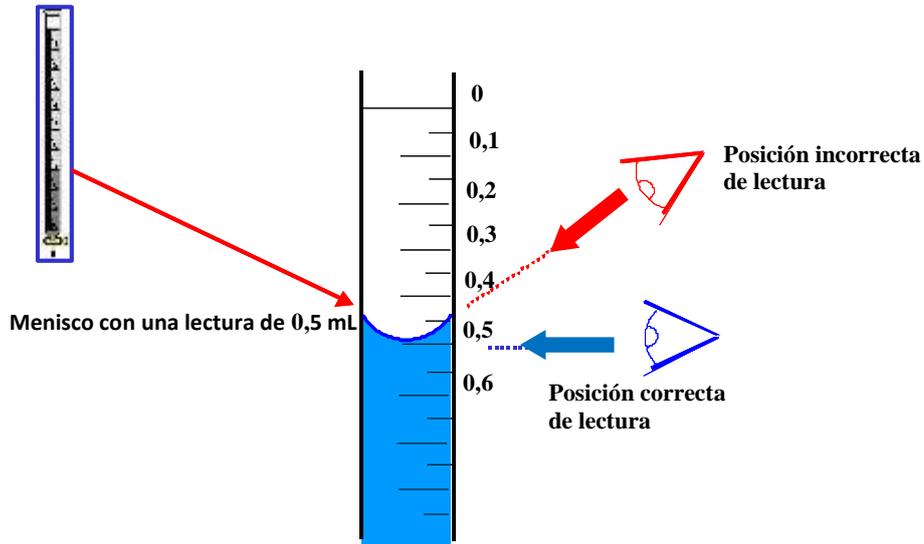


**Matraz Aforado:** está provisto de un cuello largo y una señal de aforo que indica su capacidad. Este recipiente, con un volumen muy preciso, **se utiliza para preparar disoluciones de una concentración dada**. Posee un tapón para homogeneizar la disolución mediante agitación.

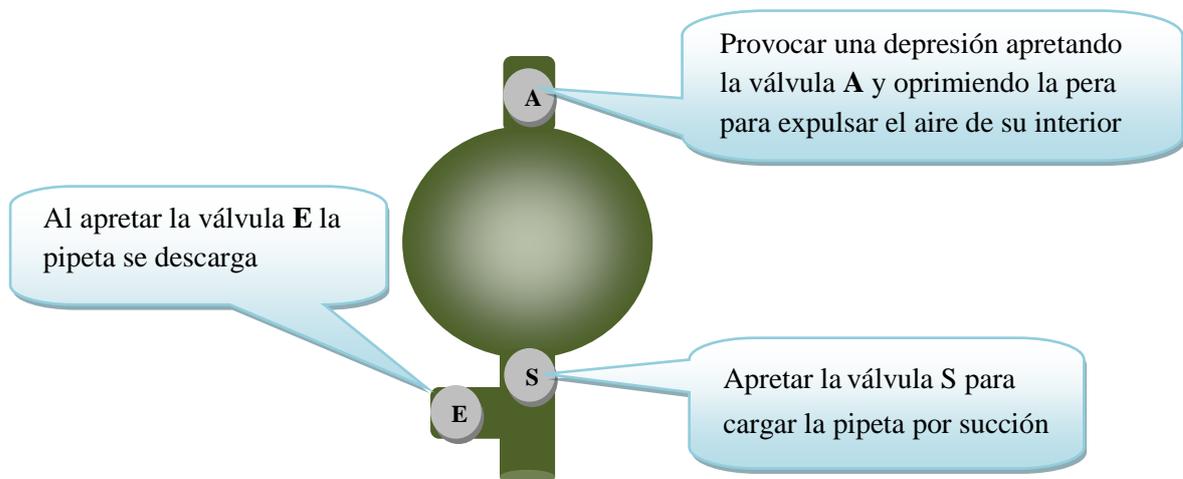
*Normalmente, el material de vidrio que se usa para medir disoluciones se enjuaga previamente con una pequeña porción de la misma disolución a emplear*

En aquellos recipientes de cuello estrecho (pipeta, bureta, matraz aforado) se forma un **MENISCO** que es la superficie cóncava o convexa que separa a la fase líquida (disolución) de la fase gas (aire). Las fuerzas de **ADSORCIÓN** entre la superficie del vidrio y la disolución provocan la curvatura del menisco.

LA LECTURA DEL VOLUMEN HA DE REALIZARSE DE TAL MODO QUE LOS OJOS ESTÉN EN UN PLANO TANGENTE AL MENISCO

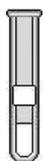


**Peras de goma:** conectadas a la boca superior de una **pipeta** facilitan la succión de líquido sin más que provocar un depresión (apretar **A** y oprimir la pera) y oprimir la válvula **S**. Para expulsar el líquido, se abre la válvula **E**.



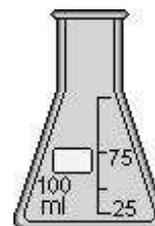
## MATERIAL DE VIDRIO PARA CONTENER REACTIVOS

**Cuentagotas:** maneja cantidades muy pequeñas de líquidos. 20 gotas son aprox. 1 mL



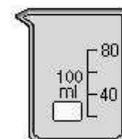
**Tubo de ensayo:** recipiente de pequeña capacidad en el que se realizan las reacciones cualitativas. Antes de calentarlo en llama, hay que asegurarse de que esté seco. **Nunca debe enfriarse con agua.**

**Matraz Erlenmeyer:** recipiente de paredes inclinadas de usos similares al vaso de precipitados. Su forma disminuye el riesgo de salpicaduras y proyecciones y facilita la agitación ininterrumpida de su contenido. Las marcas indican volúmenes aproximados.



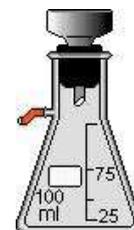
**Vidrio de reloj:** se usa para pesar sustancias sólidas o desecar pequeñas cantidades de disolución.

**Vaso de precipitados:** recipiente cilíndrico que se usa para realizar precipitaciones, ataques con ácidos o bases, disoluciones, etc. Puede estar graduado, pero las marcas indican volúmenes aproximados.



**Embudo de decantación:** recipiente de forma cónica invertida con dos aberturas. En la superior se ajusta un tapón y en la inferior hay una llave. Se utiliza en las operaciones de **extracción líquido-líquido.**

**Matraz kitasato:** similar al matraz Erlenmeyer. Tiene una tubo lateral para hacer depresión en su interior. Conjuntamente con un **Embudo Buchner** y una **trompa de agua** se usa para realizar filtraciones por succión.



**Cajas de Petri:** Son utilizadas en bioquímica para llevar a cabo cultivos de microorganismos.

**Cristalizador:** Vaso de paredes anchas de mayor diámetro que altura en el que se suelen llevar a cabo las cristalizaciones. También tiene múltiples usos como recipiente auxiliar.



## OTRO MATERIAL DE USO COMUN EN EL LABORATORIO

**Cucharillas y Espátulas:** utensilios metálicos que sirven para extraer de los frascos y dispensar los reactivos sólidos. Para evitar contaminar los productos, las cucharillas y espátulas deben mantenerse perfectamente limpias y secas.



**Varilla de vidrio:** es un tubo de **vidrio macizo** con múltiples aplicaciones en el laboratorio que van desde agitar disoluciones, tomar muestras líquidas, servir de guía en el trasvase de líquidos, arrastre de sólidos, etc.

**Gradilla:** soportes para **tubos de ensayo** que suelen ser metálicos, de plástico o madera.



**Picetas o Frasco Lavador :** El uso continuado de **agua destilada**, ya sea para **disolver** ya sea para **lavar**, requiere un recipiente que facilite el vertido del agua.

**Embudo:** además de utilizarse para facilitar el trasiego de líquidos hacia recipientes de boca estrecha, en el laboratorio de Química se utiliza como soporte del **papel de filtro** en las **filtraciones por gravedad**. El papel de filtro se sujeta humedeciéndolo.



**Embudo Buchner:** se usa para la separación de sólidos de disolventes por succión. Una **placa filtrante** sobre la parte cónica soporta el papel de filtro.

**Termómetro:** los termómetros de mercurio deben ser manejados con exquisito cuidado. En un laboratorio de Química se disponen de termómetros graduados hasta 100, 200, o 300 grados celsius<sup>o</sup>C



**Mortero:** se usa para la disgregar y/o pulverizar sustancias en el laboratorio, pueden ser de cerámica, vidrio, ágata, etc.

**Crisol** recipiente en forma de vaso para realizar reacciones a muy altas temperaturas como por ejemplo la calcinación de sólidos a 800 °C.



**Cápsula de Evaporación:** se usa para secar al aire productos sólidos

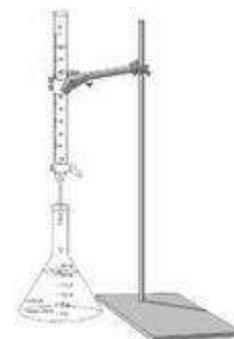




**Pinzas para tubos de ensayo:** normalmente hechas de madera. Se usan para sujetar los **tubos de ensayo** que han de ser calentados a la llama del mechero.

Obviamente, debe evitarse la exposición directa a la llama.

**Soportes:** placa metálica a la cual se atornilla una varilla también metálica de unos 60 cm de altura. Sobre la varilla se ajustan **pinzas, aros y nueces** que a su vez sirven para sujetar el material de vidrio en la meseta de trabajo (buretas, embudos, etc.)



**Rejilla de Amianto:** salvo los tubos de ensayo, la llama de un mechero no se aplica directamente al material de vidrio. Este se coloca sobre una rejilla metálica que tiene un círculo de amianto que reparte uniformemente el calor. La rejilla se coloca sobre un **trípode** metálico de altura adecuada.

**Escobilla:** la limpieza del material de vidrio es muy importante. Suelen utilizarse escobilla y **detergente líquido**. En ocasiones, un estropajo metálico también puede ser de gran ayuda.

**Centrífuga:** Aparato para acelerar la sedimentación de partículas coloidales o macromoléculas en una disolución generando un campo gravitatorio centrífugo de hasta  $10^5g$  por rotación. La muestra se introduce en un cilindro (**tubo de centrífuga**) que acompañado por un *blanco* de compensación se hace rotar rápidamente alrededor de un eje.



## FUENTES DE CALOR EN EL LABORATORIO. MATERIAL CALEFACTOR

**Mechero de Bunsen:** se utiliza en el laboratorio para el calentamiento *no controlado* de las muestras. Se trata de un dispositivo muy sencillo que facilita la combustión prácticamente completa del gas natural gracias a la mezcla íntima entre el gas (combustible) y el aire (comburente) a lo largo de la chimenea del mechero. Regulando la entrada de aire se consigue una llama azul de gran poder calorífico. El uso del mechero requiere **precaución**.



Para realizar tratamientos térmicos controlando el tiempo y la temperatura se utilizan principalmente **hornos eléctricos** que funcionan mediante calentamiento de resistencias eléctricas y disponen de un termostato y de un termómetro. Se distinguen dos tipos de hornos: la **estufa** y **mufla**. Una **estufa** alcanza temperaturas moderadas (100-300°C) mientras que una **mufla** puede alcanzar temperaturas de hasta 1500 °C gracias a su revestimiento de material refractario. Las estufas se suelen utilizar para *secar* mientras que las muflas se usan para calcinar las muestras contenidas en crisoles, por ejemplo.

Las **placas calefactoras** o **calentadores** son superficies metálicas calentadas por resistencias eléctricas sobre la que se deposita un matraz o vaso de precipitados con lo que se quiera calentar. Un termostato proporciona una temperatura más o menos constantes. Estas placas suelen incorporar un **agitador magnético** mediante el cual, un imán recubierto de material inerte químicamente se introduce en la disolución y gira a determinadas revoluciones por minuto. Otro material calefactor es la **manta eléctrica** con una forma semiesférica adaptada a los matraces bombilla. Las mantas eléctricas se usan en procesos de síntesis y en separaciones por destilación.

